Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Редакционная коллегия:

Новикова К.Ф.-начальник сектора ННХСЗР; Калинин В.А.-к.с.н., профессор, зав.кафедры ТСХА; Гиренко Д.Б.-к.х.н., зав.аналитической лаборатории УКР ВНИИГИНТОКС; Борисов Г.С.-зав. КТЛ РРСТАЗР; Устинова Т.Н.-ведущий специалист КТЛ РРСТАЗР.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

Ответственный за выпуск - Орехов Д.А., заместитель председателя Госхимкомиссии -
тел. 207-63-90

Сборник подготовлен к изданию Российской республиканской станцией защиты растений "Главхимзащиты" МСХ РФ
г.Раменское Московской обл., ул.Нефтегазосъемки 11/41 тел.(246) 3-09-52

ОГЛАВЛЕНИЕ

Хлорорганические пестициды стр.

1. Методические указания по групповой идентификации хлорорганических пестицидов и их метаболитов в биоматериале, продуктах питания и объектах окружающей среды методом адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографией.

29 июля 1991г. № 6129-91.....9..

2. Временные методические указания по определению модауна в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6109-91.....18..

Фосфорорганические пестициды

3. Методические указания по определению бициклада в растительном материале хроматографией в тонком слое.

29 июля 1991г, № 6113-91.....26...

4. Временные методические указания по определению офтанола-Т (по изофенфосу) в воде, почве, зерне и семенах сахарной свеклы.

29 июля 1991г, № 6105-91.....31...

5. Временные методические указания по определению метаболитов ФОП, производных тио- и дитиофосфорных кислот в биоматериале методом тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6072-91.....36....

6. Методические указания по определению метаболитов фосфамида в биологических средах методом тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, № 6133-91.....48....

7. Методические указания по определению этримфоса в зерновых культурах методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6129-91.....57....

8. Методические указания по газохроматографическому определению остаточных количеств этамона в столовой и сахарной свекле,зеленой массе

растений и почве.

29 июля 1991г, № 6094-91.....62.....

9. Методические указания по определению эфаля (этилфосфита алюминия и фосфористой кислоты) в растительных культурах, продуктах их переработки, воде, почве методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6132-91.....70...

Пиретроиды

10. Временные методические указания по определению изатрина в растительном материале методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6070-91.....85....

11. Временные методические указания по определению пиретроидов (перметрина, циперметрина, фенвалерата и декаметрина) в молоке и мясе методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6093-91.....91...

12. Временные методические указания по определению суми-α в биологическом материале методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6101-91.....103....

Гетероциклические соединения

13. Временные методические указания по определению остаточных количеств азовита в зерне злаковых, зеленой массе растений, сахарной свекле, яблоках, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 5371-91.....110.....

14. Методические указания по определению байфидана в зерновых и лекарственных культурах, воде и почве методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6131-91.....123....

15. Методические указания по определению бутизана С в воде и почве ме-

тодом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6139-91.....131....

16. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина и его метаболита, 2,6-лутидина в воде, овощах (картофель,огурцы,томаты).

29 июля 1991г, N 6079-91.....136.....

17. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина в биологическом материале.

29 июля 1991г, N 6078-91.....143.....

18. Временные методические указания по определению остаточных количеств ивина и его комплексов в воде методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6077-91.....149.....

19. Временные методические указания по определению кентавра в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6100-91.....155....

20. Временные методические указания по определению лентаграна в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6111-91.....162.....

21. Временные методические указания по определению рейсера в эфирных маслах лаванды и мяты методом газожидкостной хроматографии

29 июля 1991 г, N 6074-91.....168.....

22. Методические указания по определению топаза в сельскохозяйственных культурах газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

8 июня 1989г, N 5009-89.....174....

23. Временные методические указания по определению харелли в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6102-91.....182...

24. Временные методические указания по определению экспромта в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6107-91.....191...

25. Методические указания по определению эллипса в почве, зерне зерновых культур методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6273-91.....199...

Нитрофенолы и их производные

26. Методические указания по определению акрекса и диносеба в крови и моче тонкослойной хроматографией.

4 октября 1988г, N 4707-88.....210...

27. Методические указания по определению трефлана в зеленой массе и зерне зерновых культур методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6125-91.....215..

Производные мочевины и карбаминовой кислоты

28. Временные методические указания по определению остаточных количеств димилина в яблоках тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6075-91.....222..

29. Временные методические указания по определению остаточных количеств картолина-2 в зерне ячменя, пшеницы и других злаков,гречихи, бобах сои,сухих кормовых травах, почве и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г. N 6097-91.....228.

30. Методические указания по определению картолина-2 в биосубстратах методом тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6115-91.....240.

Алканкарбоновые кислоты и их производные

31. Методические указания по ускоренному определению 2,4-Д и ТХА в биоматериале (органы и ткани мелких наземных и почвенных животных) методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6128-91.....247..

32. Методические указания по определению 2,4-Д в воде методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6127-91.....253..

Прочие пестициды

33. Временные методические указания по определению набу в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6110-91.....260..

34. Временные методические указания по определению остаточных количеств нафталевого ангидрида в зерне кукурузы, льна и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991 г, N 6096-91.....265...

Методические указания по измерению концентраций пестицидов и полупродуктов их получения в воздухе рабочей зоны

1. Методические указания по газохроматрографическому измерению концентраций бутизана в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6138-91.....272....

2. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций виджила в воздухе рабочей зоны.

26 февраля 1991г, N 5325-91.....276....

3. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций глина в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6134-91.....281.....

4. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций грамекса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г. N 6082-91.....285.....

5. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций гранстара в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6090-91.....289....

6. Методические указания по измерению концентраций оксиме дикамбы в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6117-91.....295.....

7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дикната и адила в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6154-91.....300.....

8. Методические указания по измерению концентраций C_7- C_9 - эфиров 2,4-ДМ; 2,4-Д и 2,4,5 - ТП- кислот в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6119-91.....308.....

9. Временные методические указания по измерению концентраций дуала в воздухе рабочей зоны методом фотометрии, тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991 г, N 6086-91.....314.....

10 Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций кентавра в воздухе рабочей зоны

29 июля 1991 г, № 6085-91.....323.....

11.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций лондакса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6104-91.....329.....

12.Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-нитро-о-ксилола и 3-нитро-о-ксилола в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6116-91.....334.....

13.Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций омайта в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6269-91.....339....

14.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций офтанола-Т (по изофенфосу) в воздухе рабочей зоны

29 июля 1991г, N 6087-91.....344....

15.Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-родан-2-нитроанилина в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6118-91.....349.....

16.Временные методические указания по измерению коонцентраций тиадиазола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

29 июля 1991г, N 6084-91.....354.....

17.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций тотрила в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6089-91.....358.....

18.Временные методические указания по измерению концентраций фоликура в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

29 июля 1991г, N 6112-91.....362.....

19.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фюзилада в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6088-91.....369.....

20.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций харэлли в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, № 6071-91. ....373.....

21.Временные методические указания по измерению концентраций экспромта в воздухе методом газожидкостной хроматографии

29 июля 1991г, № 6081-91.....378.....

22.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций эллипса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, № 6083-91.....383.....

23.Методические указания по измерению концентраций эфаля в воздухе рабочей зоны фотометрическим и газохроматографическим методом.

29 июля 1991г, № 6120-91.....387.....

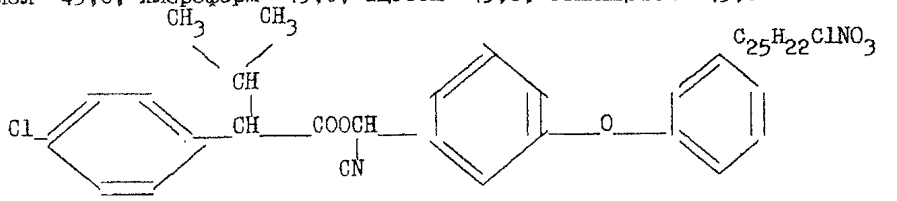
ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждено
Министерством здравоохранения
СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6101-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СУМИ-α В БИОЛОГИЧЕСКОМ МАТЕРИАЛЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1.Краткая характеристика препарата

Суми-α - S-α-циано-3-феноксибензил(S)-2-(4-хлорфенил)-3-метилбутират. Суми-α - представляет собой смесь изомеров , обогащенную эфенвалератом. Эсфенвалерат - оптический изомер фенвалерата. Другим основным изомером суми-α является (R)-α-циано-3-феноксибензил(S)-2-(4-хлорфенил)-3 метил-бутират.Суми-α - жидкость или твердое вещество коричневого цвета, без специфического запаха. Ткип. 225°С /1,7 мм рт.ст., летучесть при 20°С $1,44 \times 10^{-7}$мм рт.ст.Почти нерастворим в воде, менее 1,0 ч/млн. Растворимость в органических растворителях при 25°С, в % вес/ объем ксилол -45,0; хлороформ -45,0; ацетон -45,0; этилацетат -45,0



$C_{25}H_{22}ClNO_3$

Мол.масса 419,9

Предложен в качестве инсектицида для борьбы с вредителями овощных культур, плодовых деревьев.$ЛД_{50}$ для крыс 325 мг/кг (по данным фирмы Сумитомо).

Разработчики: С.В.Мурашко, Н.П.Пархомчук,Д.Б.Гиренко, ВНИИГИНТОКС,г.Киев

2.Методика определения суми-α- в биологическом материале

2.1.1.Принцип метода

Метод основан на определении суми-α методом газожидкостной хроматографии после экстракции препарата из анализируемой пробы органическим растворителем и очистки экстрактов в системе жидкость-жидкость.

2.1.2.Метрологическая характеристика метода определения суми-α (ГЖХ)

Анализируемый объект	Размах варьирования	Среднее значение определения	Относительное стандартное отклонение	Доверительный интервал среднего,%
Кровь	64-72	67,4	4,99	±4,95
Печень	59-64	61,4	4,5	±4,50
Мозг	58-65	62,0	4,45	±4,49
Сальник	66-69	67,2	2,03	±3,16

Диапазон определяемых концентраций 0,05-0,5 мг/кг (мг/л).

Предел обнаружения 0,005 мг/кг (мг/л).

2.2.Реактивы и растворы

Ацетон, осч.95, ТУ 6-09-3513-86

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Метанол, хч.,ГОСТ 6995-77

Трихлоруксусная кислота, ТУ 6-09-1926-77,20%-ный водный раствор

Сульфат натрия, ч., ГОСТ 4166-76, 5%-ный водный раствор

Сульфат натрия безводный,ч.,ГОСТ 4166-76

Хроматон N-AW-HMDS (0,16-0,20 мм) с нанесенной неподвижной фазой SE-30 (Хемапол, ЧССР)

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Воздух из баллона или нагнетаемый компрессором

Суми-α - 96,5%, фирма "Сумитомо"

Основной рабочий стандартный раствор суми-α,содержащий 100 мкг/мл

суми-α готовят следующим образом: растворяют 10,36 мг суми-α (96,5%) в ацетоне в мерной колбе на 100 мл.Стандартный рабочий раствор, содержащий 1 мкг/мл суми-α получают соответствующим разбавлением основного рабочего раствора.Хранят в холодильнике не более 5-ти месяцев.

Уксусная кислота, хч., ГОСТ 61-69

2.3.Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов (тип Цвет-106 или др.).

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей типа ИР-1М ТУ 25-11-917-76.

Микрошприцы МШ-10М, 10 мкл, ТУ 2-833-106.

Микроизмельчитель тканей, тип РТ-2, ту 64-1-1505-79.

Аппарат для встряхивания, ТУ 25-11-917-79 или аналогичный.

Центрифуга с числом оборотов до 6000 в мин.

Центрифуга ОПН-3442, ТУ 5-375-4260-76.

Посуда мерная,ГОСТ 1770-74.

Воронки делительные емкостью 200, 500 мл, ГОСТ 25336-82.

Колбы конические емкостью на 100, 300 мл, ГОСТ 25336-82.

Колбы грушевидные для отгонки растворителей, ГОСТ 25336-82.

Воронки конические, ГОСТ 25336-82.

Воронки Бюхнера, ГОСТ 25336-82.

Колба Бунзена, ГОСТ 25336-82.

Секундомер СД СПР 1.200, ГОСТ 5072-79.

2.4.Отбор, хранение и доставка проб

2.4.1.Пробы (кровь, печень, мозг, сальник, моча) отбирают в лабораторных условиях и сразу же помещают их в испарительную камеру холодильнику .Хранят на льду не более 3 суток.

2.5.Проведение определения

2.5.1.Экстракция и очистка экстрактов

Биологический материал.Пробу биоматериала (кровь, печень, мозг, сальник, моча) предварительно измельченную ножницаим,переносят в сосуд для гомогенизации и заливают 50 мл метанола или 50 мл смеси ацетон:вода (4:1). Биоматериал измельчают на микроизмельчителе тканей в течение 3-5 мин при 3000 об/мин.Гомогенизированную пробу помещают в коническую колбу на 100 мл и экстрагируют на аппарате для встряхивания в течение 1 часа (дважды по 30 мин).Объединенный экстракт фильтруют через воронку Бюхнера.Фильтрат обрабатывают 20%-ным раствором трихлоруксусной кислоты или уксусной кислотой по 1 мл на каждый грамм ткани или мл крови и 10 мл воды и смесь помещают в испарительную камеру холодильника на 1 час.Затем к охлажденной смеси прибавляют по 10-15 мл 5%-ного водного раствора сульфата натрия и центрифугируют при 4000-5000 об/мин в течение 10-15 мин или фильтруют через воронку Бюхнера в вакууме водоструйного насоса. Центрифугат экстрагируют гексаном (3 х 20 мл).Объединенные гексановые экстракты промывают дистиллированной водой, сушат безводным сульфатом натрия и упаривают растворитель на ротационном вакуумном испарителе. Последние порции растворителя удаляют при помощи сжатого воздуха. Остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона, выдерживают в холодильнике 2-3 часа и затем центрифугируют при 2000 об/мин в течение 15 мин. Полученный указанным способом центрифугат анализируют на газожидкостном хроматографе.

2.5.2.Идентификация и количественное определение суми-а

2.5.3.Метод газожидкостной хроматографии

Носитель хроматон N-AW-HMDS.

Неподвижная фаза 5% SE-30.

Колонка стеклянная 0,5 м х 3 мм.

Скорость газа-носителя (азота) 60 см куб/мин (Цвет-106).

Скорость азота для продувки детектора 150 мл/мин.

Шкала электрометра 20.10 -12 А.

Температура колонки 220 град.С..

Температура испарителя 240 град.С..

Вводимый объем 2 мкл.

Линейный диапазон детектирования 0,5-50 нг.

Минимально детектируемое количество 0,5 нг.

Время удерживания при указанных условиях 10,8 мин.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом путем сравнения рассчитываемого пика с пиком,полученным введением известного количества стандартного вещества при условии, что величина пиков находится в диапазоне линейности детектора. Содержание суми-α в анализируемой пробе определяют по формуле:

$$X=\frac{C_1 \cdot V_1 \cdot H_2 \cdot V}{H_1 \cdot V_2 \cdot P}$$, где:

X - содержание суми-α в пробе, мкг/г, мкг/мл;

C_1-концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

H_1-высота пика стандартного раствора, мм;

H_2-высота пика пробы, мм;

V_1-обьем стандартного раствора, введенный в хроматограф, мкл;

V_2-обьем экстракта, введенный в хроматограф, мкл;

V -общий обьем экстракта после упаривания, мл;

P –навеска анализируемой пробы, г.

3.Техника безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими и токсическими веществами.

ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ

gost.e-ecolog.ru