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.....

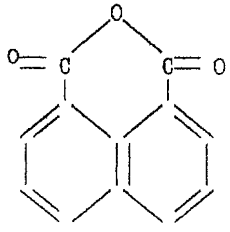
ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6096-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ НАФТАЛЕВОГО АНГИДРИДА В ЗЕРНЕ КУКУРУЗЫ,ЛЬНА И ВОДЕ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

1.Краткая характеристика препарата

Нафталевый ангидрид - антидот последействия хлорсульфуроновых гербицидов.Действующее начало - ангидрид 1,8-нафталиндикарбоновой кислоты.



$C_{12}H_6O_3$

М.м.198,2

Летучесть при 20°С 1.10^{-6} мг/л.Стабилен при pH 7,в кислой среде разлагается до нафталевой кислоты.Растворимость в воде при 20°С 1%,в этиловом спирте 2,2%,ацетоне-2,5%.Нерастворим в гексане.Среднерастворим в хлороформе.Соединение нетоксичное.МДУ в продуктах питания еще не установлен,ПДК в воде водоемов санитарно-бытового водопользования 0,5 мг/л.

2.Методика определения нафталевого ангидрида в кукурузе и льне ТСХ

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод основан на извлечении нафталевого ангидрида из зерна кукурузы или льна хлороформом,очистке экстракта хроматографией на колонке с двуокисью кремния для люминофоров,а затем микросублимацией в вакууме с последующим определением ТСХ.

Разработчики:Л.И.Лещинская,Г.Ф.Бельская,К.Ф.Новикова,ВНИИХСЗР,
г.Москва

2.1.2,Метрологическая характеристика метода

Диапазон измеряемых концентраций 0,2-3,0 мг/кг в растительных продуктах,0,25-3,75 мг/л в воде.

Предел обнаружения в хроматографической пробе 0,05 мкг.

Предел определения в пробе 0,2 мг/кг в растительных пробах, 0,00025 мг/л в воде.

Среднее определение стандартных количеств нафталевого ангидрида при n=15 75%.

Стандартное отклонение $S^{\pm}$13%.

Доверительный интервал среднего определения $75^{\pm}$15%(при n=5,P=0,95)

Размах варьирования 60-100%.

2.1.3.Избирательность метода

Метод селективен,ФОП,ХОП определению не мешают.Селективность метода обеспечивается сочетанием альтернативных систем подвижных растворителей различной полярности и трех проявляющих реагентов.

2.2.Реактивы и растворы

н-Гексан,ч.,ТУ 6-09-3375-78

Ацетон,ЧДА,ГОСТ 2603-79,высушенный над Na_2SO_4.

Хлороформ,чда.,ГОСТ 20015-74.

Бензол, хч.,ГОСТ 5955-75.

Этиловый спирт ,ректификат.

Родамин-С,ТУ 856-53 , или Родамин-В 1%-ный раствор в этаноле.

Двуокись кремния для люминофора (сход с сита размером 0,4 мм)по ГОСТ 9428-73.

Стандартные растворы нафталевого ангидрида в хлороформе с содержанием 100 мкг/мл (раствор 1) или 1 мкг/мл (раствор 2).Стандартные растворы стабильны при хранении в холодильнике в течение 3 месяцев.

Хроматографические пластинки марки "Силуфол" UV 254

2.3.Приборы,аппаратура и посуда

Камеры хроматографические с пришлифованными крышками, ГОСТ 25336-82,или аналогичные

Источник УФ света с длиной волны 254 и 366 нм.

Аппарат для встряхивания,ТУ 64-1-1081-73,или аналогичный.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М,ТУ 25-11-817-76,или аналогичный с набором колб.

Пульверизаторы стеклянные,ГОСТ 25336-82,или аналогичные.

Мерные колбы,ГОСТ 1770-74,вместимостью 100 мл.

Колбы плоскодонные,ГОСТ 25336-82,вместимостью 250,500 мл.

Колонка для хроматографии с краном длиной 15 см,внутренним диаметром 1 см

Прибор для микросублимации в вакууме .

Пробирки градуированные,ГОСТ 1770-74,с пробками на шлифах.

Пипетки с делениями,ГОСТ 20292-74Е,на 10,0; 1,0; 0,1 мл.

Микрошприц на 100 мкл.

Кофейная мельница бытовая.

2.4.Подготовка к определению

Хроматографические камеры за 1 час до начала хроматографирования заполняют смесью гексан-ацетон (2:1) и хлороформ-гексан (95:5) для насыщения камер парами подвижных растворителей.Объем подвижного растворителя в камере должен по высоте находится не выше,чем на 0,7-1,0 см от уровня дна камеры.

Хроматографическую колонку заполняют на высоту 10 см суспензией двуокиси кремния для люминофоров в гексане.Избыток растворителя сбрасывают при подсоединении слабого вакуума,оставляя слой растворителя на уровне 1-3 мл над поверхностью сорбента.

2.5.Отбор проб

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции,продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Минздравом СССР 21 августа 1979 г № 2051-79.

2.6.Подготовка проб к анализу

Кукурузу и лен размалывают с помощью кофейной мельницы до консистенции манной крупы.Для анализа берут навеску помола кукурузы (10 г), льна (2,5 г).

2.7.Проведение определения

Кукуруза,лен.Навеску кукурузы (10 г), льна (2,5 г) помещают в плоскодонную колбу вместимостью 250 мл,увлажняют ее 3 мл воды (дистиллированной)и экстрагируют нафталевый ангидрид хлороформом трижды порциями по 70 мл.Экстракт фильтруют в плоскодонную колбу вместимостью 250 мл, сушат над безводным сульфатом натрия (5-7 г) и фильтруют в круглодонную колбу вместимостью 250 мл.

С помощью ротационного вакуумного испарителя концентрируют раствор до объема ~0,5 мл.Остаток переносят на подготовленную колонку,заполненную двуокисью кремния для люминофоров в гексане.Перенос осуществляют с помощью бензола.Раствору дают возможность впитаться в сорбент, колбу несколько раз обмывают бензолом и полученный раствор при открытом кране переносят на колонку.Нафталевый ангидрид элюируют с колонки 25 мл бензола.

Бензольный экстракт концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема ~0,5 мл и остаток количественно переносят в патрон сублиматора 25 мл ацетона.Затем нагреванием на горячей водяной бане полностью отгоняют растворитель из патрона,вставив предварительно запаянный капилляр для равномерного кипения раствора.После отгона

растворителя в сублиматор вставляют "палец",подсоединяют водяное охлаждение и проводят сублимирование при давлении 0,2-0,3 мм рт.ст. на кипящей водяной бане в течение 40 мин.

После окончания сублимации систему разгерметизируют и смывают нафталевый ангидрид с пальца сублиматора 20 мл безводного ацетона в грушевидную колбочку вместимостью 50 мл.

Отгоняют ацетон с помощью ротационного вакуумного испарителя досуха и к сухому остатку добавляют пипеткой 1 мл безводного ацетона. Колбочку закрывают пробкой на шлифе и тщательно обмывают стенки растворителем.Наносят на хроматографическую пластинку с помощью микрошприца аликвоту(50-200 мкл) полученного раствора.

Вода. Воду (1 л) помещают в делительную воронку вместимостью 2000 мл и экстрагируют нафталевый ангидрид трижды хлороформом,порциями по 50 мл.Объединенные хлороформные экстракты сушат над безводным сульфатом натрия (~10 г).Фильтруют,концентрируют с помощью вакуумного испарителя до объема ~0,5 мл,остаток переносят в патрон сублиматора, сублимируют нафталевый ангидрид и проводят все определения как это описано для кукурузы.

2.7.1.Определение ТСХ.

Справа и слева от рабочей пробы наносят с помощью микрошприца серию стандартных растворов нафталевого ангидрида с содержанием: 0,5;0,6;0,7; 1,0;...10 мкг.Хроматограмму развивают в системе гексан-ацетон (2:1) или хлороформ-гексан (95:5).После развития хроматограмму высушивают, а затем рассматривают при длине волны 254 нм,где нафталевый ангидрид проявляется в виде светящихся голубовато-зеленых пятен с $R_f=0,4\pm0,03$ и в первой системе растворителей и $0,06\pm0,03$ - второй с нижним пределом обнаружения 0,5 мкг.Если хроматограмму обработать 0,1%-ным раствором родамина Б или С,то нафталевый ангидрид просматривается при $\lambda=254$ нм

gost.e-ecolog.ru