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 год

№ 6077-91

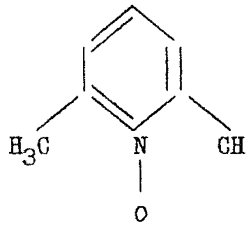
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ИВИНА И ЕГО КОМПЛЕКСОВ В ВОДЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1.Краткая характеристика препарата

Торговое назначение: Ивин (1);потейтин (Ивин-ян)(2);капанин; (Ивин-Х);Ивин-П (4) ТУ 88 УССР 192-076-86.

Химические названия:

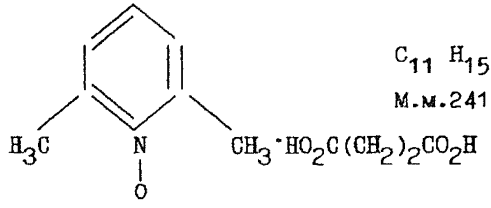
(1) N-окись 2,6-лутидина (N-окись 2,6 -диметилпиридина)



$C_7 H_9 NO$

М.м.123,15

(2) комплекс N-окиси 2,6-лутидина с янтарной кислотой

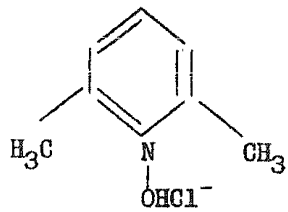


$C_{11} H_{15} N_5$

М.м.241,24

Разработчики: Т.К.Николаенко,С.П.Пономаренко,Институт биоорганической химии Украинской АН, г.Киев

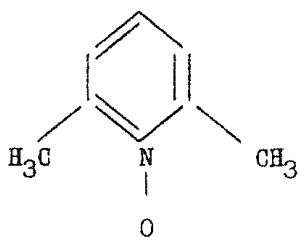
(3) -Комплекс N-окиси 2,6-лутидина с хлористоводородной кислотой



$C_7 H_{10} N O Cl$

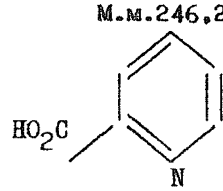
М.м.159,6

(4) -Комплекс N-окиси 2,6 лутидина с пиколиновой кислотой



$C_{13} H_{14} N_2 O_3$

М.м.246,27



Химически чистый препарат Ивин представляет собой бесцветную, прозрачную жидкость, со слабым специфическим запахом.Комплексы Ивина, вещества со специфическим запахом основного вещества (Ивина).Ивин хорошо растворим в воде, спирте, ацетоне и др. органических растворителях, гигроскопичен.

Комплексы Ивина растворимы в воде и спирте (метиловом и этиловом).

Препараты Ивина и его комплексы устойчивы в течение года при хранении в герметичной посуде, при температуре 20+5 ^{0}С. и влажности не более 80%.

Ивин и его комплексы малотоксичны:

Ивин - $ЛД_{50}$ при пероральном введении 1390 мг/кг для белых мышей; для крыс 1645 мг/кг.

Ивин-Ян-$ЛД_{50}$ для мышей при пероральном введении 4550 мг/кг.

Ивин-Х-$ЛД_{50}$ для мышей при пероральном введении 2450 мг/кг.

Ивин и его комплексы предложены как высокоэффективные регуляторы роста для овощных культур.

2.Методика определения ивина, комплексов ивина в воде

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод включает упаривание анализируемой пробы досуха в присутствии соляной кислоты на ротационном испарителе,вымывание препарата этиловым спиртом,упаривание спирта,нейтрализацию сухого остатка,экстрагирование бензолом и определении ТСХ.

2.1.2.Метрологическая характеристика

Нижний предел обнаружения,мг/л - 0,0006

Диапазон определяемых концентраций,мг/л - 0,0006-0,605

Среднее значение определения,С% - 90,1

Стандартное отклонение,S% ∓7,0

Относительное стандартное отклонение Sr,% - 2,2

Доверительный интервал $\overline{\triangle}$ % - + 4 (n=10)

2.1.3.Избирательность метода

Определению не мешают неорганические и органические примеси, присутствующие в воде.

2.2.Реактивы,растворы и материалы

Ивин и его комплексы, ТУ 88 УССР 192-076-86.

Бензол,чда , ГОСТ 5955-75.

Бутанол-1, чда , ГОСТ 6006-78.

Гидроксид калия,чда , ГОСТ 24363-80.

Дистиллированная вода , ГОСТ 6709-72.

Соляная кислота,хч , ГОСТ 3118-77.

Уксусная кислота,чда , ГОСТ 61-75, ледяная.

Этиловый спирт,ректификат, ГОСТ 5962-67.

Хроматографические пластинки "Силуфол" UV 254 (ЧССР), размер

150х150 и 200х200мм.

Стандартные растворы Ивина в бензоле с содержанием 0,01 и 0,001 мг/мл.Навеску 100 мг Ивина,помещенную в мерную колбу на 100 мл, растворяют в бензоле.Рабочие растворы готовят разбавлением полученного 0,1% раствора.На хроматограмму наносят:0,001% (0,01 мг/мл) раствор – 0,1 мл (1 мкг);0,01 мл (0,1 мкг); 0,0001% (0,001 мг/мл) раствор – 0,5 мл(0,5 мкг); 0,1 мл (0,1 мкг); 0,05 мл (0,05 мкг).

Растворы стабильны в течение месяца при хранении в плотнозакрытой колбе при температуре 20 ∓ 5 ^{o} С.

2.3.Приборы,аппаратура и посуда

Хроматоскоп со светофильтром 254 нм,ТУ 64-1-1618-77.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11—917-74.

Камера для хроматографирования,ГОСТ 25336-82.

Весы ВЛЛ-200; МВ 20М; ГОСТ 24104-80.

Водоструйный насос,ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74,вместимостью 100 мл и 25 мл.

Колбы круглодонные на шлифе,ГОСТ 25336-82,вместимостью 500 мл.

Колбы остродонные,ГОСТ 25336-82,вместимостью 50 мл.

Пипетки мерные,ГОСТ 20292-74,на 1,2,5 и 10 мл.

Микропипетки,ГОСТ 20292-74, на 0,1мл.

Микрошприцы МШ-1; МШ-10,ТУ 2-833-106,на 1 мкл и 10 мкл.

Стеклянный фильтр ХУ-1 пор.41,ГОСТ 25336-82.

2.4.Подготовка к определению

Подготовить пластинки Силуфола UV 254 размером 5 х 10.На расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки нанести осторожно,стараясь не повредить поверхность сорбента,линию старта и линию финиша (4 см от старта).

Хроматографическую камеру за 1 час до начала хроматографирования заполняют подвижной фазой до уровня 0,5-0,7 см.Для контроля насыщения

парами элюента в камеру можно опустить полоску фильтровальной бумаги шириной 5 см.

2.5.Отбор проб

Отбор проб проводится в соответствии с"Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции,продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов",утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР от 21.08.79 за № 2051-79.Отобранные пробы следует хранить в стеклянной таре в темном месте.

2.6.Проведение определения

2.6.1.Вода

250 мл отобранной пробы помещают в круглодонную колбу на 500 мл. К пробе добавляют 0,2 мл HCl конц. и упаривают досуха на ротационном испарителе.Из сухого остатка этиловым спиртом* вымывают хлористоводородную соль "Ивина" (5 мл;3 мл;3 мл).Упаривают этиловий спирт досуха,сухой остаток растворяют в 2 мл дистиллированной воды,нейтрализуют (или разлагают соль Ивина) водный раствор гидроксидом калия (добавляют 1-2 гранулы твердого KOH).Раствор фильтруют,используя стеклянный фильтр, промывают осадок (одновременно смывают колбу) бензолом (3 мл,3 мл).Фильтрат переносят в делительную воронку,отделяют бензольный раствор,а водный еще дважды (2 мл;2 мл) подвергают экстракции.Объединяют бензольные вытяжки,упаривают на роторном испарителе до объема 0,2-0,5 мл.Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку.На ту же пластинку наносят стандартные растворы от 0,06-0,12 мкг "Ивина" и проводят хроматографирование в системе растворителей бутанол-1:уксусная кислота:вода (7:3:1).В случае получения интенсивного пятна пробы,следует пробу разбавить.После окончания процесса хроматографирования пластинку извлекают из камеры и сушат на воздухе.

---

* делается с целью уменьшения примесей

После удаления растворителя,хроматограмму наблюдают в ультрафиолетовом свете при 254 нм."Ивин" обнаруживается в виде темных пятен на белом фоне R_f=0,38+0,2.Минимально открываемое количество на хроматограммах 0,04 мкг.

2.7.Обработка результатов

Количественное определение Ивина либо его комплексов проводят сравнением размеров пятен хроматографируемой пробы и стандартных растворов. Для расчета содержания Ивина и его комплексов в хроматографируемой пробе выбирают пятно стандарта,наиболее близкое по размерам к пятну пробы.

Расчет содержания Ивина либо его комплексов в литре раствора производят по формуле:

$$A=\frac{E}{V}$$ мг/л: где

A - содержание Ивина либо его комплекса в анализируемом растворе,мг/л;

E-содержание Ивина (его комплекса) в анализируемом бензольном растворе, мкг;

V - объем анализируемой пробы,мл.

3.Требования безопасности

Весы и хроматоскоп должны быть заземлены.Работа с органическими растворителями и кислотами только в вытяжном шкафу.

gost.e-ecolog.ru