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.....

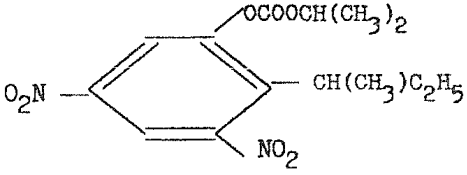
ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

УТВЕРЖДЕНО
Министерством здравоохранения СССР
" 4 " октября 1988 г.
№ 4707-88

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ АКРЕКСА И ДИНОСЕБА В КРОВИ И МОЧЕ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

1. Краткая характеристика препаратов

Акрекс (динобутон, талан, МС-1053, изофен)-2,4- динитро-6-втор-бутил-фенил-изопропилкарбонат



$C_{14}H_{18}O_7N_2$

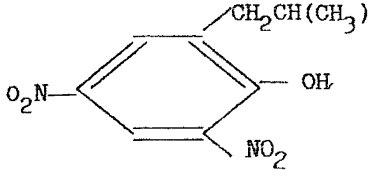
Мол.масса 326,31

В чистом виде - кристаллическое вещество светло-желтого цвета, Тпл. 61-62°С. Препарат плохо растворим в воде, хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Устойчив к кислотам, под действием щелочей гидролизуется с образованием диносеба.

Выпускается в виде 50%-ного смачивающегося порошка.

Применяется как контактный акарицид и фунгицид на цитрусовых культурах, огурцах и хлопчатнике.

Диносеб (гебутокс)- 2,4-динитро-6-втор-бутилфенол



$C_{10}H_{12}N_2O_5$

Мол.масса 240,2

Разработчики: Шмигидэ А.М., М.А.Клисенко, Н.И.Рева, Н.В.Суперсон., ВНИИГИНТОКС г.Киев.

В чистом виде – желтое кристаллическое вещество, Т.пл. 38-42°С. Растворитель в воде при 20°С 50 мг/л, в этаноле 480 г/л, хорошо растворим и в других органических растворителях.

$ЛД_{50}$ для крыс 40-50 мг/кг.

2. Методика определения

2.1.Принцип метода

Метод основан на подкислении анализируемой пробы минеральной кислотой, извлечении пестицидов диэтиловым эфиром и последующем определении тонкослойной хроматографией на пластинках "силуфол".

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Предел обнаружения в пробе	-2,0 мкг
Размах варьирования	-72-85 %
Стандартное отклонение	- ± 8,0%
Относительное стандартное отклонение	- ± 10,0%

2.1.3. Избирательность метода

Определению акрекса может мешать каратан,имеющий близкое значение R_1, однако совместно эти пестициды не применяются.

2.2. Реактивы и растворы

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79.

Диэтиловый эфир, х.ч.,ГОСТ 6262-79.

Гексан, х.ч.,ТУ 69-09-3375-78.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-79.

Этиловый спирт, ректификат, ГОСТ 5962-67.

Хлористоводородная кислота, ч.,ГОСТ 3118-77;разбавленная дистиллированной водой в соотношении 1:1.

Муравьиная кислота, ч.,ГОСТ 5848-73.

Сульфат натрия безводный, х.ч., ГОСТ 4266-77.

Гидроокись калия, чда,ГОСТ 9285-87.

Дистиллированная вода ,ГОСТ 7602-72.

Пластины "силуфол",15*15 см (ЧССР).

Универсальная индикаторная бумага.

Вата гигроскопическая.

Стандартные растворы акрекса и диносеба в ацетоне с концентрацией 100мкг/мл. Растворы стабильны в течение 3-4 месяцев при хранении в холодильнике.

Проявляющий реактив:В мерную колбу на 100мл помещают 5г гидроокиси калия,растворяют в этиловом спирте и доводят до метки этиловым спиртом.

2.3.Приборы,аппаратура и посуда

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М,ТУ 23-11-917-76 или аналогичный прибор.

Водяная баня,ТУ 46-22-603-75.

Вакуумный водоструйный стеклянный насос,ГОСТ 25336-82.

Сушильный шкаф,ТУ 64-11-1411-76Е.

Делительные воронки,ГОСТ 25336-82,на 250 мл.

Мерные колбы,ГОСТ 1770-74,на 100 мл.

Микропипетки,ГОСТ 20292-74,на 0,1;0,2 мл.

Пипетки,ГОСТ 1770-74,на 1;5 мл.

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

Колбы круглодонные,ГОСТ 25336-82,на 100 мл

Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74,на 50;100 мл.

Воронки химические диаметр 6 см,ГОСТ 25336-82.

Ступка фарфоровая с пестиком,ГОСТ 9147-80.

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный.

Палочки стеклянные.

2.4.Подготовка к определению

Хроматографическую камеру за 20-30 мин до начала хроматографирования заполняют смесью растворителей гексан-диэтиловый эфир-муравьиная кислота (90:10:2) или гексан-бензол (2:3).

2.5.Проведение определения

Моча.10 мл мочи помещают в делительную воронку на 250 мл,разбавляют до 50 мл дистиллированной водой,затем подкисляют до pH 1-2 разбавленной (1:1) хлористоводородной кислотой и трижды экстрагируют диэтиловым эфиром(20,20 и 20 мл).В случае образования эмульсии к каждой порции экстракта прибавляют 5-7 мл этилового спирта.

Объединенный эфирный экстракт пропускают через безводный сульфат натрия (около 7 г)в круглодонную колбу и отгоняют эфир с помощью ротационного испарителя до объема около 2-3 мл.Остаток растворителя удаляют в токевоздуха до объема 0,2-0,3 мл.

Кровь.2 мл крови помещают в фарфоровую ступку,прибавляют 0,5 мл разбавленной (1:1) хлористоводородной кислоты и растирают с 30-35 г безводного сульфата натрия до сыпучей массы(сульфат натрия прибавляют постепенно по 8-10 г).

Полученную массу помещают в коническую колбу на 100 мл,заливают 35-40 мл диэтилового эфира и экстрагируют пестициды в статических условиях,периодически перемешивая содержимое колбы,в течение 15-20 мин. Экстракт пропускают через безводный сульфат натрия в круглодонную колбу для отгонки растворителя.Экстракцию повторяют дважды свежими порциями эфира.Растворитель отгоняют с помощью ротационного испарителя до объема 2-3 мл.Остаток растворителя удаляют в токе воздуха до объема 0,2-0,3 мл.

Концентрат в колбе количественно с помощью микропипетки переносят на пластинку.Параллельно на пластинку наносят серию стандартов с содержанием 2;5;10 мкг пестицидов в пятне (равные количества акрекса и динобеба наносят в одну точку).Пластинку в течение 30 мин выдерживают на

воздухе и помещают в хроматографическую камеру с одной из указанных выше систем растворителей. После подъема фронта растворителя от стартовой линии на высоту 10 см хроматографирование прекращают. Пластинку выдерживают в вытяжном шкафу для удаления растворителя, орошают проявляющим реактивом и помещают на 5-7 мин в сушильный шкаф с температурой 100-105°С. При наличии пестицидов на хроматограмме проявляются окрашенные в ярко-желтый цвет пятна. Величины R_f приведены в таблице

Таблица

Величины R_f акрекса и диносеба

Пестицид	Подвижный растворитель	
	гексан-бензол (2:3)	Гексан-эфир-муравьиная кислота (90:10:2)
Акрекс	0,25	0,29
Диносеб	0,53	0,51

2.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят сравнением площади и интенсивности окраски пятен пробы и стандартов.

Содержание пестицидов в анализируемой пробе X (мг/мл) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P},$$ где

A - количество пестицида, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

P - обьем анализируемой пробе, мл.

3. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с токсичными веществами, органическими растворителями, электронагревательными приборами.

gost.e-ecolog.ru