Государственное
санитарно-эпидемиологическое
нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1025—1026—01
МУК 4.1.1130—1152—02
МУК 4.1.1154—1165—02

Выпуск 1

МОСКВА
2004

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний

МУК 4.1.1025—1026—01;
МУК 4.1.1130—02—4.1.1152—02;
МУК 4.1.1154—02—4.1.1165—02

Выпуск 1

ББК 51.23
О60
О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава Росси, 2004.—352 с.

ISBN 5—7508—0491—7

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (чл.-корр. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. Довгилевич А. В.); Всероссийским НИИ фитопатологии (А. М. Макеев и др.); Всероссийским НИИ защиты растений (В. И. Долженко и др.); Санкт-Петербургским НИИ лесного хозяйства (Маслаков С. Е., Л. В. Григорьева и др.), при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов).

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Минздраве России.

3. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 5—7508—0491—7

© Минздрав России, 2004
© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004

Содержание

Измерение концентраций Ципродинила в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1025—01 5
Определение остаточных количеств Ципродинила в воде, почве, яблоках, грушах и косточковых методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1026—01 13
Определение остаточных количеств Ацетамиприда в воде, почве, огурцах, томатах, клубнях и ботве картофеля, зерне и соломе пшеницы и в кормовом разнотравье методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1130—02 22
Измерение концентрации Ацетамиприда в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1131—02 36
Определение остаточных количеств 2,4-Д в воде, зерне, соломе зерновых культур и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1132—02 42
Определение остаточных количеств этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1133—02 52
Измерение концентраций этилгексилового эфира 2,4-Д в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1134—02 57
Определение остаточных количеств карфентразон-этила в воде и его метаболита карфентразона в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1135—02 64
Измерение концентраций карфентразон-этила методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1136—02 76
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила по его основному метаболиту квизалофоп-свободной кислоте в воде, почве, в семенах и масле льна, сои, подсолнечника и в соломке льна методом газожидкостной хроматографии МУК 4.1.1137—02 82
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и луке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1138—02 100
Измерение концентраций Квизалофоп-П-тефурила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1139—02 111
Определение остаточных количеств Люфенурона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02 118
Измерение концентраций Люфенурона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1141—02 128
Определение остаточных количеств Тиаметоксама и его метаболита (ЦГА 322704) в воде, почве, картофеле, зерне и соломе зерновых колосовых культур, яблоках, огурцах, томатах, перце, баклажанах, горохе и сахарной свекле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1142—02 134
Измерение концентраций Тиаметоксама методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе: МУК 4.1.1143—02 148
Определение остаточных количеств Трифлусульфурон-метила в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1144—02 155
Измерение концентраций Трифлусульфурон-метила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1145—02 166

Определение остаточных количеств Фамоксадона в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе, соломе и зерне зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1146—02 174
Измерение концентраций Фамоксадона (ДРХ-JE 874) в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии МУК 4.1.1147—02 186
Определение остаточных количеств Флудиоксонила в воде почве зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне и соломе хлебных злаков зерне кукурузы семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1148—02 194
Определение остаточных количеств Цимоксанила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, ягодах винограда, плодах огурца хроматографическими методами: МУК 4.1.1149—02 212
Измерение концентраций Цимоксанила методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1150—02 225
Определение остаточных количеств Циперметрина в шампиньонах методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1151—02 232
Измерение концентраций Этоксилата изодецилового спирта (ТРЕНДА 90) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.1152—02 238
Газохроматографическое измерение массовой концентрации Ацетохлора в атмосферном воздухе: МУК 4.1.1154—02 244
Измерение концентраций Ацифлуорфена в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами: МУК 4.1.1155—02 254
Измерение концентраций бенсульфурон-метила в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1156—02 267
Измерение концентрации бета-цифлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1157—02 275
Измерение концентрации Бромоксинил октаноата в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1158—02 282
Измерение концентраций Бромуконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1159—02 289
Измерение концентраций Диметипина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1160—02 296
Измерение массовой концентрации Карбендазима в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1161—02 303
Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1162—02 316
Измерение концентраций Метосулама в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1163—02 326
Измерение концентраций Прохлораза в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1164—02 334
Измерение массовой концентрации тетраконазола методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1165—02 343

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенк

Дата введения: 1 января 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций Этоксилата изодецилового спирта (ТРЕНДА 90) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

Методические указания
МУК 4.1.1152—02

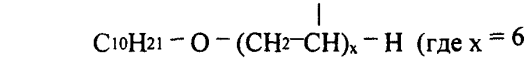
1. Вводная часть

Фирма производитель: Дюпон де Немур (Швейцария).

Торговое название: ТРЕНД 90.

Действующее вещество: этоксилат изодецилового спирта.

Альфа-изодецил-омега-гидроксиполи(оксиэтилен).



$C_{10}H_{21} - O - (CH_2-CH)_x - H$ (где x = 6,74)

$(C_2H_4O)_nC_{10}H_{22}O$ М. м. (средняя) 456

Прозрачная жидкость с легким запахом.

Точка помутнения (для 1 %-ного водного раствора): 52—57 °С.

Температура потери текучести: –17 °С.

Давление паров при 37,8 °С: 3,3 кПа.

Хорошо растворим в воде, изопропаноле и этаноле, не растворим ксилоле и минеральном масле. pH 1 %-ного водного раствора (25 °С 5—7.

Плотность при 25 °С: 0,99—1,01.

Может присутствовать в воздухе рабочей зоны в виде паров и аэрозо

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность:

LD_{50} для крыс самцов – 3 340 мг/кг, самок – 1 720 мг/кг;

Острая дермальная токсичность:

LD_{50} для кроликов – более 2 020 мг/кг;

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 1,0 мг/м^3.

Область применения препарата

ТРЕНД 90 применяется в качестве активатора для ряда гербицидов, вносимых после появления всходов сорняков – ТИТУС, с. т. с. (250 г/кг), ХАРМОНИ, с. т. с. (750 г/кг), ГРАНСТАР, с. т. с. (750 г/кг), ЛОНДАКС, с. т. с. (600 г/кг), КАРИБУ, с. п. (500 г/кг).

Этоксилат изодецилового спирта уменьшает поверхностное натяжение побегов растений, обеспечивая образование однородной пленки на поверхности листьев, что улучшает адгезию гербицида и его адсорбцию листвой. За счет этого препарат повышает гербицидный эффект и скорость воздействия, что особенно важно в период замедленного роста (связанного с сухой и/или холодной погодой), а также для сорняков, смачивание которых затруднено.

2. Методика измерения концентраций Этоксилата изодецилового спирта в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении вещества спектрофотометрическим методом по реакции взаимодействия с *п*-диметиламинобензальдегидом после кипячения в концентрированной серной кислоте.

Отбор проб воздуха осуществляется концентрированием в серную кислоту. Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии компонентов препаративной формы ТРЕНДА 90, а также гербицидов, применяемых при возделывании зерновых культур.

Измерению не мешают метиловый и этиловый спирты, их сложные эфиры, формальдегид, ацетальдегид и окись этилена. Определению мешают высшие жирные спирты и их эфиры, фенолы и ацетон, если количество последнего в 10 раз превышает содержание этоксилата изодецилового спирта в пробе.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода (P = 0,95)

Число параллельных определений 6

Предел обнаружения в анализируемом объеме	5 мкг
Предел обнаружения в воздухе	0,35 мг/м^3 (при отборе 16 воздуха)
Диапазон определяемых концентраций	0,35—7,0 мг/м^3
Среднее значение определения	96,81 %
Стандартное отклонение (S)	6,94 %
Относительное стандартное отклонение (DS)	2,90 %
Доверительный интервал среднего	7,46 %
Суммарная погрешность измерения	не превышает 16 %

2.2. Реактивы, растворы и материалы

Этоксилат изодецилового спирта, дв 99,8 %	
Серная кислота для пробы Савалля, чда	ГОСТ 4204—77
п-Диметиламино-бензальдегид, чда свежеприготовленный 5 %-ный раствор в концентрированной серной кислоте	ТУ 6-09-3272—77

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Аспирационное устройство типа ЭА-1 или аналогичное	ТУ 25-11-1414—78
Барометр	ТУ 2504-1797—75
Весы аналитические типа ВЛА-200	ГОСТ 34104—80Е
Водяная баня	
Спектрофотометр с переменной длиной волны типа СФ-46 или аналогичный	ГОСТ 15150—69
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С	ГОСТ 215—73Е
Колбы мерные, вместимостью 50 и 100 мл	ГОСТ 1770—74
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл	ГОСТ 20292—74
Поглотительные приборы Рихтера	ТУ 25-11-1081—75
Пробирки колориметрические, стеклянные, высотой 150 мм, внутренним диаметром 10—12 мм	ГОСТ 25336—82Е
Воронки химические, конусные, диаметром 34—40 мм	ГОСТ 25336—82 Е
Груша резиновая	

2.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха рабочей зоны следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

В течение 16 мин последовательно отбирают 2 пробы, для чего воздух с объемным расходом 2 л/мин аспирируют в течение 8 мин через поглотительный прибор Рихтера, содержащий 5 мл концентрированной серной кислоты.

Отобранные пробы хранятся при комнатной температуре не более 6 часов.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Приготовление стандартных растворов

Для приготовления основного стандартного раствора этоксилата изодецилового спирта на аналитических весах взвешивают мерную колбу вместимостью 100 мл, вносят в нее 0,1 мл этоксилата изодецилового спирта, повторно взвешивают и доводят концентрированной серной кислотой до метки. По разности между вторым и первым весом определяют массу навески этоксилата изодецилового спирта и вычисляют его содержание в 1 мл раствора. Стандартный раствор устойчив 1 сутки.

Стандартный раствор № 1 с содержанием 100 мкг/мл готовят соответствующим разведением основного стандартного раствора концентрированной серной кислотой в мерной колбе вместимостью 100 мл.

Для приготовления стандартного раствора № 2 с содержанием 10 мгк/мл в мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 10 мл стандартного раствора № 1 и доливают концентрированной серной кислотой до метки.

Стандартные растворы №№ 1 и 2 устойчивы в течение 4 часов.

2.5.2. Построение градуировочного графика

Градуировочный график строится на основании шкалы стандартов, приготовленной в колориметрических пробирках в соответствии с табл. 1.

Таблица

Приготовление шкалы стандартов

Компоненты градуировочных растворов, их объем	№ градуировочных растворов					
	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор № 2, мл	0,0	2,25	4,5	–	–	–
Стандартный раствор № 1, мл	–	–	–	0,9	2,25	4,5
Серная кислота, конц., мл	4,5	2,25	–	3,6	2,5	0,0
Содержание этоксилата изодецилового спирта мкг	0	5	10	20	50	100

В каждую пробирку шкалы стандартов вносят по 0,5 мл свежеприготовленного 5 %-ного раствора *п*-диметиламинобензальдегида в концентрированной серной кислоте, перемешивают и выдерживают 15 мин на кипящей водяной бане.

По охлаждении растворы фотометрируют при 465 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно градуировочного раствора № 1.

Окраска растворов устойчива 24 часа.

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности раствора (ед. ОП), или его пропускания (%), от содержания этоксилата изодецилового спирта в пробе (мкг).

2.6. Описание определения

Содержимое поглотительных приборов (4,5 мл концентрированной серной кислоты*) переносят в колориметрические пробирки. В каждую пробирку вносят по 0,5 мл свежеприготовленного 5 %-ного раствора п-диметиламинобензальдегида в концентрированной серной кислоте, перемешивают и выдерживают 15 мин на кипящей водяной бане.

По охлаждении растворы фотометрируют при 465 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно нулевой пробы (градуировочный раствор № 1). Окраска растворов устойчива 24 часа.

2.7. Обработка результатов анализа

Содержание этоксилата изодецилового спирта рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C\,W_o}{W_a\,V_{20}}, \text{ где}$$

* объем пробы, реально возможный для перенесения.

X – содержание этоксилата изодецилового спирта в пробе воздуха мг/м^3;

C – содержание этоксилата изодецилового спирта в пробе, найденная по градуировочному графику, мкг;

W_o – общий объем пробы, мл;

W_a – объем пробы, взятой для анализа.

V_{20} – объем пробы воздуха, отобранного для анализа, приведенного к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), дм^3.

3. Требования техники безопасности

Следует соблюдать общепринятые регламенты безопасности при работе с кислотами, токсичными веществами, электронагревательными приборами в соответствии с «Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемиологического режима и личной гигиены при работе в лечебных и санитарно-эпидемиологических учреждениях системы МЗ СССР» (№ 2455-81 от 20.10.81).

Особая осторожность необходима при отборе проб воздуха, транспортировке поглотителей с концентрированной серной кислотой, а также приготовлении растворов.

4. Разработчики

Ракитский В. Н., член-кор. РАМН, проф., Федорова Н. Е., д. б. н., Юдина Т. В., проф., д. б. н.

Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Минздрава (ФНЦГ им. Ф. Ф. Эрисмана).

141000, г. Мытищи Московской обл., ул. Семашко, д. 2.

Телефон: (095) 586-12-76.

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых *продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах* окружающей среды

Сборник методических указаний

Выпуск 1

Редакторы Акопова Н. Е., Кожока Н. В. Кучурова Л. С., Максакова Е. И.
Технические редакторы Климова Г. И., Ломанова Е. В.

Подписано в печать 29.01.04

Формат 60x88/16 Печ. л. 22.0

Тираж 1500 экз. Заказ 6417

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11
Отделение реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано в филиале Государственного ордена Октябрьской Революции
ордена Трудового Красного Знамени Московского предприятия
«Первая Образцовая типография» Министерства Российской Федерации
по делам печати, телерадиовещания и средств массовых коммуникаций
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10, тел.: 235-20-30

gost.e-ecolog.ru