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. Онищенко
Дата введения: 1 января 2003 г.

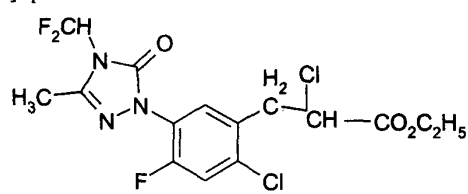
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций карфентразон-этила методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны

Методические указания МУК 4.1.1136—02

1. Вводная часть

Фирма производитель: ФМСи Рус.
Торговое название: Аврора.
Синонимы: F8426.
Название действующего вещества по ИСО: карфентразон-этил.
Название по ИЮПАК: этиловый эфир (R,S)-2-хлор-3-[2-хлор-5-(4-дифторметил-4,5-дигидро-3-метил-5-оксо-1*H*-1,2,4-триазол-1-ил)-4-фторфенил]пропионовой кислоты.



$C_{15}H_{14}C_{12}F_3N_3O_3$ М. м. 412,2

Химически чистый карфентразон-этил представляет собой вязкую желтую жидкость с легким нефтяным запахом с температурой замерзания – 22,1 °С.

Давление паров: $1{,}6 \times 10^{-2}$ мПа (при 25 °С).

Растворимость (г/100 мл): гексан – 3, толуол – 90, вода – 12—30 мг/л (в зависимости от pH).

Смешивается во всех соотношениях с ацетоном, метилен хлоридом, этанолом и этил ацетатом.

Коэффициент распределения октанол/вода $K_{ow} \cdot \log P = 2,5$ при 20 °С.

Карфентразон-этил в водной среде гидролитически стабилен при pH 5; при pH 7 гидролизуется на 50 % за 13,7 дней, а при pH 9 – за 5,1 ч.

Под действием солнечного излучения и при повышенных температурах разрушается относительно быстро.

В растениях и почве соединение в результате гидролиза вещество быстро метаболизируется до карфентразона ($ДТ_{50}$ для почвы менее 2-х дней).

Краткая гигиеническая характеристика: карфентразон-этил относится к малоопасным по острой пероральной ($ЛД_{50}$ для крыс – 5 143 мг/кг), дермальной ($ЛД_{50}$ для крыс – более 4 000 мг/кг) и умеренно опасным по ингаляционной ($ЛД_{50}$ крысы, 4 ч, > 5,0 мг/л) токсичности. Препарат слабо раздражает кожу и конъюнктиву.

В России установлены следующие гигиенические нормативы для карфентразон-этила:

ОБУВ в воздухе атмосферы – 0,01 мг/м^3;

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 1,4 мг/м^3;

Область применения препарата

Карфентразон-этил – гербицид из группы триазолинонов системного действия, хорошо проникающий в растения через листья, но слабо передвигающийся по растению. Механизм действия связан с ингибированием активности протопорфириногеноксидазы. Высокоэффективен против широкого спектра двудольных сорняков в посевах злаковых культур при норме расхода 9—35 г д.в./га.

2. Методика измерения концентраций карфентразон-этила в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении карфентразон-этила газожидкостной хроматографией с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Отбор проб воздуха осуществляется концентрированием на бумажные фильтры «синяя лента».

Количественное определение проводится методом абсолютной либровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии компонентов препаративной формы, а также пестицидов, применяемых при возделывании зерновых.

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

Число параллельных определений	6
Предел обнаружения в хроматографируемом объеме	0,05 нг
Предел обнаружения в пробе	0,03 мг/м^3 (при отборе 10 л воздуха)
Диапазон определяемых концентраций	0,03—0,3 мг/м^3
Среднее значение определения	93,4 %
Стандартное отклонение (S)	3,34 %
Относительное стандартное отклонение (DS)	1,27 %
Доверительный интервал среднего	3,27 %
Суммарная погрешность измерения	± 16 %

2.2. Реактивы, растворы и материалы

Карфентразон-этил с содержанием д. в. 99,0 % (ФМС, США)	
Этиловый спирт, ректификованный	ГОСТ 5962—67
Хроматон N-AW с 5% SE-30 (0,16—0,20 мм), Хемапол	
Инертон-супер с 3 % OV-17 (0,16—0,20 мм), Хемапол	
Бумажные фильтры «синяя лента», предварительно промытые этанолом	ТУ 6-09-1705—77
Азот, осч	ГОСТ 9293—74

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Газовый хроматограф «Цвет» или аналогичный, снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации ионов с пределом детектирования по линдану 4×10^{-14} г/см^3 или другой с аналогичными или улучшенными характеристиками

Хроматографическая колонка стеклянная, длиной 1 м, внутренним диаметром 2 мм	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 34104—80Е
или аналогичные	
Аспирационное устройство	ТУ 64-1862—77
Барометр	ТУ 2504-1797—75
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С	ГОСТ 215—73Е
Колбы мерные, вместимостью 100 мл	ГОСТ 1770—74
Цилиндры мерные, вместимостью 10 мл	ГОСТ 1770—74Е
Колбы грушевидные со шлифом, вместимостью 100 мл	ГОСТ 10394—72
Стаканы химические, вместимостью 50 мл	ГОСТ 25336—82Е
Пипетки вместимостью, 1, 2, 5 и 10 мл	ГОСТ 20292—74
Воронки химические конусные, диаметром 34—40 мм	ГОСТ 25336—82 Е
Фильтродержатели	
Стеклянные палочки	

2.4. Отбор проб

Анализируемый воздух со скоростью 2 л/мин аспирируют через бумажный фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель.

Фильтры с отобранными пробами, упакованные в полиэтиленовые пакеты, можно хранить в холодильнике при температуре 4 °С в течение месяца.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и кондиционирование колонки

Готовую насадку (5 % SE-30 на Хроматоне N-AW) засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 270 °С в течение 8—10 ч.

2.5.2. Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор карфентразон-этила с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в этаноле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранится в холодильнике не более месяца.

Рабочие стандартные растворы с концентрацией 0,01; 0,02; 0,05 и 0,1 мкг/мл готовят перед употреблением из раствора, содержащего 100 мкг/мл, соответствующим разбавлением этанолом.

Растворы хранятся в холодильнике не более 10 дней.

2.5.3. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в испаритель хроматографа вводят по 5 мкл рабочего стандартного раствора карфентразон-этила с концентрацией 0,01; 0,02; 0,05 и 0,1 мкг/мл.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Находят средние значения высот хроматографических пиков для каждой концентрации.

Строят градуировочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации карфентразон-этила в растворе в мкг/мл.

2.6. Описание определения

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический стакан емкостью 50 мл, заливают 10 мл этанола и оставляют на 10 мин, периодически перемешивая. Растворитель сливают через воронку в мерный цилиндр, отжимая фильтр стеклянной палочкой.

Фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями этанола объемом 10 мл.

Доводят объем объединенного экстракта до 30 мл, перемешивают и 5 мкл полученного раствора анализируют по п. 2.7.

2.7. Условия хроматографирования

Хроматограф газовый «Цвет-600» с ДПР

2.7.1. Неподвижная фаза – 5 % SE-30 на Хроматоне N-AW (0,16—0,20 мм)

Колонка стеклянная, длиной 1 м, внутренним диаметром 2 мм.

Рабочая шкала электрометра	32×10^{10} Ом
Скорость движения ленты самописца	300 мм/ч
Температура термостата колонки	215 °С
детектора	340 °С
испарителя	280 °С
Скорость газа-носителя (азот)	35 мл/мин
Объем вводимой пробы	5 мкл
Абсолютное время удерживания	1 мин 50 с
Линейный диапазон детектирования	0,05—0,5 нг

2.7.2. Альтернативные условия хроматографирования. Неподвижная фаза – 3 % OV-17 на Инертоне-супер (0,16—0,20 мм)

Колонка стеклянная, длиной 1 м, внутренним диаметром 2 мм.

Рабочая шкала электрометра	16×10^{10} Ом
Скорость движения ленты самописца	300 мм/ч
Температура термостата колонки	230 °С
детектора	340 °С
испарителя	290 °С
Скорость газа-носителя (азота)	35 мл/мин
Объем вводимой пробы	5 мкл
Абсолютное время удерживания	4 мин 40 с
Линейный диапазон детектирования	0,05—0,5 нг

Каждую анализируемую пробу вводят в испаритель хроматографа 2—3 раза и вычисляют среднюю высоту пика.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,1 мкг/мл, разбавляют этанолом.

2.8. Обработка результатов анализа

Концентрацию карфентразон-этила в воздухе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \times W}{V}, \text{ где}$$

X – концентрация карфентразон-этила в воздухе, мг/м^3;

C – концентрация карфентразон-этила в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;

W – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мм;

V – объем пробы воздуха, отобранного для анализа, приведенного к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), л.

3. Требования техники безопасности

Помещение, в котором проводится определение карфентразон-этила, обязательно должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

Работу с образцами, стандартами и растворителями следует проводить в вытяжном шкафу с использованием индивидуальных средств защиты.

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