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

Определение остаточных количеств этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.1133—02

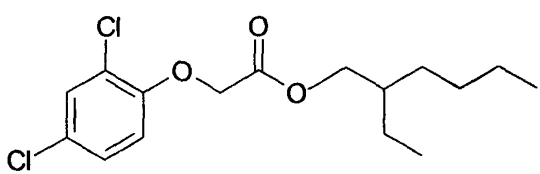
1. Вводная часть

Фирма-производитель: ДауАгросайенсес.

Торговое название: Эстерон КЭ.

Название действующего вещества по ИСО: 2-этилгексиловый эфир 2,4-Д.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 2-этилгексиловый эфир 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты.



$C_{16}H_{22}Cl_2O_3$ М. м. 333,3

Химически чистый 2-этилгексиловый эфир 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты представляет собой бесцветную вязкую жидкость.

Температура кипения свыше 300 °С.

Растворимость: хорошо растворим в большинстве органических растворителей, растворимость в воде менее 0,1 мг/л.

2-Этилгексиловый эфир 2,4-Д нестабилен в водных растворах быстро гидролизуется до кислоты.

Токсикологическая характеристика 2-этилгексилового эфира 2,4-Д соответствует характеристике самой кислоты. ПДК в воде – 0,002 мг/дм^3.

2-Этилгексиловый эфир 2,4-Д – селективный гербицид системного действия из группы арилоксиалкановых кислот, эффективно подавляет развитие двудольных сорняков в посевах зерновых колосовых культур.

2. Методика определения остаточных количеств 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на трехкратной экстракции 2-этилгексилового эфира 2,4-Д из образцов органическим растворителем и концентрировании образца упариванием в вакууме. Определение 2-этилгексилового эфира 2,4-Д производится методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора с постоянной скоростью рекомбинации ионов.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии других пестицидов.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $p = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения 2-этилгексилового эфира 2,4-Д, мг/л	диапазон определяемых концентраций, мг/л	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S	доверительный интервал среднего результата, %, ±
Вода	0,0001	0,0001—0,5	98,2	0,00001	0,000017

Таблица 2

Доверительный интервал и полнота определения 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в воде

Среда	Добавлено, мг/кг	Обнаружено, мг/кг	Доверительный интервал, ±	Полнота определения, %
Вода	0,0001	0,00009	0,00002	99,7
	0,0002	0,00019	0,00001	97,9
	0,0004	0,00039	0,00002	96,7
	0,002	0,00197	0,000008	98,5

2.2. Реактивы, материалы, приборы и оборудование

2.2.1. Реактивы и материалы

2-этилгексиловый эфир 2,4-Д, аналитический стандарт фирмы ДауАгросайенсис с содержанием д. в. 99,6 %	
Азот, осч	ГОСТ 9293—74
Ацетонитрил	ТУ 6-09-3534—87
Вода дистиллированная	ГОСТ 7602—72
Гексан, ч	ТУ 6-09-3375—78
Насадка для колонки: Хроматон-N-супер с 5 % OV-17, (0,20—0,25 мм)	
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76

2.2.2. Приборы и оборудование

Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 34104—80Е
Водоструйный насос	ГОСТ 10696—75
Воронки делительные на 500 мл	ГОСТ 10054—75
Газовый хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов ^{63}Ni «Цвет-560М» или другой аналогичного типа	
Колбы мерные на 25, 50, 100 мл	ГОСТ 1770—74
Концентраторы грушевидные (конические) НШ29 КГУ-100—14/19, ТС	ГОСТ 10394—72
Пипетки мерные на 0,1; 1,0; 5,0; 10 мл	ГОСТ 20292—74
Ротационный испаритель ИР-1М	ТУ 25-11-917—74
Стаканы стеклянные на 100 мл	ГОСТ 6236—72
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6-09-1678—86

2.3. Подготовка к определению

2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонки для газожидкостной хроматографии

Готовую насадку (5 % OV-17 на Хроматоне-N-супер) засыпают в стеклянную колонку 2 м, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 250 °С в течение 8—10 ч.

2.3.2. Приготовление стандартных растворов

Взвешивают 50 мг 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в мерной колбе на 50 мл, растворяют навеску в гексане и доводят объем до метки гексаном (стандартные растворы № 1, концентрация 1 мг/мл).

Стандартные растворы № 1 можно хранить в холодильнике в течение 6 месяцев.

Методом последовательного разбавления готовят стандартные растворы 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в гексане и ацетонитриле (для внесения) с концентрацией 0,5; 0,1; 0,05 и 0,025 мкг/мл для построения калибровочных графиков.

2.4. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79).

2.5. Описание определения

2.5.1. Вода

Пробу воды объемом 250 мл помещают в делительную воронку емкостью 500 мл и трижды экстрагируют гексаном порциями по 50 мл, встряхивая каждый раз воронку в течение 1—2 мин. После разделения фаз в воронке верхний гексановый слой сливают в концентратор, пропуская его через безводный сульфат натрия. Объединенные экстракты упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл гексана и вводят в хроматограф 3 мкл раствора.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов

2.6.1. Условия хроматографирования

Хроматограф «Цвет-560М» с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов с пределом детектирования по линдану не выше 4×10^{-14} г/см^3.

Рабочая шкала электрометра 64×10^{10}. Скорость движения ленты самописца 5 мм/мин.

Колонка стеклянная, спиральная, длина 2 м, внутренний диаметр 3 мм.

Носитель Хроматон-N-супер размер частиц 0,20—0,25 мм, неподвижная фаза 5 % OV-17.

Температура испарителя – 280 °С, термостата колонки 240 °С, детектора 340 °С.

Газовый режим: азот – 30 мл/мин.

Абсолютное время удерживания 2-этилгексилового эфира 2,4-Д – 1 мин 04 с.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,001—0,1 нг.

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю высоту пика.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрациями 2-этилгексилового эфира 2,4-Д 0,5 мкг/мл соответственно, разбавляют.

2.6.2. Обработка результатов анализов

Содержание 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в пробах воды рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \cdot A \cdot V}{H_0 \cdot m \cdot 100} \cdot p, \text{ где}$$

X – содержание 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в пробе, мг/кг;

H_1 – высота пика образца, мм;

H_0 – высота пика стандарта, мм;

A – концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования (мл);

m – масса или объем анализируемого образца, г или мл;

P – содержание 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в аналитическом стандарте.

3. Требования техники безопасности

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

4. Разработчики

Калинин В. А., профессор, к. с-х. н., Довгилевич Е. В., к. биол. н., Калинина Т. С., к. с-х. н., Довгилевич А. В., к. хим. н., Рыбакова О. И.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. 127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений. Телефон: 976-02-20.

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