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

Выпуск 3
Часть 1
МУК 4.1.1387—4.1.1390—03

Издание официальное

Минздрав России
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

Выпуск 3
Часть 1
МУК 4.1.1387—4.1.1390—03

ББК 51.23+51.21
О60
О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004.— Вып. 3.—Ч. 1.—43 с.

ISBN 5—7508—0471—2

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. А. В. Довгилевич); при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов). Разработчики методик указаны в конце каждой из них.

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по госсанэпиднормированию при Минздраве России.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко 16 марта 2003 г.

4. Введены с 30 июня 2003 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.23+51.21

ISBN 5—7508—0471—2

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

Содержание

Определение остаточных количеств ацетохлора в воде, почве, клубнях картофеля, зерне кукурузы, зеленой массе кукурузы и сои, а также в семенах и масле подсолнечника, рапса и сои: МУК 4.1.1387—03 4

Определение остаточных количеств иодосульфурон-метил-натрия в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур, зеленой массе и зерне кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1388—03 16

Измерение концентраций иодосульфурон-метил-натрия в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1389—03 27

Определение остаточных количеств имидаклоприда в воде, почве, огурцах, томатах, сахарной свекле, картофеле, перце и баклажанах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1390—03 34

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра
здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
24 июня 2003 г.
Дата введения: 30 июня 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций иодосульфурон-метил-натрия в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1389—03

1. Вводная часть

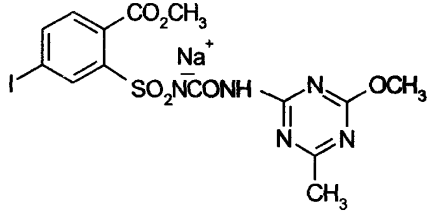
Фирма производитель: БайерКропСаенс.

Торговое название: Секатор.

Действующее вещество: иодосульфурон-метил-натрий (иодосульфурон).

Метил 4-иодо-2-[3-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)уреидосульфонил]бензоат, натриевая соль (ИЮПАК).

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{14}H_{13}IN_5Na0_6S$ М. м.: 529,2

Светлобежевое твердое вещество без запаха

Температура плавления: > 190 °С

Давление паров при 25 °С: $6,7 \times 10^{-6}$ мПа

Коэффициент распределения н-октанол/вода: К $\log P_{ow} = -0,7$ (pH 7,0).

Растворимость при 20 °С (г/л): вода – 25, ацетон > 380, дихлорметан > 500, гексан – 0,001, метанол – 12, ацетонитрил – 52.

Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны – аэрозоль.

Краткая токсикологическая характеристика.

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 2 678 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс – более 2 000 мг/г; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс – 2,81 мг/дм^3 воздуха.

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

Область применения препарата.

Иодосульфурон-метил-натрий (иодосульфурон) – послевсходовый гербицид системного действия из класса сульфонилмочевин. Вещество достаточно хорошо поглощается листьями и передвигается в акропетальном и базипетальном направлениях в различные органы растения. Иодосульфурон эффективно уничтожает однолетние и многолетние двудольные сорные растения в посевах зерновых культур (пшеница, ячмень). Вещество входит в состав комбинированного гербицидного препарата Секатор, содержащего 5 % амидосульфурона, 1,25 % иодосульфурона и 12,5 % антидота. Секатор рекомендуют применять в дозах 150—300 г/га в период от фазы кущения до начала выхода в трубку.

2. Методика измерения концентраций иодосульфурон-метил-натрия в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором.

Отбор проб воздуха осуществляется концентрированием аэрозоля на бумажные фильтры «синяя лента». Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии компонентов препаративной формы, в том числе амидосульфурона и антидота мефемпир-диэтила.

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

Число параллельных определений – 6.

Предел обнаружения в хроматографируемом объеме – 2,5 нг.

Предел обнаружения в воздухе при отборе 25 дм^3 воздуха – 0,005 мг/м^3.

Диапазон определяемых концентраций – 0,005—0,05 мг/м^3.

Среднее значение определения – 92,8 %.

Стандартное отклонение (S) – 9,33 %.

Относительное стандартное отклонение (DS) – 3,81 %.

Доверительный интервал среднего – 9,79 %.

Суммарная погрешность измерения не превышает 23 % .

2.2. Реактивы, растворы и материалы

Иодосульфурон-метил-натрий с содержанием д.в. 95,7 %, (АгрЭво, Германия)	
Ацетон, чда	ГОСТ 2603—79
Ацетонитрил для жидкостной хроматографии	ТУ 6-09-4326—76
Вода дистиллированная, деионизованная или перегнанная над KMO_4	
Ортофосфорная кислота, хч	ГОСТ 6552—80
Спирт метиловый, хч	ГОСТ 6995—77
Бумажные фильтры «синяя лента», обеззоленные, предварительно промытые ацетоном	ТУ 6-09-1678—77

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Altex (США) или аналогичный	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 20 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Lichrosorb RP-18, зернением 5 мкм	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Диасорб 130-С8, зернением 7 мкм	
Микрошприц для жидкостного хроматографа, вместимостью 50—100 мкл	
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или аналогичный	ТУ 25-11-917—76
Весы аналитические типа ВЛА-200	ГОСТ 34104—80Е
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Аспирационное устройство типа ЭА-1 или аналогичное	ТУ 25-11-1414—78
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 и 1 000 мл	ГОСТ 1770—74
Цилиндры мерные, вместимостью 10, 25 и 500 мл	ГОСТ 1770—74Е
Колбы грушевидные со шлифом, вместимостью 100 мл	ГОСТ 10394—72
Пробирки центрифужные	ГОСТ 25336—82Е
Стаканы химические, вместимостью 100 мл	ГОСТ 25336—82Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл	ГОСТ 20292—74
Воронки химические, конусные, диаметром 34—40 мм	ГОСТ 25336—82Е
Груша резиновая	
Фильтродержатели	
Стеклянные палочки	

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».

Воздух со скоростью 5 л/мин пропускают через фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентрации вещества на уровне 0,005 мг/м^3 следует отобрать 25 л воздуха.

Фильтры с отобранными пробами, помещенные в герметически закрываемые склянки, можно хранить в морозильной камере при температуре –12 °С в течение 30 дней, в холодильнике при 4—6 °С – в течение 5 дней.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Очистка растворителей

Органические растворители перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием. Ацетон очищают перегонкой.

2.5.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

Отмеряют 380 мл ацетонитрила, переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 мл, добавляют 20 мл метанола, 600 мл бидистиллированной или деионизованной воды и 0,4 мл ортофосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

2.5.3. Кондиционирование колонки

Промыть колонку для ВЭЖХ 20 мл смеси ацетонитрил–вода (1 : 1, по объему), затем подвижной фазой ацетонитрил–метанол–вода–ортофосфорная кислота (38 : 2 : 60 : 0,04, по объему) при скорости подачи растворителя 1 мл/мин в течение 30—45 мин до получения стабильной базовой линии.

2.5.4. Приготовление стандартных растворов

Основной стандартный раствор иодосульфурона с содержанием 1,0 мг/мл готовят растворением 104,5 мг препарата, содержащего 95,7 % д.в., в метаноле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранится в морозильной камере при – 12 °С не более 3 месяев.

Рабочие стандартные растворы с концентрацией 0,025; 0,05; 0,125 и 0,025 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора иодосульфурона соответствующим последовательным разбавлением подвижной фазой для ВЭЖХ (п. 2.5.2) непосредственно в день проведения анализа.

2.5.5. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 100 мкл рабочего стандартного иодосульфурона с концентрацией 0,025; 0,05; 0,1 и 0,25 мкг/мл.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации иодосульфурона в растворе в мкг/мл.

2.6. Описание определения

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический стакан вместимостью 100 мл, заливают 10 мл ацетона, помещают на встряхиватель на 10—15 мин. Растворитель сливают, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 10 мл.

Объединенный экстракт упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35 °С, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха, остаток растворяют в 5 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.2), фильтруют или центрифугируют для удаления взвеси и хроматографируют.

2.7. Условия хроматографирования

2.7.1. Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Altex (США)

Колонка стальная длиной 20 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Lichrosorb RP-18, зернением 5 мкм.

Температура колонки: комнатная.

Подвижная фаза: ацетонитрил–метанол–вода–87 %-ная ортофосфорная кислота (38 : 2 : 60 : 0,04, по объему).

Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Рабочая длина волны: 233 нм.

Чувствительность: 0,01 ед. абсорбции на шкалу.

Объем вводимой пробы: 100 мкл.

Время выхода иодосульфурона: 12,5—13 мин.

Линейный диапазон детектирования: 2,5—25 нг.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,25 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ (п. 2.5.2.).

Альтернативная неподвижная фаза.

Хроматографическая колонка стальная (15 × 4 мм), заполненная Диасорбом 130-С8 Т (7 мкм).

Условия хроматографирования те же.

Время выхода иодосульфурона: 10,5 мин.

2.8. Обработка результатов анализа

Содержание иодосульфурон-метил-натрия рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

X – содержание иодосульфурон-метил-натрия в пробе воздуха, мг/м^3;

C – концентрация иодосульфурон-метил-натрия в хроматографируемом растворе, найденная по калибровочному графику, мкг/мл;

W – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

V – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), дм^3.

3. Требования техники безопасности

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

4. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями МИ 2335—95. ГСИ «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

5. Разработчики

Назарова Т. А., к. биол. н.; Микитюк О. Д., к. биол. н.; Макеев А. М., к. биол. н.

ВНИИ фитопатологии, 143050 Московская обл., п/о Большие Вяземы, тел. 592-92-20.

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

Сборник методических указаний

Редакторы Акопова Н. Е., Барабанова Т. Л., Кожока Н. В., Максакова Е. И.
Технический редактор Ломанова Е. В.

Подписано в печать 24.03.04

Формат 60x88/16 **Печ. л. 2,75**
Тираж 3000 экз. **Заказ 29**

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

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

gost.e-ecolog.ru