

**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.**

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 НИХСЗР; Калинин В.А. - к.с.н., профессор, зав. кафедрой ТСХА; Гиренко Д.Б. - к.х.н., зав. аналитической лабораторией 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 изо-фенфосу) 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 фосамида 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 эфала (этилфосфата 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 сумм-с 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 лантаграна 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 харвалли в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6102-91.....182....

24. Временные методические указания по определению експромта в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6107-91.....191....

25. Методические указания по определению аллицина 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 диметилена 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 газохроматографическому 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 дикабом в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.
29 июля 1991г, N 6117-91.....295.....
7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций диоксидов азота и диоксида азота 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, N 6085-91.....323.....
11. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций люндакса 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-Г (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 кооцентраций тиади-зола 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 фолликура в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии
29 июля 1991г, N 6112-91.....362.....
19. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций физилада в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, N 6088-91.....369.....
20. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций харелли 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 эфала в воздухе рабочей зоны фотометрическим и газохроматографическим методом.
29 июля 1991г, № 6120-91.....387.....

ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждено

Министерством здравоохранения СССР

"29" июля 1991 г

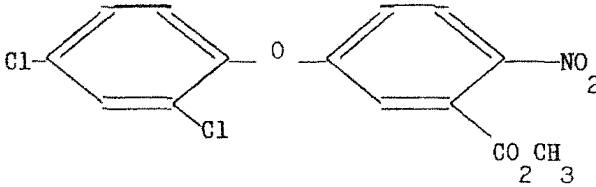
№ 6109-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МОДАУНА В ЭФИРНЫХ МАСЛАХ
МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ
(В ДОПОЛНЕНИИ К № 4030-85, 21.10.1985)

1. Краткая характеристика препарата

1.1. Химическое название: 2-нитро-5-(2,4-дихлорофенокси)бензойной кислоты метиловый эфир.

Структурная формула



Брутто формула

C H Cl NO
14 9 2 5

М.м. 342,1

1.2. Синонимы: бифенокс

1.3. В чистом виде - желтое кристаллическое вещество, температура плавления 84-86°C. Растворимость в воде 0,35 мг/л, в ацетоне 400 г/кг, в ксилоле 30%, в алифатических углеводородах менее 1%. Выпускается в виде 80%-ного с.п., концентрата эмульсии с содержанием д.в. 200 г/л и 10% гранул. ЛД₅₀ для крыс более 6400 мг/кг. Рекомендуется для борьбы с сорняками на розе эфиромасличной, полыни лимонной и герани розовой.

Разработчик: Ю.С. Баранов, ВНИИ эфиромасличных культур, г. Симферополь

2. Методика определения модауна в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на обработке гексановых растворов или бензольных эфирного масла концентрированной серной кислотой, концентрировании очищенных растворов и определении методом газожидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Минимально детектируемое количество модауна 0,1 нг.

Среднее значение определения при $n=5$, $a=0,95$, - 70,1%.

Нижний предел определения в эфирном масле 0,1 мг/кг.

Стандартное отклонение 3,8.

Доверительный интервал среднего при $n=5$, $a=0,95$, $\pm 7,2\%$

Размах варьирования 59,7-82,6.

2.1.3. Избирательность метода.

Метод селективен в присутствии фосфорорганических пестицидов симм-триазинов, фенилмочевин, определению не мешают: тетрал, ронстар, тербацил, трефлан, стомп.

2.2. Реактивы и растворы.

Гексан, ТУ 6-09-3375-78, C_6H_{14} (C_6H_{14}) C_6H_{14}

Натрий сернокислый безводный, ГОСТ 4166 х.ч.

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Кислота серная, ГОСТ 4204-77 х.ч. H_2SO_4 , удельный вес 1,84

Алюминия оксид II-й степени активности Al_2O_3 ТУ 6-09-3916-83

Хроматон-супер (0,16-0,20 мм), пропитанный 5% OV-1

Хроматон-супер (0,16-0,20 мм), пропитанный 5% OV-210

Стандартный раствор модауна в ацетоне с содержанием 0,1 и 1,0 мкг/мл.

Растворы модауна стабильны при хранении в холодильнике в течение шести месяцев. Для приготовления стандартного раствора взвешивают на аналитических весах навеску модауна $10 \text{ мг} \pm 0,2 \text{ мг}$, помещают ее в мерную колбу емкостью 100 мл. Навеску растворяют в 10-15 мл ацетона и доводят до метки тем же растворителем. Из раствора пипеткой переносят в мерные колбы на 100 мл 1 мл и 0,1 мл раствора и доводят до метки ацетоном. Растворы содержат 1 мкг/мл и 0,1 мкг/мл модауна соответственно.

2.3. Приборы и посуда

Хроматограф газовый с детектором постоянной скорости рекомбинации серии "Цвет" или аналогичный

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76

Весы ВЛР-200, ГОСТ 24104-88

Гири Г-2-210, ГОСТ 73-28-82

Весы ВЛКТ-500, ГОСТ 24104-88

Воронки ВД-2-500-29/32 х.с., ГОСТ 25336-82

Воронки химические, ГОСТ 25336-82

Колбы КНКШ, ГОСТ 25336-82

Колбы Кьельдаля 1-250-29/32 т.с., ГОСТ 25336-82

Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки на 1 и 0,1 мл, ГОСТ 1770-74

Микрошприц, МШ-10м, ТУ 2-833-106

Цилиндр 1-100, ГОСТ 1770-74

Допускается применение аппаратуры и химической посуды с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных в стандарте.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Отбор, хранение и доставка проб

Отбор, хранение и доставку проб проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными заместителем Главного государственного санитарного врача СССР, № 2051-79, от 21.08.1979. Для анализа отбирают среднюю пробу эфирного масла массой 10 г. Пробу хранят при +5⁰С в течение 2 месяцев с записью результатов взвешивания до первого десятичного знака.

2.4.2. Подготовка и очистка реактивов

Органические растворители перед началом работы очистить по соответствующим методикам и перегнать (2), сульфат натрия прокалить при 300-400⁰С. Хроматографическую колонку кондиционировать в режимных условиях в течение 2-х часов.

2.5. Проведение определения

Навеску 10 г эфирного масла растворяют в 50 мл н-гексана или бензола. В делительной воронке на 250 мл раствор промывают концентрированной серной кислотой, 3х30 мл. Затем верхний слой пропускают через 50 г безводного сульфата натрия и упаривают

досуха на ротационном испарителе при температуре бани не выше 50°C. К сухому остатку по стенкам колбы прибавляют 1 мл бензола, закрывают и вращают колбу. В испаритель хроматографа вводят 2 мкл раствора.

Для экстрактовых масел, содержащих большое количество восков, проводят дополнительную очистку на колонке с оксидом алюминия. Для этого оставшийся гексановый или бензольный раствор после промывки серной кислотой переносят на предварительно промытую бензолом хроматографическую колонку, заполненную 6 г оксида алюминия и 2 г безводного сульфата натрия. Элюируют модаун 60 мл бензола. Элюат концентрируют до 1 мл на ротационном испарителе и 2 мкл раствора вводят в испаритель хроматографа.

2.6. Условия хроматографирования

Хроматографические параметры	5% OV-1	5% OV-210
Размер колонки, мм	2000x3	2000x3
Материал колонки	стекло	стекло
Форма колонки	спираль	спираль
Расход газа-носителя через колонку, мл/мин	60	60
Температура испарителя, °C	250	250
Температура термостата колонок, °C	220	220
Температура термостата детекторов, °C	250	250
Хроматографируемый объем, мкл	2	2

Время удерживания, мин	11,5	15,0
Число теоретических тарелок	437	475
Линейный динамический диапазон, мг	0,1-10	0,1-10
Рабочая шкала электрометра, а		

2.7.Обработка результатов анализа

Количественный расчет препарата в анализируемой пробе проводят по формуле:

$$X = \frac{H \cdot V_1}{V_2 \cdot A \cdot K}$$

где X - содержание модауна в пробе, мг/кг;

V_1 - объем анализируемой пробы, мл;

V_2 - объем инъецируемой пробы, мкл;

H - высота пика препарата в анализируемой пробе, мм;

A - навеска, г;

K - калибровочный коэффициент, который определяется по формуле:

$$K = \frac{1}{n} \left[\frac{H_1}{CV_2} + \frac{H_2}{CV_2} + \dots + \frac{H_n}{CV_n} \right]$$

H_1, H_2, H_n - высота пиков стандартного раствора модауна, мм;

V_1, V_2, V_n - объемы стандартного раствора модауна, мкл;

C - концентрация стандартного раствора модауна, 1,0 мкг/мл

Содержание модауна в пробах эфирного масла вычисляют как среднее из трех параллельных определений.

3.Требования безопасности

При выполнении операций по определению модауна в эфирных маслах

следует руководствоваться требованиями при работе с соединениями третьего класса токсичности и легколетучими растворителями.

4. Литература

1. Кофман И.Ш., Авишовицкая М.Я. "Временные методические указания по определению модауна в воде и почве газо-жидкостной хроматографией" Сб. методик, ч. XVII, 1988, 60-65

2. А.Гордон, Р.Форд "Спутник химика", М., "Мир", 1976, 437-445.

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ