

**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 *o* 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

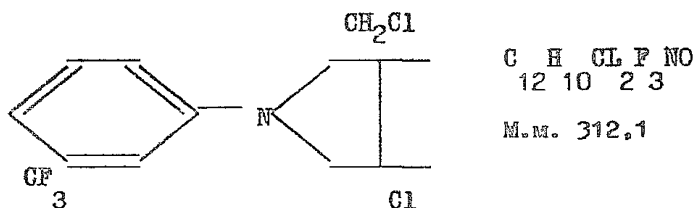
Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
"29" июня 1991 г
№ 6074-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ РЕЙСЕРА
В ЭФИРНЫХ МАСЛАХ ЛАВАНДЫ И МИТЫ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ (дополнение к № 4446-87)

1. Краткая характеристика препарата

1.1. Химическое название: 1-(m-трифторметилфенил)-3-хлоро-4-хлорметил-
пирролидон-2

Структурная формула



1.2. Синонимы: флуорохлоридон

1.3. В чистом виде — белое кристаллическое вещество без запаха, температура плавления 79–80,5⁰С. Растворим в ацетоне, растворимость в воде 28 мг/л. ЛД₅₀ — 3450 мг/кг. Выпускается в виде 25% к.в., рекомендуется для борьбы с сорняками на лаванде настоящей и мите перечной.

2. Методика определения в эфирных маслах газожидкостной хроматографией

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении рейсера из растворов эфирных масел в n-гексане ацетонитрилом, промывке экстракта смесью растворителей n-гексан-двухлорэтиловый эфир, рекстракции препарата из разбавленного ацетонитрильного раствора в n-гексан и определения методом газожидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации.

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

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Минимально детектируемое количество рейсера 0,1 нг.

Нижний предел определения в эфирном масле 0,01 мг/кг.

Среднее значение определения при $n=5$, $s=0,95$; 78,3%.

Стандартное отклонение $\pm 14,9\%$.

Размах варьирования 70,5-79,5%.

2.1.3. Избирательность метода

Метод селективен в присутствии хлор- и фосфор-органических пестицидов, определению не мешают фенил-замещенные мочевины, симметриазины, ронстар, тетрад, динитроацетиленины, нитродифениловые эфиры.

2.2. Реактивы и растворы

n-Гексан, ТУ 6-09-3375-78.

Ацетонитрил, ч, ТУ 6-09-3534-87.

Натрий серноокислый безводный, хч., ГОСТ 4166-76.

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-76.

Диэтиловый эфир, ч, ГОСТ 6262-79.

Хроматон-супер (0,16-0,20 мм) с 5% OV-210, ЧССР.

Хроматон-супер (0,16-0,20 мм) с 5% OV-1, ЧССР.

Алюминий оксид II степени активности по Брокману, ТУ 06-09-3916-83.

Рейсер - стандартные растворы в ацетоне с содержанием 1 мкг/мл и 0,2 мкг/мл.

2.3. Приборы и посуда

Хроматограф газовый с детектором постоянной скорости рекомбинации "Цвет-164", "Цвет-106" и т.д.;

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

Воронки делительные типа ВД,ГОСТ 25336-82;

Воронки химические типа В,ГОСТ 25336-82;

Колбы плоскодонные тип КНШ,ГОСТ 25336-82;

Колбы грушевидные остроносовые типа ОКШ,ГОСТ 25336-82;

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74,на 1000 мл;

Пипетки,ГОСТ 20292-74,на 1 и 10 мл;

Микрошприц для хроматографии МШ-10М,ТУ 2-833-106;

Весы лабораторные ВЛНТ-500,ГОСТ 24104-88;

Весы аналитические ВЛР-200,ГОСТ 24104-88.

2.4. Подготовка к определению

Органические растворители перед началом работы очистить по соответствующим методикам /1/ и перегнать, сульфат натрия прокалить при 300-400⁰С. Хроматографическую колонку кондиционировать в реальных условиях в течение 2-х часов.

2.4.1. Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Минздравом СССР, № 2051-79 от 21.08.79 г. Для анализа отбирают пробу эфирного масла - 10 г. Для анализа отбирают среднюю пробу эфирного масла - 10 г.

2.5. Проведение определения

Навеску 10 г эфирного масла лаванды или мяты помещают в делительную воронку на 250 мл с 50 мл н-гексана, выдерживают 10 минут. Прибавляют 50 мл ацетонитрила, встряхивают и отбрасывают верхний слой. Оставшийся раствор промывают смесью растворителей: н-гексан-диэтиловый эфир (7:1), 3х:) мл, отбрасывая верхний слой. В делительную воронку на 500 мл помещают 200 мл 10% сульфата натрия и переносят оставшийся раствор после промывки. Реэкстрагируют рейсер н-гексаном. 3х50 мл, собирая верхний слой и пропуская его через 50г безводного сульфата натрия. Объединенные экстракты концентрируют досуха на ротационном испарителе при температуре бани не выше 50 С. К сухому остатку добавляют 1 мл ацетона, встряхивают и эликвоту вводят в испаритель хроматографа.

Для экстрактовых масел, содержащих большое количество восков, проводят дополнительную очистку на колонке алюминия. Для этого н-гексановый раствор после реэкстракции из водного ацетонитрила, концентрируют до 10 мл и переносят на предварительно промытую н-гексаном хроматографическую колонку (200x15 мм) заполненную 10г оксида алюминия и 3 г безводного сульфата натрия (слой сульфата натрия располагают над оксидом алюминия). Элюируют рейсер 80 мл н-гексана. Элюат концентрируют до 1 мл на ротационном испарителе и 2 мл раствора вводят в испаритель хроматографа.

2.6. Условия хроматографирования

| Хроматографические параметры | 5% OV-210 | 5% OV-1 |
|--|-----------------------|-----------------------|
| Размер колонки, мм | 2000x3 | 1000x3 |
| Материал колонки | стекло | стекло |
| Форма колонки | спираль | спираль |
| Расход газа-носителя, мл/мин | 60 | 60 |
| Температура испарителя, град.С | 250 | 250 |
| Температура термостата колонки, град.С | 180 | 180 |
| Температура термостата детектора, град.С | 250 | 250 |
| Хроматографируемый объем, мкл | 2 | 2 |
| Время удерживания, мин | 5,5 | 5,5 |
| Число теоретических тарелок | 258 | 196 |
| Линейный динамический диапазон, кг | 0,1-10 ⁻¹² | 0,1-10 ⁻¹² |
| Рабочая шкала электрометра, а | 20x10 ⁻¹² | 20x10 ⁻¹² |

2.7. Обработка результатов анализа

Количественный расчет препарата в анализируемой пробе проводят по формуле:

$$X = \frac{N \times V_1}{V \times K_{\text{хА}}}$$

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

V₁ - объем анализируемой пробы, мл;

V₂ - объем инъектируемой пробы, мкл;

H - высота пика препарата в анализируемой пробе, мм;

A - навеска, г.

K - калибровочный коэффициент, который определяется по формуле:

$$K = \frac{1}{n} \left[\frac{H_1}{C \times V_1} + \frac{H_2}{C \times V_2} + \frac{H_{\text{п}}}{C \times V_{\text{п}}} \right]$$

H₁ H₂ H_п - высота пиков стандартного раствора рейсера, мм;

V₁ V₂ V_п - объемы стандартного раствора рейсера 1 мкг/мл;

C - концентрация стандартного раствора рейсера, мкг/мл.

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

3. Требования безопасности

При выполнении операций по определению рейсера в эфирных маслах следует руководствоваться требованиями при работе с соединениями третьего класса токсичности и легколетучими растворителями.

4. Литература

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