

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**  
**по определению микроколичеств**  
**пестицидов в продуктах питания,**  
**кормах и внешней среде**

**Сборник № 25**

**Москва**  
**1997 г.**

Министерство сельского хозяйства  
и продовольствия  
Российской Федерации

Государственная комиссия  
по химическим средствам борьбы  
с вредителями, болезнями растений и сорняками

Т О Д И Ч Е С К И Е      У К А З А Н И Я

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ  
ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ,  
КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 25

Москва  
Центр научно-технической информации,  
пропаганды и рекламы  
1997г.

**Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с  
вредителями, болезнями растений и сорняками**

**Редакционная коллегия:**

**Калинин В.А. -к.с.н., профессор, зав.кафедры ТСХА; Пушкина Г.П. - к.б.н.,  
Российский институт лекарственных культур; Борисов Г.С.- зав. КТЛ РРСТАЗР;  
Федорова Н.Е.- к.х.н., МНИИГ им.Эрисмана.**

**Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологи-  
ческих станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также  
ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий  
Минсельхозпрода РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением  
остаточных количеств пестицидов в продуктах питания, кормах и объектах окружа-  
ющей среды.**

**Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных  
Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вреди-  
телями, болезнями растений и сорняками.**

**Ответственный за выпуск - Орехов Д.А., председатель Госхимкомиссии  
тел. 207-63-90**

**Сборник подготовлен к изданию Российской республиканской станцией защиты  
растений Департамента химизации и защиты растений Минсельхозпрода РФ.**

**г.Раменское Московской обл., ул.Нефтегазосъемки 11/41 тел.(246) 3-09-52**

## СОДЕРЖАНИЕ:

1. Временные методические указания по определению остаточных количеств 2-метил-4-диметиламинометил- бензимидазол- 5 - ол- дигидрохлорида в воде, почве, зерне и зеленой массе кукурузы методом тонкослойной хроматографии. 29.07.91 г. № 6264-91	.....стр.5
2. Методические указания по измерению концентраций 2-амино-4,6 диметил-1,3-пиримидина в воде методом жидкостной хроматографии. 29.07.91 г. № 6152-91	..... 9
3. Временные методические указания по определению 2-амино-4-диметиламино-6-хлор - 1,3,5-триазина в воде хроматографическими методами. 29.07.91 г. № 6161-91	..... 16
4. Временные методические указания по определению 2-амино-4-диметиламино-6- хлор- 1,3,5-триазина в воздухе хроматографическими методами. 29.07.91 г. № 6159-91	..... 21
5. Временные методические указания по определению остаточных количеств диметилового эфира аминифумаровой кислоты в воде, почве, яблоках, виноградном соке, эфирных маслах, рисе, картофеле методом газовой хроматографии. 29.07.91 г. № 6230-91	..... 27
6. Методические указания по измерению концентрации диниконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии. 29.07.91 г. № 6156-91	..... 33
7. Методические указания по определению остаточных количеств N-окиси-2,6 - лутидина в воде, почве, зеленой массе люцерны методом тонкослойной хроматографии. 29.07.91 г. № 6179-91	..... 36
8. Временные методические указания по измерению концентраций N-окиси-2,6-лутидина в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии. 29.07.91 г. № 6178-91	..... 40
9. Методические указания по измерению концентраций 2-метоксикарбонил-N-(4,6 - диметил-1,3-пиримидин-2-ил)-аминокарбонил-бензолсульфамида и его калиевой соли в воздухе рабочей зоны методом жидкостной хроматографии. 29.07.91 г. № 6171-91	..... 45
10. Временные методические указания по измерению концентраций карбамоил- метил- пиразола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии. 29.07.91 г. № 6236-91	..... 51
11. Методические указания по измерению концентраций павстима в воздухе рабочей зоны колориметрическим методом. 29.07.91 г. № 6277-91	..... 54
12. Методические указания по измерению концентрации тебутиурона в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии. 29.07.91 г. № 6199-91	..... 57
13. Временные методические указания по измерению концентраций тефлубензурона в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами. 29.07.91 г. № 6234-91	..... 61

14. Временные методические указания по измерению концентраций тиолона в воздухе рабочей зоны методами тонкослойной хроматографии и спектрофотометрии. 29.07.91 г. № 6168-91	65
15. Методические указания по измерению концентраций N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-N'-(2,5-диметилфенил) сульфонилмочевина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии. 29.07.91 г. № 6240-91	70
16. Временные методические указания по измерению концентраций флуфеноксулона в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами. 29.07.91 г. № 6235-91	73
17. Методические указания по измерению концентраций смеси фосфитов (промежуточные продукты синтеза препарата эфаль-М) в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом. 29.07.91 г. № 6266-91	77
18. Методические указания по измерению концентраций хлорсульфулона и его калиевой соли в воде методом газожидкостной хроматографии. 29.07.91 г. № 6167-91	80
19. Методические указания по измерению концентраций хлорсульфулона и его калиевой соли в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии. 29.07.91 г. № 6170-91	87
20. Методические указания по измерению концентраций экостима в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом. 29.07.91 г. № 6276-91	94
21. Методические указания по определению остаточных количеств эталфлуралина в семенах хлопчатника и хлопковом масле методом газожидкостной хроматографии. 29.07.91 г. № 6244-91	97
Алфавитный указатель.	106

Утверждено  
Министерством здравоохранения СССР  
"29"июля 1991г.  
№ 6276-91

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭКОСТИМА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

### 1.Краткая характеристика препарата.

Торговое название: экостим.

Производитель: Молдова.

Действующее вещество: экостим (стероидный гликозид).

Эмпирическая формула -  $C_{51}H_{66}O_{24}$  .

Аморфный порошок от светло - кремового до жёлтого цвета. Хорошо растворим в воде  
Плохо растворяется в спирте, ацетоне, хлороформе.

### Область применения препарата.

Экостим - регулятор роста растительного происхождения. Используется для повышения урожая корнеплодов сахарной свеклы, при норме расхода 30г/т, повышения всхожести, энергии прорастания семян, устойчивости к болезням, стимуляции роста и развития рассады, увеличения урожая и качества листа табака, при норме расхода 3г/кг.

### 2.Методика измерения концентраций экостима в воздухе рабочей зоны.

#### 2.1.Основные положения.

##### 2.1.1.Принцип метода.

Определение основано на измерении оптической плотности продукта взаимодействия фурастонолового гликозида с п-диметиламинобензальдегидом при длине волны 490 нм после концентрирования из воздуха.

Отбор проб производится с концентрированием (поглотитель Зайцева с изопропанолом).

##### 2.1.2.Избирательность методики.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

##### 2.1.3. Метрологическая характеристика.

Предел измерения в анализируемом объёме фотометрическим методом - 30мкг.

Предел измерения в воздухе - 30 мкг при отборе 100л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций - 0,3-10 мкг/м<sup>3</sup>.

Граница суммарной погрешности-±17,9%.

### 2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Изопропанол, хч, ТУ 6-09-402-87.

Метанол, хч, ГОСТ 6995-77.

Этанол ректификат, ГОСТ 3962-67.

Натрия сульфат безводный, ч, ГОСТ 4166-76.

---

Разработчики: Кузнецова Е.М., Гиренко Д.Б., УкрНИИГИНТОКС, г.Киев.

п-диметиламинобензальдегид.  
Соляная кислота, хч, ГОСТ 3118-77.

### 2.3. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77.  
Фильтродержатели.  
Поглотитель Зайцева.  
Фотоэлектроколориметр КФК-2-УХЛ 4.2 или аналогичный.  
Ротационный испаритель любой марки с набором колб.  
Водяная баня, ТУ 64-1-425-72.  
Колбы конические на шлифе ёмкостью 50 мл, ГОСТ 1770-74.  
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74.  
Колбы грушевидные, ГОСТ 23932-79.  
Воронки химические, ГОСТ 1770-74.  
Пробирки мерные на шлифах, ГОСТ 1770-74, вместимостью 10 мл.  
Пипетки, ГОСТ 1770-74 на 0,1, 1, 5, 10 мл.  
Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 и 50 мл.

### 2.4. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 5 л/мин. в течение 20 мин. аспирируют через поглотитель Зайцева, содержащий не менее 10 мл изопропанола, соединённый с фильтродержателем для увеличения площади аспирирования. Отобранные пробы воздуха хранят в холодильнике не более 5 дней.

### 2.5. Подготовка к определению.

#### 2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Стандартный раствор экостима, содержащий 200 мкг/мл вещества, готовят растворением 20 мг препарата в мерной колбе с притёртой пробкой на 100 мл в 70%ом этаноле. Хранить в холодильнике. Растворы годны к употреблению в течение 10 дней.

#### 2.5.2. Приготовление реактива Эрлиха.

1 г п-диметиламинобензальдегида растворяют в мерной колбе вместимостью 100 мл в смеси метанол-соляная кислота (66:34 об/об).

#### 2.5.3. Построение градуировочного графика.

Для построения градуировочного графика готовят серию растворов экостима в 70%ом этаноле, содержащих 0, 40, 80, 100, 150 и 200 мкг/мл (см. таблицу).

Таблица.

№ пробирки	№1	№2	№3	№4	№5	№6
Количество стандарта (200 мкг/мл), мл	0	0,20	0,40	0,50	0,75	1,00
Количество 70%-го этанола, мл	1,00	0,80	0,60	0,50	0,25	0
Реактив Эрлиха, мл	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Метанол, мл	3,80	3,80	3,80	3,80	3,80	3,80
Количество препарата, мкг/мл	0	40	80	100	150	200

Цветную реакцию проводят следующим образом: 1 мл раствора каждой концентрации помещают в грушевидную колбу объёмом 50 мл, отгоняют жидкость до конца. К сухому остатку прибавляют 0,2 мл реактива Эрлиха. Смесь выдерживают

при температуре 65°С на водяной бане в течение 5 минут, затем прибавляют 3,8 мл метанола, перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора на приборе КФК-УХЛ 4.2 (или аналогичном) при  $\lambda = 490$  нм в кюветах с толщиной слоя 10 мм. Раствор сравнения - пробирка №1 (см. табл.).

Строят график зависимости оптической плотности (D) от содержания экостима в анализируемом объеме (4 мл).

#### 2.6. Описание определения.

Изопропанол из поглотителя Зайцева переносят в колбу для отгонки растворителей и отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре не выше 70°С. К сухому остатку прибавляют 0,2 мл реактива Эрлиха. Смесь выдерживают при температуре 65°С на водяной бане в течение 5 мин. до появления розового окрашивания. Затем объем раствора доводят до 4 мл метанолом, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоколориметре при длине волны 490 нм.

Содержание экостима в пробе определяют по градуировочному графику в мкг.

#### 2.7. Обработка результатов анализа.

Содержание экостима в воздухе (X) в мг/м<sup>3</sup> рассчитывают по формуле:

$$X = A / V, \text{ где}$$

X - содержание препарата в воздухе, мг/м<sup>3</sup>;

A - количество препарата в пробе, найденное по калибровочному графику, мкг;

V - объем пробы воздуха, л, приведенный к стандартным условиям.

#### 3. Требования безопасности.

Выполняются в соответствии с «Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР № 2255-81 от 20.10.81.



### Алфавитный указатель

	стр.
1. 2-Амино-4,6-диметил-1,3-пиримидин	- 9
2. 2-Амино-4-диметиламино-6-хлор-1,3,5-триазин	- 16,21
3. 2-Метил-4-диметиламинометил-бензимидазол-5-ол-дигидрохлорид	- 5
4. 2-Метоксикарбонил-N-(4,6-диметил-1,3-пиримидин-2ил)-аминокарбонил-бензолсульфамид	- 45
5. 2-Метоксикарбонил-N-(4,6-диметил-1,3-пиримидин-2ил)-аминокарбонил-бензолсульфамид калиевая соль	- 45
6. 5-окси-1,3-бензоксатиолон -2	- 65
7. N - (4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2ил)-N' -(2,5-диметилфенил)сульфо-нилмочевина	- 70
8. N-оксид-2,6-лугидина и янтарной кислоты комплекс	- 36,40
9. Амбиол	- 5
10. Аминопиримидин	- 9
11. Аминофумаровой кислоты диметиловый эфир	- 27
12. Анкор-5	- 45
13. Анкор-85	- 45
14. Грамекс, метаболит и полупродукт синтеза	- 16,21
15. Дигидроаспарагиновой кислоты диметиловый эфир	- 27
16. Диниконазол	- 33
17. 1-Карбамоил-3(5)-метилпиразол	- 51
18. Каскад	- 73
19. Ленок	- 80,87
20. Люцис	- 36,40
21. ММП	- 51
22. Номолт	- 61
23. Павстим	- 54
24. Препарат-1	- 80,87
25. Соналан	- 97
26. Спайк	- 57
27. Суми-8	- 33
28. Тебутиурон	- 57
29. Тефлубензурон	- 61
30. Тиолон	- 65
31. Утнур	- 70
32. Флуфеноксурон	- 73
33. Фосфитов смесь	- 77
34. Фумар	- 27
35. Хардин	- 80,87
36. Хлорсульфурина калиевая соль	- 80,87
37. Экостим	- 94
38. Эталфлуралин	- 97
39. Эфаль-М, промежуточные продукты синтеза	- 77