

**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.кафедры ТСХА; Гиренко Д.Б.-к.х.н., зав.аналитической лаборатории УКР ВНИИГИМОКС; 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, агротехнических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза РФ и лабораторий других ведомств, занимавшихся определением остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и биопрепараторов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Методические указания утверждены 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 высокоеффективной 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 офтаниола-Т (по изо-фенифосу) 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 фосфамида в биологических средах методом тонкослойной хроматографии.	
	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 эфалия (этилфосфата алюминия и фосфористой кислоты) в растительных культурах, продуктах их переработки, воде, почве методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6132-91.....70...

Пиретроиды

10. Временные методические указания по определению изатрина в растительном материале методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, № 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. № 6093-91.....91...

12. Временные методические указания по определению суми-о в биологическом материале методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 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, № 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, № 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-дигидрина 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 лентаграна 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 харалли в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г., N 6102-91.....182...

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

29 июля 1991г., N 6107-91.....191...

25. Методические указания по определению эллипса 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 димилина 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 нафу 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 виджилла в воздухе рабочей зоны.

26 февраля 1991г, N 5325-91.....276....

3. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций глини 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 дикамбы в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.
29 июля 1991г, N 6117-91.....295.....
7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дикната и эдина 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, № 6085-91.....323.....
- 11.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций лондакса 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 офтаниола-Т (по изоферфосу) 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, № 6118-91.....349.....
- 16.Временные методические указания по измерению концентраций тиадиазола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии
29 июля 1991г. № 6084-91.....354.....
- 17.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций тотрила в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г. № 6089-91.....358.....
- 18.Временные методические указания по измерению концентраций фоликура в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии
29 июля 1991г, № 6112-91.....362.....
- 19.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фозилада в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, № 6088-91.....369.....
- 20.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций харэлли 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 эфалия в воздухе рабочей зоны фотометрическим и газохроматографическим методом.
29 июля 1991г, № 6120-91.....387.....

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

УТВЕРЖДЕНО МИНИСТЕРСТВОМ
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
29 июля 1991 год

№ 6077-91

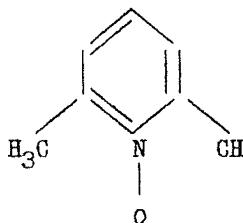
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ИВИНА И
ЕГО КОМПЛЕКСОВ В ВОДЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ

1. Краткая характеристика препарата

Торговое назначение: Ивин (1); потейтин (Ивин-ян) (2); капанин; (Ивин-Х); Ивин-П (4) ТУ 88 УССР 192-076-86.

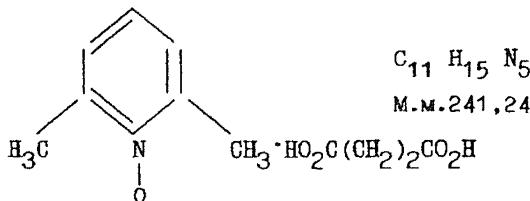
Химические названия:

(1) N-окись 2,6-лутидина (N-окись 2,6-диметилпиридина)



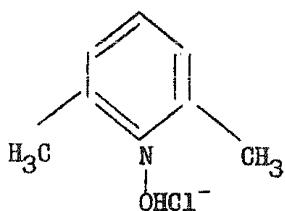
C₇ H₉ NO
М.м. 123,15

(2) комплекс N-окиси 2,6-лутидина с янтарной кислотой



Разработчики: Т.К. Николаенко, С.П. Пономаренко, Институт биоорганической химии Украинской АН, г. Киев

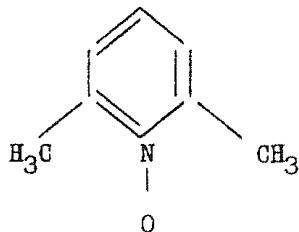
(3) -Комплекс N-окиси 2,6-лутидина с хлористоводородной кислотой



C₇ H₁₀ N O Cl

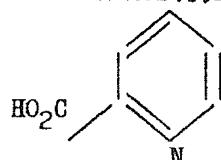
М.м.159,6

(4) -Комплекс N-окиси 2,6-лутидина с николиновой кислотой



C₁₃ H₁₄ N₂ O₃

М.м.246,27



Химически чистый препарат Ивин представляет собой бесцветную, прозрачную жидкость, со слабым специфическим запахом. Комплексы Ивина, вещества со специфическим запахом основного вещества (Ивина). Ивин хорошо растворим в воде, спирте, ацетоне и др. органических растворителях, гигроскопичен.

Комплексы Ивина растворимы в воде и спирте (метиловом и этиловом).

Препараты Ивина и его комплексы устойчивы в течение года при хранении в герметичной посуде, при температуре 20+5 °С. и влажности не более 80%.

Ивин и его комплексы малотоксичны:

Ивин - LD₅₀ при пероральном введении 1390 мг/кг для белых мышей; для крыс 1645 мг/кг.

Ивин-Ян-ЛД₅₀ для мышей при пероральном введении 4550 мг/кг.

Ивин-Х-ЛД₅₀ для мышей при пероральном введении 2450 мг/кг.

Ивин и его комплексы предложены как высокоеффективные регуляторы роста для овощных культур.

2.Методика определения ивина, комплексов ивина в воде

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод включает упаривание анализируемой пробы досуха в присутствии соляной кислоты на ротационном испарителе, вымывание препарата этиловым спиртом, упаривание спирта, нейтрализацию сухого остатка, экстрагирование бензолом и определение ТСХ.

2.1.2.Метрологическая характеристика

Нижний предел обнаружения,мг/л - 0,0006

Диапазон определяемых концентраций,мг/л - 0,0006-0,605

Среднее значение определения,С% - 90,1

Стандартное отклонение,С% ±7,0

Относительное стандартное отклонение Sr,% - 2,2

Доверительный интервал Δ % - + 4 (n=10)

2.1.3.Избирательность метода

Определению не мешают неорганические и органические примеси, присутствующие в воде.

2.2.Реактивы, растворы и материалы

Ивин и его комплексы, ТУ 88 УССР 192-076-86.

Бензол, чда , ГОСТ 5955-75.

Бутанол-1, чда , ГОСТ 6006-78.

Гидроксид калия, чда , ГОСТ 24363-80.

Дистиллированная вода , ГОСТ 6709-72.

Соляная кислота, кч , ГОСТ 3118-77.

Уксусная кислота, чда , ГОСТ 61-75, ледянная.

Этиловый спирт, ректификат, ГОСТ 5962-67.

Хроматографические пластиинки "Силуфол" UV 254 (ЧССР), размер

150x150 и 200x200мм.

Стандартные растворы Ивина в бензоле с содержанием 0,01 и 0,001 мг/мл. Навеску 100 мг Ивина, помещенную в мерную колбу из 100 мл, растворяют в бензоле. Рабочие растворы готовят разбавлением полученного 0,1% раствора. На хроматограмму наносят: 0,001% (0,01 мг/мл) раствор – 0,1 мл (1 мкг); 0,01 мл (0,1 мкг); 0,0001% (0,001 мг/мл) раствор – 0,5 мл (0,5 мкг); 0,1 мл (0,1 мкг); 0,05 мл (0,05 мкг).

Растворы стабильны в течение месяца при хранении в плотнозакрытой колбе при температуре 20 \pm 5 ° С.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Хроматоскоп со светофильтром 254 нм, ТУ 64-1-1618-77.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Камера для хроматографирования, ГОСТ 25336-82.

Весы ВЛП-200; МВ 20М; ГОСТ 24104-80.

Водоструйный насос, ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 мл и 25 мл.

Колбы круглодонные на шлифе, ГОСТ 25336-82, вместимостью 500 мл.

Колбы остродонные, ГОСТ 25336-82, вместимостью 50 мл.

Наплетки мерные, ГОСТ 20292-74, на 1,2,5 и 10 мл.

Микроналипетки, ГОСТ 20292-74, на 0,1 мл.

Микропипетки МП-1; МП-10, ТУ 2-833-106, на 1 мкл и 10 мкл.

Стеклянный фильтр ХУ-1 пор. 41, ГОСТ 25336-82.

2.4. Подготовка к определению

Подготовить пластиинки Силуфола UV 254 размером 5 x 10. На расстоянии 1,5 см от нижнего края пластиинки нанести осторожно, стараясь не повредить поверхность сорбента, линию старта и линию финиш (4 см от старта).

Хроматографическую камеру за 1 час до начала хроматографирования заполняют подвижной фазой до уровня 0,5-0,7 см. Для контроля насыщения

парами алкента в камеру можно опустить полоску фильтровальной бумаги шириной 5 см.

2.5. Отбор проб

Отбор проб проводится 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 от 21.08.79 № 2051-79. Отобранные пробы следует хранить в стеклянной таре в темном месте.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Вода

250 мл отобранный пробы помещают в круглодонную колбу на 500 мл. К пробе добавляют 0,2 мл НС1 конц. и упаривают досуха на ротационном испарителе. Из сухого остатка этиловым спиртом* вымывают хлористоводородную соль "Ивина" (5 мл; 3 мл; 3 мл). Упаривают этиловый спирт досуха, сухой остаток растворяют в 2 мл дистиллированной воды, нейтрализуют (или разлагают соль Ивина) водный раствор гидроксидом калия (добавляют 1-2 гранулы твердого КОН). Раствор фильтруют, используя стеклянный фильтр, промывают осадок (одновременно смывают колбу) бензолом (3 мл, 3 мл). Фильтрат переносят в делительную воронку, отделяют бензольный раствор, а водный еще дважды (2 мл; 2 мл) подвергают экстракции. Объединяют бензольные вытяжки, упаривают на роторном испарителе до объема 0,2-0,5 мл. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку. На ту же пластинку наносят стандартные растворы от 0,06-0,12 мкг "Ивина" и проводят хроматографирование в системе растворителей бутанол-1:уксусная кислота:вода (7:3:1). В случае получения интенсивного пятна пробы, следует пробу разбавить. После окончания процесса хроматографирования пластинку извлекают из камеры и сушат на воздухе.

* делается с целью уменьшения примесей

После удаления растворителя, хроматограмму наблюдают в ультрафиолетовом свете при 254 нм. "Ивина" обнаруживается в виде темных пятен на белом фоне $R_f=0,38+0,2$. Минимально открываемое количество на хроматограммах 0,04 мкг.

2.7. Обработка результатов

Количественное определение Ивина либо его комплексов проводят сравнив размеров пятен хроматографируемой пробы и стандартных растворов. Для расчета содержания Ивина и его комплексов в хроматографируемой пробе выбирают пятно стандарта, наиболее близкое по размерам к пятну пробы.

Расчет содержания Ивина либо его комплексов в литре раствора производят по формуле:

$$A = \frac{E}{V} \text{ мг/л; где}$$

A - содержание Ивина либо его комплекса в анализируемом растворе, мг/л;
 E - содержание Ивина (его комплекса) в анализируемом бензольном растворе, мкг;

V - объем анализируемой пробы, мл.

3. Требования безопасности

Весы и хроматоскоп должны быть заземлены. Работа с органическими растворителями и кислотами только в вытяжном шкафу.