

**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**

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в
качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ
РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕЙШНей СРЕДЕ

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в
качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва - 1988г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Агропрома СССР и лабораторий других министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и бионпрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками Госагропрома СССР

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМШиТИ им. Маршаковского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренкс, А.А.Калинина (зам. председателя), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, М.В.Писыменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

"23" мая 1985 г.

№3875

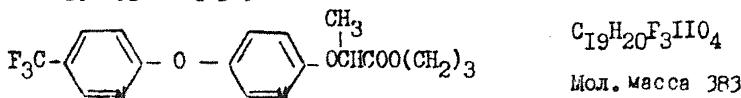
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ
ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ФЮЗИЛАДА В СВЕЖЕЕ МЕТОДОМ
ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

I. Краткая характеристика препарата

Форма препарата: 25% эмульгирующий концентрат.

Действующее вещество - бутил-2-(4-(5-трифторметилпиридин-2-окси)фенокси)пропионат

Структурная формула



Бесцветная светло-желтого цвета; температура кипения 170°C при 0,5 мм рт.ст.; плотность 1,21 г/см³, устойчив 6 месяцев при температуре 37°C; растворимость: в воде-2 мг/л, в пропилен-гликоле-20 мл/л, полностью смешивается с ацетоном, циклогексаном, гексаном, метанолом, ксилолом, CH₂Cl₂.

Препарат малотоксичен для млекопитающих, LD₅₀ для крыс при пероральном введении 3328 мг/кг.

Фюзилад применяется для борьбы с однолетними и многолетними злаковыми сорняками, как послевсходовый гербицид на посевах са-

харной свеклы, подсолнечника и др. овощных культур.

2. Методика определения фюзилада в свекле методом газо-
жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении фюзилада из растительного материала (свеклы) гексаном, очистке от примесей на силюфоле при развитии хроматограммы (дважды) бензолом, извлечении с поверхности силюфола этианолом, переводе в гексан и хроматографическом определении.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Наименование действующего вещества - бутил-2(2-(5-трифторметил пиридин-2-окси)фенокси)пропионат

Число параллельных определений - 5

Размах варьирования - 77-83%

Среднее значение определения - 78,4%

Стандартное отклонение - 3,13%

Относительное стандартное отклонение - 3,99%

Доверительный интервал - 3,86

Предел обнаружения - 0,01 мг/кг.

2.1.3. Избирательность метода

Другие гербициды, применяемые для выращивания свеклы, определению не мешают (бетанол, бетанеко, голтико, лонтрел).

2.2. Реактивы и растворы

н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Натрий сернокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

Бензол, хч., ГОСТ 5955-81

Спирт этиловый, 96%-ный ТУ 6-09-1710-77

Силюфол, ЧССР

Фаза - Хроматон-КЛ-супер 3% ХЕ-60 (0,16-0,20 мм)

Стандартный раствор готовится растворением 100 мкг химически чистого бутил-2(4-(5-трифторметил пиридин-2-окси)фенокси)пропионата в 100 мл гексана (1 мг/мл). При необходимости приготавляется промежуточный раствор, содержащий 0,1 мг/мл.

2.3. Приборы и посуда

Прибор для отгонки растворителей ИР-ИМ, ТУ 25-И-917-74

Колбы конические емк. 100 мл, ГОСТ 10394-72

Воронки химические, ГОСТ 8613-75

Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72

Капилляры, микролипетки, ГОСТ 20-292-74

Фильтры бумажные, ТУ 6-09-1678-77

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74

Шприц емк. 10 мл, ТУ 2-833-106

Хроматограф "Цвет-106" с детектором по захвату электронов (ДЭЭ)

Азот газообразный, особой чистоты, содержание O_2 не более

0,003%, ГОСТ 9293-74

2.4. Отбор, хранение и доставка проб

2.4.1. Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.79 за №2051-79

Пробу свеклы 100-200 г очищают, доводят до пищевого вида, измельчают ножом или на мясорубке и отбирают среднюю пробу 25-50 г.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция препарата из анализируемой пробы

Измельченную навеску 25-50 г помещают в коническую колбу, заливают гексаном на ночь. Количество свеклы зависит от предпо-

лагаемого содержания фюзилада в пробе. При малых содержаниях навеска составляет 50 г, при больших содержаниях пелесообразно уменьшить до 25 г свеклы. Проба заливается гексаном в количестве 25–30 мл, в зависимости от навески пробы и оставляется на ночь; при взбалтывании продолжительность экстракции сокращается до двух часов.

Гексановый экстракт отделяют от массы фильтрованием через бумажный фильтр со слоем натрия сернокислого безводного 5 г и упаривают до 0,5 мл на ротационном испарителе при температуре 68⁰С.

2.5.2. Проведение определения

Упаренный экстракт 0,5 мл количественно стеклянным капилляром или микропипеткой переносится на пластинку "Силуфол".

Ширина пластины 20 мм, высота 150 мм. Нанесение производится в 5 точек по горизонтали на высоте 15 мм от края пластины. Расстояние между точками по 3 мм.

Затем, для очистки от сопутствующих веществ, содержащихся в свекле и мешающих определению, производят хроматографирование полученной пробы. Хроматограмму дважды разывают в бензоле с подсушиванием при температуре 70–90⁰С.

Опыт показывает, что фюзилад движется с R_f от 0,18 до 0,21, а сопутствующие вещества, содержащиеся в свекле, делятся на три части: одна из них движется с $R_f = 0,-0,11$, другая движется с R_f от 0,32 до 0,55, третья часть веществ движется вместе с фюзиладом. Для очистки пробы от этих веществ применяется второй этап очистки. Тонкий слой силуфола на расстоянии от 12 мм до 30 мм от точек нанесения пробы, с зоной локализации фюзилада счищается в пробирку, заливается этанолом (примерно 1 мл). Экстракция длится 40–60 мин при периодическом встряхивании или помешивании. Содержимое пробирки фильтруют через бумажный фильтр, пробирку обмывают этанолом. Общее количество этанола (на все операции)

не превышает 5 мл. Затем этианоловый экстракт упаривают досуха в пробирке током воздуха. Оставшийся в пробирке флюзилад растворяют количественно (0,5 мл) в гексане 5-10 мин, периодически встряхивая и аликвота вводится в хроматограф.

2.5.3. Газожидкостная хроматография

Для анализа используется н-гексановый экстракт пробы 0,5 мл, полученный как описано в п.2.5.2. В испаритель хроматографа вводят 10 мкл экстракта и анализируют в условиях: колонка стеклянная 2x3 мм; носитель Хроматон N-супер (0,16-0,20 мм); неподвижная фаза-3% ХЕ-60; скорость азота 21 мл/мин; температура колонки 175⁰С; температура испарителя 200⁰С; температура детектора 180⁰С; рабочая шкала электрометра 200x10⁻¹²а; время удерживания II'45", при указанных условиях хроматографирования.

2.6. Обработка результатов

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков, расчет ведут по формуле:

$$X = \frac{A \cdot H_2 \cdot Y_1 \cdot Y}{H_1 \cdot Y_2 \cdot P} , \text{ где}$$

X - содержание гербицида в пробе, мг/кг;

A - количество гербицида в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг/мл;

Y₁ - объем стандартного раствора гербицида, введенного в хроматограф, мкл

H₁ - высота пика стандартного раствора гербицида, мм;

H₂ - высота пика гербицида в пробе, мм;

Y₂ - объем пробы, введенной в хроматограф, мкл;

Y - общий объем экстракта после упаривания и разведения, мл;

P - масса анализируемой пробы, г.

3. Требования безопасности

Соблюдаются требования безопасности, рекомендуемые для работы с органическими растворителями и токсическими веществами.

4. Методические указания разработаны к.т.н. Криволуцким К.В., к.б.н. Примаком А.П., Тулуповой С.В., Всесоюзный научно-исследовательский институт селекции и семеноводства овощных культур, г.Москва.

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

| | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|----|
| 1. Временные методические указания по определению актэллика и базудина в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии | 22 мая 1985 г. №3888-85 | 3 |
| 2. Временные методические указания по определению актэллика в биологическом материале хроматографическими методами (дополнение к №2085-79) | 21 ноября 1985 г. №4038-85 | II |
| 3. Методические указания по определению диfosса (абата) в продуктах растениеводства методом тонкослойной хроматографии (дополнение к №1350-75 от 22.09.75 г.) | 22 мая 1985 г. №3886-85 | 19 |
| 4. Методические указания по определению примидида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии | 21 ноября 1985 г. №4028-85 | 24 |
| 5. Методические указания по определению сульфидофоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии | 3 января 1985 г. №3198-85 | 33 |
| 6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорофоса в картофеле хроматоэнзимным методом (дополнение к №3185-85 от 03.01.85 г.) | 22.05.85 г. №3895-85 | 39 |

стр.

Хлорорганические пестициды

| | | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|----|
| 7. Временные методические указания по определению <u>блазера</u> в воде, почве, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое | 27 ноября 1984 г. №3156-84 | 43 |
| 8. Временные методические указания по определению <u>дилора</u> в меде методом тонкослойной хроматогра- фии | 22 мая 1985 г. №3884-85 | 51 |
| 9. Временные методические указания по хроматогра- фическому определению <u>ДЦ</u> в воде | 22 мая 1985 г. №3876-85 | 57 |
| 10. Временные методические указания по определению <u>модауна</u> в воде и почве газожидкостной хромато- графией | 21 ноября 1985 г. №4030-85 | 60 |
| 11. Методические указания по определению <u>тиодана</u> и продуктов его превращения в воде хроматогра- фическими методами | 21 ноября 1985 г. №4035-85 | 64 |
| 12. Временные методические указания по определению триаллата методом газожидкостной хроматографии в воде, почве и зерне пшеницы | 21 ноября 1985 г. №4032-85 | 73 |
| 13. Временные методические указания по определению методами ГЖХ и ТСХ <u>аналога ивенильного гормона</u> <u>п-хлорбензилового эфира гераниола</u> в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях | 12 апреля 1985 г. №3254-85 | 81 |

стр.

| | | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|-----|
| 14. Временные методические указания по определению остаточных количеств <u>фюзилада</u> в свекле методом газожидкостной хроматографии | 22 мая 1985 г. №3875-85 | 88 |
| 15. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ | 21 ноября 1985 г. №4031-85 | 93 |
| 16. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (<u>α</u> -изомера ГХГР, <u>γ</u> -изомера ГХГР, гептахлора, алльдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии | 1 июля 1986 г. №4120-86 | 99 |
| <u>Азотсодержащие пестициды</u> | | |
| 17. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГЖХ и ТСХ | 21 ноября 1985 г. №4029-85 | 113 |
| 18. Методические указания по определению <u>лифенамила</u> в воде в воде методом тонкослойной хроматографии | 21 ноября 1985 г. №4033-85 | 123 |
| 19. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропикуслоты в почве методом газожидкостной хроматографии | 31 июля 1984 г. №3072-84 | 127 |

отр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 136
21. Методические указания по определению монурона и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 142
22. Временные методические указания по определению набу в воде, почве, капусте, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое 22 мая 1985 г. №3880-85 148
23. Временные методические указания по определению раундала в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)
21 ноября 1985 г. №4034-85 156
24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами
3 января 1985 г. №3200-85 162
25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ТСХ 22 мая 1985 г. №3894-85 167
26. Временные методические указания по определению стомпа методом ТСХ в табаке
12 апреля 1985 г. №3252-85 171
27. Методические указания по определению тилта в растениях, почве, воде методом газожидкост-

стр.
стр.

| | | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--|-----|
| ной хроматографии | | |
| 3 января 1985 г. № 3190-85 | | 179 |
| 28. Методические указания по определению триадимина- фона (байлетона) методом ТСХ в воде | | |
| 22 мая 1985 г. № 3892-85 | | 184 |
| 29. Методические указания по определению фенмедифамина и десмединамина в воде природных водоемов ТСХ | | |
| 21 ноября 1985 г. № 4036-85 | | 189 |
| <u>Прочие пестициды</u> | | |
| 30. Временные методические указания по определению оста- точных количеств арилона по бензолсульфонамиду в зер- нах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией | | |
| 21 ноября 1985г. № 4057-85 | | 196 |
| 31. Методические указания по определению гидразида мале- иновой кислоты в табаке колориметрическим методом | | |
| 12 апреля 1985г. №3251-85 | | 204 |
| 32. Методические указания по определению диметилсуль- фоксида и его метаболита диметилсульфона методом газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, кар- тофеле и зеленой массе | | |
| 28 мая 1986 г. № 4119-86 | | 211 |
| 33. Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата 320-К в зерне и воде тонкослойной хроматографией | | |
| 22 мая 1985 г. № 3890-85 | | 217 |
| 34. Временные методические указания по определению <u>ДРХ-4189 (ГЛИН)</u> в воде, почве, растительном мате- риале методом газожидкостной хроматографии | | |
| 22 мая 1985г. № 3865-85 | | 225 |

Методические указания по определению пестицидов в воздухе

35. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетала и его продукта II-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанила в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4027-85 230
36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препартивной формы АИГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4025-85 235
37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилгексаноата и геранилооктаноата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4024-85 239
38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалериата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4026-85 243
39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2,4-Д в воздухе рабочей зоны 1 июля 1986 г. №4122-86 247
40. Временные методические указания по определению дактала в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом 22 мая 1985 г. №3882-85 254
41. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации диметилсульфата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4021-85 260

стр.

42. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дозанекса, 3-хлор-4-метоксианилида, 3-хлор-4-метоксинитробензола в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4017-85 266
43. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций изина в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4127-86 275
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленапиля в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4125-86 279
45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций линурона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4020-85 284
46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций лонтреля в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4016-85 288
47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлораля в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций никала в воздухе рабочей зоны
22 мая 1985 г. №3881-85 307

стр.

49. Временные методические указания по измерению концентрации в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами
22 мая 1985 г. №3887-85 315
50. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации пентахлорнитробензола в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4041-85 322
51. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ресина в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4126-86 327
52. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ромуцила в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4018-85 331
53. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций триадимефона (байлетона) в воздухе рабочей зоны
22 мая 1985 г. №3893-85 335
54. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хостаквика в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4124-86 340
55. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации фозалона и полупродуктов его производства бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

56. Временные методические указания по фотометрическому измерению концентрации препарата ЭБФ-5 в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. № 4023-85 350
57. Методические указания по определению лепидоцида на обработанных им растениях иммунофлюоресцентным методом
22 мая 1985 г. № 3891—85 355

Л-39603 от 12.02.88. Зак. 1327. Тир. 2000 экз. Объем 23 п. л.
Формат 60×84/16 Ротапринт

Москва. Типография ВАСХНИЛ