

Государственное
санитарно-эпидемиологическое
нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ
КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ,
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ
СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ
ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1025—1026—01
МУК 4.1.1130—1152—02
МУК 4.1.1154—1165—02

Выпуск 1

МОСКВА
2004

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний

**МУК 4.1.1025—1026—01;
МУК 4.1.1130—02—4.1.1152—02;
МУК 4.1.1154—02—4.1.1165—02**

Выпуск 1

ББК 51.23

О60

О60 Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004.—352 с.

ISBN 5—7508—0491—7

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (чл.-корр. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. Довгилевич А. В.); Всероссийским НИИ фитопатологии (А. М. Макеев и др.); Всероссийским НИИ защиты растений (В. И. Долженко и др.); Санкт-Петербургским НИИ лесного хозяйства (Маслаков С. Е., Л. В. Григорьева и др.), при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов).

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Минздраве России.

3. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 5—7508—0491—7

© Минздрав России, 2004

**© Федеральный центр госсанэпиднадзора
Минздрава России, 2004**

Содержание

| | |
|---|-----|
| Измерение концентраций Ципродинила в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1025—01 | 5 |
| Определение остаточных количеств Ципродинила в воде, почве, яблоках, грушеах и косточковых методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1026—01 | 13 |
| Определение остаточных количеств Ацетамиприда в воде, почве, огурцах, томатах, клубнях и ботве картофеля, зерне и соломе пшеницы и в кормовом разнотравье методом высокоеффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1130—02 | 22 |
| Измерение концентрации Ацетамиприда в воздухе рабочей зоны методом высокоеффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1131—02 | 36 |
| Определение остаточных количеств 2,4-Д в воде, зерне, соломе зерновых культур и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1132—02 | 42 |
| Определение остаточных количеств этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1133—02 | 52 |
| Измерение концентраций этилгексилового эфира 2,4-Д в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1134—02 | 57 |
| Определение остаточных количеств карфентразон-этила в воде и его метаболита карфентразона в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1135—02 | 64 |
| Измерение концентраций карфентразон-этила методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1136—02 | 76 |
| Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила по его основному метаболиту квизалофоп-свободной кислоте в воде, почве, в семенах и масле льна, сои, подсолнечника и в соломке льна методом газожидкостной хроматографии МУК 4.1.1137—02 | 82 |
| Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и лука методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1138—02 | 100 |
| Измерение концентраций Квизалофоп-П-тефурила в воздухе рабочей зоны методом высокоеффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1139—02 | 111 |
| Определение остаточных количеств Люfenурана в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоеффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02 | 118 |
| Измерение концентраций Люfenурана в воздухе рабочей зоны методом высокоеффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1141—02 | 128 |
| Определение остаточных количеств Тиаметоксама и его метаболита (ЦГА 322704) в воде, почве, картофеле, зерне и соломе зерновых колосовых культур, яблоках, огурцах, томатах, перце, баклажанах, горохе и сахарной свекле методом высокоеффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1142—02 | 134 |
| Измерение концентраций Тиаметоксама методом высокоеффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе: МУК 4.1.1143—02 | 148 |
| Определение остаточных количеств Трифлусульфурон-метила в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоеффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1144—02 | 155 |
| Измерение концентраций Трифлусульфурон-метила в воздухе рабочей зоны методом высокоеффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1145—02 | 166 |

| | |
|---|-----|
| Определение остаточных количеств Фамоксадона в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе, соломе и зерне зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1146—02..... | 174 |
| Измерение концентраций Фамоксадона (ДРХ-JE 874) в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии МУК 4.1.1147—02 | 186 |
| Определение остаточных количеств Флудиоксонила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне и соломе хлебных злаков, зерне кукурузы, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1148—02 | 194 |
| Определение остаточных количеств Цимоксанила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, ягодах винограда, плодах огурца хроматографическими методами: МУК 4.1.1149—02 | 212 |
| Измерение концентраций Цимоксанила методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1150—02 | 225 |
| Определение остаточных количеств Циперметрина в шампиньонах методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1151—02 | 232 |
| Измерение концентраций Этоксилата изодецилового спирта (ТРЕНДА 90) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.1152—02..... | 238 |
| Газохроматографическое измерение массовой концентрации Ацетохлора в атмосферном воздухе: МУК 4.1.1154—02..... | 244 |
| Измерение концентраций Ацифлуорфена в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами: МУК 4.1.1155—02 | 254 |
| Измерение концентраций бенсульфурон-метила в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1156—02 | 267 |
| Измерение концентрации бета-цифлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1157—02 | 275 |
| Измерение концентрации Бромоксинил октаноата в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1158—02 | 282 |
| Измерение концентраций Бромуконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1159—02 | 289 |
| Измерение концентраций Диметипина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1160—02 | 296 |
| Измерение массовой концентрации Карбендазима в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1161—02 | 303 |
| Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1162—02..... | 316 |
| Измерение концентраций Метосулама в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1163—02 | 326 |
| Измерение концентраций Прохлораза в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1164—02 | 334 |
| Измерение массовой концентрации тетраконазола методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1165—02..... | 343 |

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здраво-
охранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенк

Дата введения: 1 января 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций Этоксилата изодецилового спирта (ТРЕНДА 90) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

Методические указания МУК 4.1.1152—02

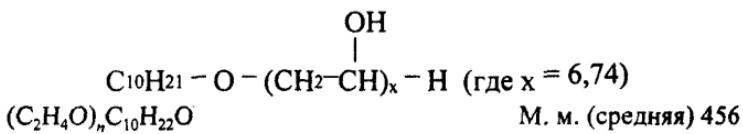
1. Вводная часть

Фирма производитель: Дюпон де Немур (Швейцария).

Торговое название: ТРЕНД 90.

Действующее вещество: этоксилат изодецилового спирта.

Альфа-изодецил-омега-гидроксиполи(оксиэтилен).



Прозрачная жидкость с легким запахом.

Точка помутнения (для 1 %-ного водного раствора): 52—57 °C.

Температура потери текучести: —17 °C.

Давление паров при 37,8 °C: 3,3 кПа.

Хорошо растворим в воде, изопропаноле и этаноле, не растворим в кисилоле и минеральном масле. pH 1 %-ного водного раствора (25 °C) 5—7.

Плотность при 25 °C: 0,99—1,01.

Может присутствовать в воздухе рабочей зоны в виде паров и аэрозолей.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность:

LD₅₀ для крыс самцов — 3 340 мг/кг, самок — 1 720 мг/кг;

Острая дермальная токсичность:

LD₅₀ для кроликов – более 2 020 мг/кг;

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 1,0 мг/м³.

Область применения препарата

ТРЕНД 90 применяется в качестве активатора для ряда гербицидов, вносимых после появления всходов сорняков – ТИТУС, с. т. с. (250 г/кг), ХАРМОНИ, с. т. с. (750 г/кг), ГРАНСТАР, с. т. с. (750 г/кг), ЛОНДАКС, с. т. с. (600 г/кг), КАРИБУ, с. п. (500 г/кг).

Этоксилат изодецилового спирта уменьшает поверхностное натяжение побегов растений, обеспечивая образование однородной пленки на поверхности листьев, что улучшает адгезию гербицида и его адсорбцию листвой. За счет этого препарат повышает гербицидный эффект и скорость воздействия, что особенно важно в период замедленного роста (связанного с сухой и/или холодной погодой), а также для сорняков, смачивание которых затруднено.

2. Методика измерения концентраций Этоксилата изодецилового спирта в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении вещества спектрофотометрическим методом по реакции взаимодействия с *n*-диметиламинобензальдегидом после кипячения в концентрированной серной кислоте.

Отбор проб воздуха осуществляется концентрированием в серную кислоту. Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии компонентов препартивной формы ТРЕНДА 90, а также гербицидов, применяемых при возделывании зерновых культур.

Измерению не мешают метиловый и этиловый спирты, их сложные эфиры, формальдегид, ацетальдегид и окись этилена. Определению мешают высшие жирные спирты и их эфиры, фенолы и ацетон, если количество последнего в 10 раз превышает содержание этоксилата изодецилового спирта в пробе.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода ($P = 0,95$)

Число параллельных определений 6

МУК 4.1.1152—02

| | |
|---|--|
| Предел обнаружения в анализируемом объеме | 5 мкг |
| Предел обнаружения в воздухе | 0,35 мг/м ³ (при отборе 16 воздуха) |
| Диапазон определяемых концентраций | 0,35—7,0 мг/м ³ |
| Среднее значение определения | 96,81 % |
| Стандартное отклонение (S) | 6,94 % |
| Относительное стандартное отклонение (DS) | 2,90 % |
| Доверительный интервал среднего | 7,46 % |
| Суммарная погрешность измерения | не превышает 16 % |

2.2. Реактивы, растворы и материалы

| | |
|---|-----------------|
| Этоксилат изодецилового спирта, дв 99,8 % | |
| Серная кислота для пробы Савалля, чда | ГОСТ 4204—77 |
| <i>n</i> -Диметиламино-бензальдегид, чда | |
| свежеприготовленный 5 %-ный раствор | |
| в концентрированной серной кислоте | ТУ 6-09-3272—77 |

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

| | |
|---|------------------|
| Аспирационное устройство типа ЭА-1 или аналогичное | ТУ 25-11-1414—78 |
| Барометр | ТУ 2504-1797—75 |
| Весы аналитические типа ВЛА-200 | ГОСТ 34104—80Е |
| Водяная баня | |
| Спектрофотометр с переменной длиной волн типа СФ-46 или аналогичный | ГОСТ 15150—69 |
| Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °C, пределы измерения 0—55 °C | ГОСТ 215—73Е |
| Колбы мерные, вместимостью 50 и 100 мл | ГОСТ 1770—74 |
| Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл | ГОСТ 20292—74 |
| Поглотительные приборы Рихтера | ТУ 25-11-1081—75 |
| Пробирки колориметрические, стеклянные, высотой 150 мм, внутренним диаметром 10—12 мм | ГОСТ 25336—82Е |
| Воронки химические, конусные, диаметром 34—40 мм | ГОСТ 25336—82 Е |
| Груша резиновая | |

2.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха рабочей зоны следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

В течение 16 мин последовательно отбирают 2 пробы, для чего воздух с объемным расходом 2 л/мин аспирируют в течение 8 мин через поглотительный прибор Рихтера, содержащий 5 мл концентрированной серной кислоты.

Отобранные пробы хранятся при комнатной температуре не более 6 часов.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Приготовление стандартных растворов

Для приготовления основного стандартного раствора этоксилата изодецилового спирта на аналитических весах взвешивают мерную колбу вместимостью 100 мл, вносят в нее 0,1 мл этоксилата изодецилового спирта, повторно взвешивают и доводят концентрированной серной кислотой до метки. По разности между вторым и первым весом определяют массу навески этоксилата изодецилового спирта и вычисляют его содержание в 1 мл раствора. Стандартный раствор устойчив 1 сутки.

Стандартный раствор № 1 с содержанием 100 мкг/мл готовят соответствующим разведением основного стандартного раствора концентрированной серной кислотой в мерной колбе вместимостью 100 мл.

Для приготовления стандартного раствора № 2 с содержанием 10 мгк/мл в мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 10 мл стандартного раствора № 1 и доливают концентрированной серной кислотой до метки.

Стандартные растворы №№ 1 и 2 устойчивы в течение 4 часов.

2.5.2. Построение градуировочного графика

Градуировочный график строится на основании шкалы стандартов, приготовленной в колориметрических пробирках в соответствии с табл. 1.

Таблица

Приготовление шкалы стандартов

| Компоненты градуировочных растворов, их объем | № градуировочных растворов | | | | | |
|---|----------------------------|------|-----|-----|------|-----|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Стандартный раствор № 2, мл | 0,0 | 2,25 | 4,5 | — | — | — |
| Стандартный раствор № 1, мл | — | — | — | 0,9 | 2,25 | 4,5 |
| Серная кислота, конц., мл | 4,5 | 2,25 | — | 3,6 | 2,5 | 0,0 |
| Содержание этоксилата изодецилового спирта, мкг | 0 | 5 | 10 | 20 | 50 | 100 |

В каждую пробирку шкалы стандартов вносят по 0,5 мл свежеприготовленного 5 %-ного раствора *n*-диметиламинобензальдегида в концентрированной серной кислоте, перемешивают и выдерживают 15 мин на кипящей водяной бане.

По охлаждении растворы фотометрируют при 465 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно градуировочного раствора № 1.

Окраска растворов устойчива 24 часа.

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности раствора (ед. ОП), или его пропускания (%), от содержания этоксилата изодецилового спирта в пробе (мкг).

2.6. Описание определения

Содержимое поглотительных приборов (4,5 мл концентрированной серной кислоты*) переносят в колориметрические пробирки. В каждую пробирку вносят по 0,5 мл свежеприготовленного 5 %-ного раствора *n*-диметиламинобензальдегида в концентрированной серной кислоте, перемешивают и выдерживают 15 мин на кипящей водяной бане.

По охлаждении растворы фотометрируют при 465 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно нулевой пробы (градуировочный раствор № 1). Окраска растворов устойчива 24 часа.

2.7. Обработка результатов анализа

Содержание этоксилата изодецилового спирта рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C W_o}{W_a V_{20}}, \text{ где}$$

* объем пробы, реально возможный для перенесения.

X – содержание этоксилата изодецилового спирта в пробе воздуха
мг/м³;

C – содержание этоксилата изодецилового спирта в пробе, найден-
ная по градуировочному графику, мкг;

W_o – общий объем пробы, мл;

W_a – объем пробы, взятой для анализа.

V_{20} – объем пробы воздуха, отобранного для анализа, приведенного к
стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), дм³.

3. Требования техники безопасности

Следует соблюдать общепринятые регламенты безопасности при работе с кислотами, токсичными веществами, электронагревательными приборами в соответствии с «Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемиологического режима и личной гигиены при работе в лечебных и санитарно-эпидемиологических учреждениях системы МЗ СССР» (№ 2455-81 от 20.10.81).

Особая осторожность необходима при отборе проб воздуха, транспортировке поглотителей с концентрированной серной кислотой, а также приготовлении растворов.

4. Разработчики

Ракитский В. Н., член-кор. РАМН, проф., Федорова Н. Е., д. б. н.,
Юдина Т. В., проф., д. б. н.

Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Мин-
здрава (ФНЦГ им. Ф. Ф. Эрисмана).

141000, г. Мытищи Московской обл., ул. Семашко, д. 2.

Телефон: (095) 586-12-76.

**Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых
продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах
окружающей среды**

**Сборник методических указаний
Выпуск 1**

Редакторы Акопова Н. Е., Кожока Н. В., Кучурова Л. С., Максакова Е. И.
Технические редакторы Климова Г. И., Ломанова Е. В.

Подписано в печать 29.01.04

Формат 60x88/16

Печ. л. 22.0

Тираж 1500 экз.

Заказ 6417

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом
Федерального центра гигиенического контроля Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11
Отделение реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано в филиале Государственного ордена Октябрьской Революции
ордена Трудового Красного Знамени Московского предприятия
«Первая Образцовая типография» Министерства Российской Федерации
по делам печати, телерадиовещания и средств массовых коммуникаций
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10, тел.: 235-20-30