

**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 ННХСЗР; Калинин В.А. — к.с.н., профессор, зав. кафедрой ТСХА; Гиренко Д.Б. — к.х.н., зав. аналитической лабораторией УНР 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-*о* 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 лентарграна 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 харавли 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 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 нафталявого 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 дикамбы в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.  
29 июля 1991г, N 6117-91.....295.....
7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дикната и адилла 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 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 офтанола-Т (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 коонцентраций тиадиа-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

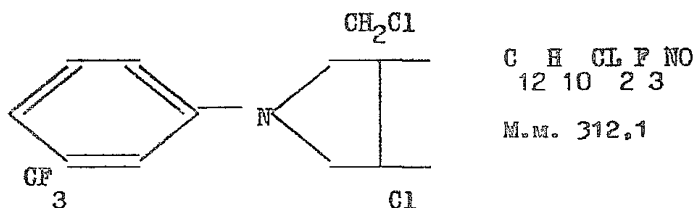
Утверждено Министерством  
здравоохранения СССР  
"29" июля 1991 г  
№ 6074-91

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-(м-трифторметилфенил)-3-хлор-4-хлорметил-  
пирролидон-2

Структурная формула



1.2. Синонимы: флуорхлоридон

1.3. В чистом виде — белое кристаллическое вещество без запаха, температура плавления 79-80,5<sup>0</sup>С. Растворим в ацетоне, растворимость в воде 28 мг/л. ЛД<sub>50</sub> — 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 п-гексане ацетонитрилом, промывке экстракта смесью растворителей п-гексан-диэтиловый эфир, рекстракции препарата из разбавленного ацетонитрильного раствора в п-гексан и определении методом газожидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации.

---

Разработчик: Ю.С. Баранов, ВНИИ эфиромасличных 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, тетрал, динитроанилины, нитродифениловые эфиры.

### 2.2. Реактивы и растворы

п-Гексан, ТУ 6-09-3375-78.

Ацетонитрил, ч, ТУ 6-09-3534-87.

Натрий сернокислый 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 ВЛТ-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 300-400<sup>0</sup>С.Хроматографическую колонку кондиционировать в режимных 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. Реекстрагируют реисер 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 реекстракции из водного ацетонитрила, концентрируют до 10 мл и переносят на предварительно промытую н-гексаном хроматографическую колонку (200х15 мм) заполненную 10г оксида алюминия и 3 г безводного сульфата натрия (слой сульфата натрия располагается над оксидом алюминия). Элюируют реисер 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 <sup>-12</sup>	0,1-10 <sup>-12</sup>
Рабочая шкала электрометра, а	20x10	20x10

## 2.7. Обработка результатов анализа

Количественный расчет препарата в анализируемой пробе проводят по формуле:

$$X = \frac{H \times V_1}{V \times K_A}$$

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

V<sub>1</sub> - объем анализируемой пробы, мл;

V<sub>2</sub> - объем инъецируемой пробы, мкл;



H - высота пика препарата в анализируемой пробе, мм;

A - навеска, г.

K - калибровочный коэффициент, который определяется по формуле:

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

H<sub>1</sub> H<sub>2</sub> H<sub>п</sub> - высота пиков стандартного раствора рейсера, мм;

V<sub>1</sub> V<sub>2</sub> V<sub>п</sub> - 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.