

**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.....

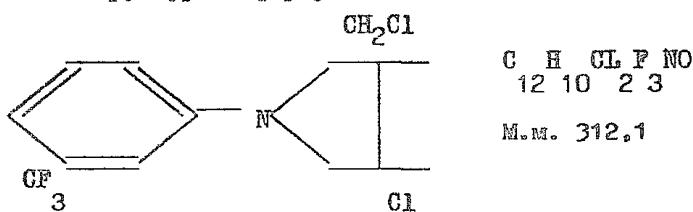
ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ РЕЙСЕРА
В ЭФИРНЫХ МАСЛАХ ЛАВАНДЫ И МИНЫ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ (дополнение к № 4446-87)

1. Краткая характеристика препарата

1.1. Химическое название: 1-(*m*-трифторметилфенил)-3-хлоро-4-хлорметил-
пирролидон-2

Структурная формула



1.2. Синонимы: Флуроклоридон

1.3. В чистом виде - белое кристаллическое вещество без запаха, температура плавления 79-80,5⁰С. Растворим в ацетоне, растворимость в воде 28 мг/л. ЛД -3450 мг/кг. Выпускается в виде 25% к.в., рекомендуется для борьбы с сорняками на лаванде настоящей и мяте перечной.

2. Методика определения в эфирных маслах газожидкостной хроматографии

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-диметиловый эфир, разэкстракции препарата из разбавленного ацетонитрильного раствора в п-гексан и определении методом газожидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Разработчик: В.С.Баранов, ВНИИ эфиромасложиды культур, г. Симферополь

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Минимально детектируемое количество рэйсера 0,1 нг.

Нижний предел определения в эфирном масле 0,01 мг/кг.

Среднее значение определения при $n=5$, $a=0,95; 78,3\%$.

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, симтиазины, ронстар, тетраал, 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.

Рэйсер - 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 типа КНКШ, ГОСТ 25336-82;
Колбы грушевидные остродонные типа ОКШ, ГОСТ 25336-82;
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, на 1000 мл;
Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1 и 10 мл;
Микромашин для хроматографии МШ-10М, ТУ 2-833-106;
Весы лабораторные ВЛКТ-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 300-400⁰С. 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. Реэкстрагируют рейсер н-гексаном. Зх50 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 аликвоту вводят в испаритель хроматографа.

Для экстрактовых масел, содержащих большое количество восков, проводят дополнительную очистку на колонке алюминия. Для этого н-гексановый раствор после реэкстракции из водного ацетонитрила, концентрируют до 10 мл и переносят на предварительно промытую н-гексаном хроматографическую колонку (200x15 мм) заполненную 10г оксида алюминия и 3 г безводного сульфата натрия (слой сульфата натрия располагают над оксидом алюминия). Элюируют рейсер 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 колонок, 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 ⁻¹²	0,1-10 ⁻¹²
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 реинсера в пробе, мг/кг;

V₁ - объем анализируемой пробы, мл;

V₂ - объем инъектируемой пробы, мкл;

Н - высота пика препарата в анализируемой пробе, мм;

А - навеска, г.

К - калибровочный коэффициент, который определяется по формуле:

$$K = \frac{1}{n} \left[\frac{H_1}{C \times V_1} + \frac{H_2}{C \times V_2} + \frac{H_n}{C \times V_n} \right]$$

H_1 H_2 H_n - высота пиков стандартного раствора рейсера, мм;

V_1 V_2 V_n - 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.