

**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 биопрепаратов 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

	стр.
Хлорорганические пестициды	
1. Методические указания по групповой идентификации хлорорганических пестицидов и их метаболитов в биоматериале, продуктах питания и объектах окружающей среды методом адсорбционной высокоеффективной жидкостной хроматографии.	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., № 6117-91.....295.....
7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дикната и эдина в воздухе рабочей зоны.  
29 июля 1991г., № 6154-91.....300.....
8. Методические указания по измерению концентраций С<sub>7</sub> – С<sub>9</sub> – эфиры 2,4-ДМ; 2,4-Д и 2,4,5 – ТП- кислот в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.  
29 июля 1991г., № 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., № 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., № 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., № 6116-91.....334.....
- 13.Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций омайта в воздухе рабочей зоны.  
29 июля 1991г., № 6269-91.....339....
- 14.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций офтаниола-Т (по изоферфосу) в воздухе рабочей зоны  
29 июля 1991г., № 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 коонцентраций тиадиа-  
золя 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

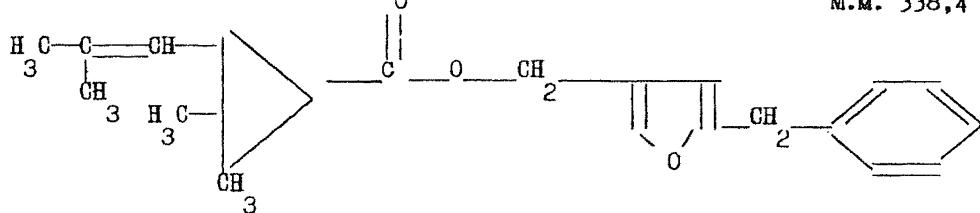
"29" июля 1991 г.

№ 6070-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ  
ИЗАТРИНА В РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ МЕТОДОМ  
ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1. Краткая характеристика препарата

$C_{22}H_{26}O_3$   
М.м. 338,4



Изатрин (рессетрин, бензилфурон)

Действующее начало препарата - (+)-цис, транс (2-бензилфурил-4-метил) хризантемат. Полностью растворяется в 10% спирте этиловом с образованием бесцветной жидкости.

Внешний вид: воскоподобная масса, соломенно-желтого цвета, с резким запахом. Тпл 43-46°C, Ткип. 180°C. Легко гидролизуется при действии кислот и щелочей. Препарат эффективен в малых дозировках (0,0025-0,01 % действующего начала) в борьбе с широким рядом вредителей-инсектицид контактного действия.

ЛД<sub>50</sub> для белых крыс при внутривенном введении равна 840 мг/кг, при ингаляционном - 3650 мг/м<sup>3</sup>.

---

РАЗРАБОТЧИКИ: Д.Б.Гиренко, Т.А. Кошарновский, Ю.Ларionов,  
ВНИИГИТОКС, г.Киев

## 2 .Методика определения

### 2.1. Основные положения

#### 2.1.1. Принцип метода

Метод основан на экстракции изатрина органическим растворителем, очистке экстракта и последующим хроматографированием.

#### 2.1.2 Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций - 0,02-0,4% мг/кг:

Предел обнаружения - 1 мкг

Число параллельных определений - 5;

Среднее значение определения ( $\bar{x}$ ) -87%

Стандартное отклонение (S, %)  $\pm$  8,5%

Доверительный интервал определения при  $p=0,95$  и  $n=5$ ;  $87 \pm 10,5\%$

### 2.2. Реактивы и материалы

Изатрин, хч

Бензол, хч, ГОСТ 5955-81

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Ацетон,ч., ГОСТ 2603-79

Фосфорно-молибденовая кислота, ТУ 6-09-3540-78, 5% водный раствор

Натрий сернокислый, безводный,х.ч.. ГОСТ 4166-76

Систему подвижных растворителей готовят за 20 минут до хроматографирования: гексан-бензол в соотношении 1:1.

Стандартный раствор изатрина в хлороформе, содержащий 100мкг/мл, готовили в мерной колбе из рабочего раствора.

Рабочий раствор готовят следующим образом: в мерную колбу (25 или 50 мл) со шлифом наливают 10-15 мл хлороформа, взвешивают, добавляют 1-2 капли изатрина, взвешивают и доводят объем до метки. По разнице весов между вторым и первым взвешиванием находят навеску пестицида, рассчитывают концентрацию его. Рабочие и стандартные

растворы устойчивы в течение месяца при хранении в темном и прохладном месте.

#### 2.3. Приборы и посуда

Камера для хроматографирования, ГОСТ 25336-82.

Хроматографические пластиинки "Силуфол", (ЧССР).

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 25336-82.

Аппарат для встряхивания, ТУ 25-11-917-79.

Посуда лабораторная, ГОСТ 25336-82.

Посуда лабораторная, ГОСТ 25336-82.

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 мл.

Сушильный шкаф.

#### 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 от 21.08.1979г. за №2051-79

#### 2.5. Проведение определения

Навеску 25-40 г измельченного растительного материала помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 80 мл смеси ацетон-вода в соотношении 1:1 по объему. Экстрагирование проводят встряхиванием в течение 30 мин. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр. Экстракцию повторяют еще два раза. Объединяют экстракты и переносят в делительную воронку. Прибавляют 200 мл дистилированной воды, перемешивают и реэкстрагируют изатрин дважды по 30 мл гексаном. Объединенный гексановый экстракт сушат безводным сульфатом натрия, концентрируют на ротационном испарителе при температуре водяной бани 40<sup>0</sup> С до объема 0,2-0,5 мл.

### 2.5.1. Условия хроматографирования

Сконцентрированную пробу количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластиинки. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида, содержащие 1,2,5,10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования залита смесь бензол-гексан (1:1 по объему). После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см, пластиинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластиинку обрабатывают из пульверизатора раствором фосфорномolibденовой кислоты и нагревают в сушильном шкафу при температуре 60<sup>0</sup>С в течение 5-7 минут. Препарат проявляется в виде пятен синего цвета на желтом фоне. Величина R<sub>f</sub>=0,36±0,05.

### 2.6. Обработка результатов анализа

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора.

Измерение площади проводится с помощью миллиметровой бумаги. Строится калибровочный график зависимости препарата в мкг от площади пятен. Прямолинейная зависимость между площадью пятна и содержанием препарата в пробе наблюдается в интервале 1-10 мкг. Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластиинку необходимо брать аликвотную часть пробы (0,1-0,2 мл) параллельной пробы. Содержание препарата в анализируемой пробе рассчитывают по формуле.

$$X = \frac{A \cdot S_2}{P \cdot S_1}, \text{ где}$$

$X$  - содержание изатрина в анализируемой пробе;

$A$  - содержание препарата в стандартном растворе, мг/кг;

$S_1$  - площадь пятна стандартного раствора,  $\text{мм}^2$ ;

$S_2$  - площадь пятна пробы,  $\text{мм}^2$ ;

$P$  - вес пробы, взятой на анализ, г.

### **3. Требования безопасности**

Соблюдать все требования безопасности, рекомендованные для работы с летучими органическими растворителями и со среднетоксичными пестицидами.