

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, грушах 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 высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1130—02 .....   | 22  |
| Измерение концентрации Ацетамиприда в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной 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 солодке 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 луке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1138—02 .....  | 100 |
| Измерение концентраций Квизалофоп-П-тефурила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1139—02 .....   | 111 |
| Определение остаточных количеств Люфенулона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02 .....  | 118 |
| Измерение концентраций Люфенулона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной 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 высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1142—02 ..... | 134 |
| Измерение концентраций Тиаметоксама методом высокоэффективной 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 высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1144—02 .....  | 155 |
| Измерение концентраций Трифлусульфурон-метила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной 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 высокoeffективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1146—02.....   | 174 |
| Измерение концентраций Фамоксадона (ДРХ-ЖЕ 874) в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокoeffективной 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 высокoeffективной 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 высокoeffективной 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 Бромксинил 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 высокoeffективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1161—02.....   | 303 |
| Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокoeffективной 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 высокoeffективной 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 здравоохранения  
Российской Федерации

Г. Г. Онищенко  
Дата введения: 1 января 2003 г.

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Определение остаточных количеств этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии

#### Методические указания МУК 4.1.1133—02

---

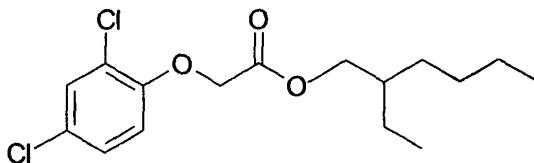
##### 1. Вводная часть

Фирма-производитель: ДауАгросайенсес.

Торговое название: Эстерон КЭ.

Название действующего вещества по ИСО: 2-этилгексильный эфир  
2,4-Д.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 2-этилгексильный  
эфир 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты.



$C_{16}H_{22}Cl_2O_3$

М. м. 333,3

Химически чистый 2-этилгексильный эфир 2,4-дихлорфенокси-  
уксусной кислоты представляет собой бесцветную вязкую жидкость.

Температура кипения выше 300 °С.

Растворимость: хорошо растворим в большинстве органических  
растворителей, растворимость в воде менее 0,1 мг/л.

2-Этилгексильный эфир 2,4-Д нестабилен в водных растворах,  
быстро гидролизуеться до кислоты.

Токсикологическая характеристика 2-этилгексилового эфира 2,4-Д соответствует характеристике самой кислоты. ПДК в воде – 0,002 мг/дм<sup>3</sup>.

2-Этилгексильный эфир 2,4-Д – селективный гербицид системного действия из группы арилоксиалкановых кислот, эффективно подавляет развитие двудольных сорняков в посевах зерновых колосовых культур.

## 2. Методика определения остаточных количеств 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии

### 2.1. Основные положения

#### 2.1.1. Принцип метода

Метод основан на трехкратной экстракции 2-этилгексилового эфира 2,4-Д из образцов органическим растворителем и концентрировании образца упариванием в вакууме. Определение 2-этилгексилового эфира 2,4-Д производится методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора с постоянной скоростью рекомбинации ионов.

#### 2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии других пестицидов.

#### 2.1.3. Метрологическая характеристика метода

### Метрологическая характеристика метода

Таблица 1

| Анализируемый объект | Метрологические параметры, $p = 0,95, n = 20$          |  |                                 |                           |  |
|----------------------|--|--|---------------------------------|---------------------------|--|
|                      | предел обнаружения 2-этилгексилового эфира 2,4-Д, мг/л | диапазон определяемых концентраций, мг/л | среднее значение определения, % | стандартное отклонение, S | доверительный интервал среднего результата, %, ± |
| Вода                 | 0,0001   | 0,0001—0,5                               | 98,2                            | 0,00001                   | 0,000017   |

Таблица 2

### Доверительный интервал и полнота определения 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в воде

| Среда | Добавлено, мг/кг | Обнаружено, мг/кг | Доверительный интервал, ± | Полнота определения, % |
|-------|------------------|-------------------|---------------------------|------------------------|
| Вода  | 0,0001           | 0,00009           | 0,00002                   | 99,7                   |
|       | 0,0002           | 0,00019           | 0,00001                   | 97,9                   |
|       | 0,0004           | 0,00039           | 0,00002                   | 96,7                   |
|       | 0,002            | 0,00197           | 0,000008                  | 98,5                   |

## 2.2. Реактивы, материалы, приборы и оборудование

### 2.2.1. Реактивы и материалы

2-этилгексилловый эфир 2,4-Д, аналитический

стандарт фирмы ДауАгросайенсис с

содержанием д. в. 99,6 %

|  |                 |
|--|-----------------|
| Азот, осч  | ГОСТ 9293—74    |
| Ацетонитрил  | ТУ 6-09-3534—87 |
| Вода дистиллированная  | ГОСТ 7602—72    |
| Гексан, ч  | ТУ 6-09-3375—78 |
| Насадка для колонки: Хроматон-N-супер<br>с 5 % OV-17, (0,20—0,25 мм) |                 |
| Натрий серно-кислый, безводный, хч                                   | ГОСТ 4166—76    |

### 2.2.2. Приборы и оборудование

|  |                 |
|--|-----------------|
| Весы аналитические ВЛА-200<br>или аналогичные  | ГОСТ 34104—80Е  |
| Водоструйный насос   | ГОСТ 10696—75   |
| Воронки делительные на 500 мл  | ГОСТ 10054—75   |
| Газовый хроматограф с детектором<br>постоянной скорости рекомбинации<br>ионов $^{63}\text{Ni}$ «Цвет-560М»<br>или другой аналогичного типа |                 |
| Колбы мерные на 25, 50, 100 мл   | ГОСТ 1770—74    |
| Концентраторы грушевидные (конические)<br>НШ29 КГУ-100—14/19, ТС   | ГОСТ 10394—72   |
| Пипетки мерные на 0,1; 1,0; 5,0; 10 мл   | ГОСТ 20292—74   |
| Ротационный испаритель ИР-1М   | ТУ 25-11-917—74 |
| Стаканы стеклянные на 100 мл   | ГОСТ 6236—72    |
| Фильтры бумажные «красная лента»   | ТУ 6-09-1678—86 |

## 2.3. Подготовка к определению

### 2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонки для газожидкостной хроматографии

Готовую насадку (5 % OV-17 на Хроматоне-N-супер) засыпают в стеклянную колонку 2 м, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 250 °С в течение 8—10 ч.



### 2.3.2. Приготовление стандартных растворов

Взвешивают 50 мг 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в мерной колбе на 50 мл, растворяют навеску в гексане и доводят объем до метки гексаном (стандартные растворы № 1, концентрация 1 мг/мл).

Стандартные растворы № 1 можно хранить в холодильнике в течение 6 месяцев.

Методом последовательного разбавления готовят стандартные растворы 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в гексане и ацетонитриле (для внесения) с концентрацией 0,5; 0,1; 0,05 и 0,025 мкг/мл для построения калибровочных графиков.

### 2.4. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79).

### 2.5. Описание определения

#### 2.5.1. Вода

Пробу воды объемом 250 мл помещают в делительную воронку емкостью 500 мл и трижды экстрагируют гексаном порциями по 50 мл, встряхивая каждый раз воронку в течение 1—2 мин. После разделения фаз в воронке верхний гексановый слой сливают в концентратор, пропуская его через безводный сульфат натрия. Объединенные экстракты упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре бани не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл гексана и вводят в хроматограф 3 мкл раствора.

### 2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов

#### 2.6.1. Условия хроматографирования

Хроматограф «Цвет-560М» с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов с пределом детектирования по линдану не выше  $4 \times 10^{-14}$  г/см<sup>3</sup>.

Рабочая шкала электрометра  $64 \times 10^{10}$ . Скорость движения ленты самописца 5 мм/мин.

Колонка стеклянная, спиральная, длина 2 м, внутренний диаметр 3 мм.

Носитель Хроматон-N-супер размер частиц 0,20—0,25 мм, неподвижная фаза 5 % OV-17.

Температура испарителя – 280 °С, термостата колонки 240 °С, детектора 340 °С.

Газовый режим: азот – 30 мл/мин.

Абсолютное время удерживания 2-этилгексилового эфира 2,4-Д – 1 мин 04 с.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,001—0,1 нг.

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю высоту пика.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрациями 2-этилгексилового эфира 2,4-Д 0,5 мкг/мл соответственно, разбавляют.

### *2.6.2. Обработка результатов анализов*

Содержание 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в пробах воды рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \cdot A \cdot V}{H_0 \cdot m \cdot 100} \cdot P, \text{ где}$$

$X$  – содержание 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в пробе, мкг/кг;

$H_1$  – высота пика образца, мм;

$H_0$  – высота пика стандарта, мм;

$A$  – концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

$V$  – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования (мл);

$m$  – масса или объем анализируемого образца, г или мл;

$P$  – содержание 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в аналитическом стандарте.

### **3. Требования техники безопасности**

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, электронагревательными приборами и сжатыми газами.

### **4. Разработчики**

Калинин В. А., профессор, к. с-х. н., Довгилевич Е. В., к. биол. н., Калинина Т. С., к. с-х. н., Довгилевич А. В., к. хим. н., Рыбакова О. И.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. 127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений. Телефон: 976-02-20.

**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

Тираж 1500 экз.

Печ. л. 22.0

Заказ 6417

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

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом  
Федерального центра госсанэпиднадзора 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