

**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. кафедрой ТСХА; Гиренко Д.Б. - к.х.н., зав. аналитической лабораторией УКР 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-с 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 лантаграна 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 харвалли в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6102-91.....182....

24. Временные методические указания по определению експромта 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 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 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 дикамбн в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.
29 июля 1991г, N 6117-91.....295.....
7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций диквата и адипла 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-Г (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 кооцентраций тиадиазола 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.....

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

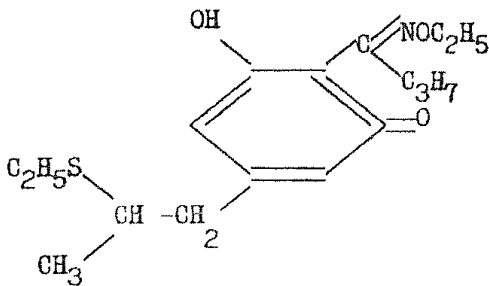
Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991г.
№ 6110-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ НАБУ
В ЭФИРНЫХ МАСЛАХ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ
(В ДОПОЛНЕНИЕ К № 3880-85)

1. Краткая характеристика препарата

1.1. Химическое название: 3-гидрокси-5-(2-этилгепропил)-2-/-1-
(этоксимино) бутыл/-циклогексен-2-он-1.

Структурная формула



$C_{17}H_{29}NO_2$

М.м. 327,5 г/моль

1.2. Синонимы: сетоксидим, поаст

1.3. В чистом виде маслянистая жидкость без запаха, температура кипения $90^{\circ}C$ при $5.3.10^{-2}$ Па, растворим в органических растворителях, растворимость в воде 25,0 мг/л при $25^{\circ}C$ и pH 4. Устойчив в щелочных средах. LD_{50} для крыс 3200-3500 мг/кг. Рекомендуется для борьбы с сорняками на розе, мяте, шалфее, лаванде.

2. Методика определения набу в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении набу из растворов эфирных масел в н-гексане ацетонитрилом, промывке экстракта смесью растворителей: н-

Разработчик: Ю.С. Баранов, ВНИИ масличных культур, г. Симферополь

гексан-диэтиловый эфир, рекстракции из разбавленного ацетонитрильного раствора в диэтиловый эфир и определения методом тонкослойной хроматографии на пластинках "Силуфол".

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Минимально определяемое количество набу, 1 мкг.

Нижний предел определения в эфирном масле: 0,1 мг/кг.

Среднее значение определения при $n=5, a=0,95$, 65,3%.

Стандартное отклонение : $\pm 3,4\%$.

Доверительный интервал среднего при $n=5, a=0,95$: $\pm 8,5\%$.

Размах варьирования : 53,7-87,9%.

2.1.3. Избирательность метода

Метод селективен в присутствии хлор и фосфоорганических пестицидов, определению не мешают фенилзамещенные мочевины, нитрофениловые эфиры.

2.2. Реактивы и растворы

Гексан, ТУ 6-09-3375-78, ч, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$.

Ацетонитрил, МРТУ 6-09-3534-74, ч., CH_3CN .

Натрий сернокислый безводный, ГОСТ 4166-76, хч., Na_2SO_4 .

Диэтиловый эфир, ГОСТ 6262-79, ч., $(\text{C}_2\text{P}_5)_2\text{O}$.

Бромфеноловый синий, ТУ 6-09-1058-76, ч.

Лимонная кислота, ГОСТ 3652-69, чда.

Ацетон, ГОСТ 2603-79, хч., $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$.

Толуол, ГОСТ 5789-69, чда., $\text{C}_6\text{H}_9\text{CH}_3$.

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277-75, хч., AgNO_3

Этилацетат, ТУ 6-09-6515-70, хч.

стандартные растворы набу в ацетоне с содержанием 1 мкг/мл и 10 мкг/мл

Для приготовления стандартного раствора взвешивают на аналитических весах навеску набу $10 \text{ мг} \pm 0,62 \text{ мг}$, помещают в мерную колбу емкостью 100 мл.

Навеску растворяют в 10–15 мл ацетона и доводят до метки тем же растворителем. Раствор содержит 100 мкг/мл набу. Из раствора пипеткой переносят в две мерные колбы на 100 мл 10 мл и 1 мл раствора соответственно и доводят до метки ацетоном. Растворы содержат 10 мкг/мл и 1 мкг/мл набу соответственно. Растворы стабильны при хранении в холодильнике не более месяца, т.к. при более длительном хранении на хроматографической пластинке образуются дополнительно еще два пятна.

Проявляющие реактивы.

1. Водный раствор азотнокислого серебра с массовой долей 2%; 2. Ацетоновый раствор бромфенолового синего с массовой долей 0,4%; 3. Водный раствор лимонной кислоты с массовой долей 2%.

2.3. Приборы и посуда

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

Воронка ВД-2-500-29/32, х.с., ГОСТ 25336-82.

Воронки химические типа В, ГОСТ 25336-82.

Колбы плоскодонные типа КНКШ, ГОСТ 25336-82.

Колбы Кьельдаля 1-250-29/32 ТС, ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, на 100 мл и 1000 мл.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, на 1 и 10 мл.

Цилиндр мерный 1-100, ГОСТ 1770-74.

Микрошприц МШ-10М, ТУ 2-833-106.

Камера для хроматографирования, ГОСТ 25336-82.

Камера для опрыскивания, ТУ 25-11-430-70.

Весы ВЛР-200, ГОСТ 24104-80, 2-й класс.

Весы ВЛК-500, ГОСТ 24104-80.

Гири Г-2-210, ГОСТ 7328-82.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 25336-82.

Пластинки "Силуфол", производство ЧССР.

Пластинки для ВЭТСХ

Допускается применение аппаратуры и посуды с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных в стандарте.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Отбор, хранение и доставка проб

Отбор, хранение и доставку 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 21.08.1979 г. Для анализа отбирают среднюю пробу эфирного масла 10 г.

2.4.2. Подготовка и очистка реактивов

Органические растворители перед началом работы очистить по соответствующим методикам и перегнать (2), сульфат натрия прокалить при 300-400°C. Пластинки для ТСХ и "Силуфол" активировать в термостате при 100°C в течение 1 часа или под УФ лампой в течение 10 мин.

2.5. Проведение определения

Навеску массой 10 г с записью результатов взвешивания до первого десятичного знака, берут на технических весах 10 г эфирного масла мяты, лаванды, розы, шалфея помещают в делительную воронку на 250 мл с 50 мл н-гексана, выдерживают 10 мин. Прибавляют 50 мл ацетонитрила, встряхивают и отбрасывают верхний слой. Оставшийся раствор промывают смесью растворителей: н-гексан-диэтиловый эфир (7:1), 3x50 мл, отбрасывая верхний слой. В делительную воронку на 500 мл помещают 200 мл 10%-го сульфата натрия и переносят оставшийся после промывки раствор. Регистрируют набу диэтиловым эфиром, 3x50 мл, собирая верхний слой и пропуская его через 50 г безводного сульфата натрия. Объединенные экстракты концентрируют досуха на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40°C. К сухому остатку добавляют 0,5 мл н-гексана и микрошприцом наносят пробу на хроматограмму.

2.5.2. Хроматография в тонком слое сорбента

Анализируемую пробу количественно переносят на хроматографические пластинки "Селюфол" или для ТСХ, рядом наносят стандартные растворы набу (3-7-15 мкг). Затем пластинки помещают в хроматографическую камеру предварительно насыщенную подвижной фазой. В качестве основной подвижной фазы используется смесь: ацетон-гексан-этилацетат (22,6:66,6:11,2) $R_f=0,46$. С целью увеличения надежности идентификации набу предлагается использовать альтернативные фазы: ацетон-гексан-уксусная кислота (19,5:20,0:0,5) $R_f=0,30$, ацетон-толуол (5-95) $R_f=0,30$.

После поднятия фронта подвижной фазы до 10 см, пластинку из камеры извлекают, высушивают на воздухе до полного удаления растворителей.

Обрабатывают проявляющим раствором № 1, затем № 2. Набу проявляется в виде темно-синего пятна на светло-желтом фоне.

2.6. Обработка результатов

Содержание набу в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot K}{P}, \text{ где:}$$

A - количество препарата, найденное на хроматограмме при сравнении со стандартом, мкг;

P - навеска, мг;

X - содержание набу в пробе, мг/л;

K - поправочный коэффициент, учитывающий потери набу в процессе анализа

(K=165). Содержание микроколичеств набу в пробе вычисляют как среднее из трех параллельных определений.

3. Техника безопасности

При выполнении операций по определению набу в эфирных маслах следует руководствоваться требованиями при работе с соединениями третьего класса токсичности и легколетучими растворителями.