

**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 *o* 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 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 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 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-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 тиади-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.....

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

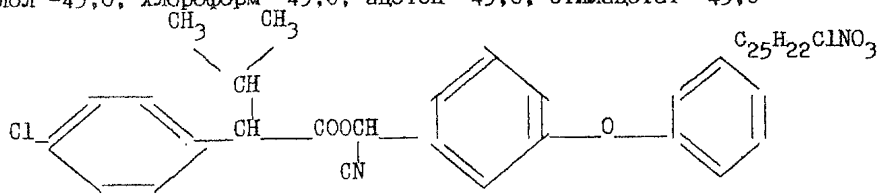
Утверждено
 Министерством здравоохранения
 СССР
 " 29 " июля 1991 г
 № 6101-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СУМИ-α
 В БИОЛОГИЧЕСКОМ МАТЕРИАЛЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1. Краткая характеристика препарата

Суми-α - S-α-циано-3-феноксипензил(S)-2-(4-хлорфенил)-3-метилбутират.

Суми-α - представляет собой смесь изомеров, обогащенную эфенвалератом. Эфенвалерат - оптический изомер фенвалерата. Другим основным изомером суми-α является (R)-α-циано-3-феноксипензил(S)-2-(4-хлорфенил)-3-метилбутират. Суми-α - жидкость или твердое вещество коричневого цвета, без специфического запаха. Ткип. 225°C /1,7 мм рт.ст., летучесть при 20°C 1,44x10⁻⁷ мм рт.ст. Почти нерастворим в воде, менее 1,0 ч/млн. Растворимость в органических растворителях при 25°C, в % вес/объем ксилол -45,0; хлороформ -45,0; ацетон -45,0; этилацетат -45,0



Мол.масса 419,9

Предложен в качестве инсектицида для борьбы с вредителями овощных культур, плодовых деревьев. LD₅₀ для крыс 325 мг/кг (по данным фирмы Сумитомо).

Разработчики: С.В.Мурашко, Н.П.Пархомчук, Д.Б.Гиренко, ВНИИГИНТОКС, г.Киев

2. Методика определения суми-α- в биологическом материале

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на определении суми-α методом газожидкостной хроматографии после экстракции препарата из анализируемой пробы органическим растворителем и очистки экстрактов в системе жидкость-жидкость.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода определения суми-α (ГЭХ)

Анализируемый объект	Размах варьирования	Среднее значение определения	Относительное стандартное отклонение	Доверительный интервал среднего, %
Кровь	64-72	67,4	4,99	±4,95
Печень	59-64	61,4	4,5	±4,50
Мозг	58-65	62,0	4,45	±4,49
Сальник	66-69	67,2	2,03	±3,16

Диапазон определяемых концентраций 0,05-0,5 мг/кг (мг/л).

Предел обнаружения 0,005 мг/кг (мг/л).

2.2. Реактивы и растворы

Ацетон, осч.95, ТУ 6-09-3513-86

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Метанол, хч., ГОСТ 6995-77

Трихлоруксусная кислота, ТУ 6-09-1926-77, 20%-ный водный раствор

Сульфат натрия, ч., ГОСТ 4166-76, 5%-ный водный раствор

Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76

Хроматон N-AW-HMDS (0,16-0,20 мм) с нанесенной неподвижной фазой SE-30 (Хемапол, СССР)

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Воздух из баллона или нагнетаемый компрессором

Суми-α - 96,5%, фирма "Сумитомо"

Основной рабочий стандартный раствор суми-α, содержащий 100 мкг/мл

суми- α готовят следующим образом: растворяют 10,36 мг суми- α (96,5%) в ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Стандартный рабочий раствор, содержащий 1 мкг/мл суми- α получают соответствующим разбавлением основного рабочего раствора. Хранят в холодильнике не более 5-ти месяцев.

Уксусная кислота, ж.с., ГОСТ 61-69

2.3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов (тип Цвет-106 или др.).

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей типа ИР-1М ТУ 25-11-917-76.

Микрошприцы МШ-10М, 10 мкл, ТУ 2-833-106.

Микроизмельчитель тканей, тип РТ-2, ту 64-1-1505-79.

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

Центрифуга с числом оборотов до 6000 в мин.

Центрифуга ОПН-3442, ТУ 5-375-4260-76.

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74.

Воронки делительные емкостью 200, 500 мл, ГОСТ 25336-82.

Колбы конические емкостью на 100, 300 мл, ГОСТ 25336-82.

Колбы грушевидные для отгонки растворителей, ГОСТ 25336-82.

Воронки конические, ГОСТ 25336-82.

Воронки Бюхнера, ГОСТ 25336-82.

Колба Бунзена, ГОСТ 25336-82.

Секундомер СД СПР 1.200, ГОСТ 5072-79.

2.4. Отбор, хранение и доставка проб

2.4.1. Пробы (кровь, печень, мозг, сальник, моча) отбирают в лабораторных условиях и сразу же помещают их в испарительную камеру холодильника. Хранят на льду не более 3 суток.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция и очистка экстрактов

Биологический материал. Пробу биоматериала (кровь, печень, мозг, сальник, моча) предварительно измельченную ножницами, переносят в сосуд для гомогенизации и заливают 50 мл метанола или 50 мл смеси ацетон:вода (4:1). Биоматериал измельчают на микроизмельчителе тканей в течение 3-5 мин при 3000 об/мин. Гомогенизованную пробу помещают в коническую колбу на 100 мл и экстрагируют на аппарате для встряхивания в течение 1 часа (дважды по 30 мин). Объединенный экстракт фильтруют через воронку Бюхнера. Фильтрат обрабатывают 20%-ным раствором трихлоруксусной кислоты или уксусной кислотой по 1 мл на каждый грамм ткани или мл крови и 10 мл воды и смесь помещают в испарительную камеру холодильника на 1 час. Затем к охлажденной смеси прибавляют по 10-15 мл 5%-ного водного раствора сульфата натрия и центрифугируют при 4000-5000 об/мин в течение 10-15 мин или фильтруют через воронку Бюхнера в вакууме водоструйного насоса. Центрифугат экстрагируют гексаном (3 x 20 мл). Объединенные гексановые экстракты промывают дистиллированной водой, сушат безводным сульфатом натрия и упаривают растворитель на ротационном вакуумном испарителе. Последние порции растворителя удаляют при помощи сжатого воздуха. Остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона, выдерживают в холодильнике 2-3 часа и затем центрифугируют при 2000 об/мин в течение 15 мин. Полученный указанным способом центрифугат анализируют на газожиждкостном хроматографе.

2.5.2. Идентификация и количественное определение суми-а

2.5.3. Метод газожидкостной хроматографии

Носитель хроматон N-AW-HMDS.

Неподвижная фаза 5% SE-30.

Колонка стеклянная 0,5 м х 3 мм.

Скорость газа-носителя (азота) 60 см куб/мин (Цвет-106).

Скорость азота для продувки детектора 150 мл/мин.

Шкала электрометра 20.10 -12 А.

Температура колонки 220 град.С..

Температура испарителя 240 град.С..

Вводимый объем 2 мкл.

Линейный диапазон детектирования 0,5-50 нг.

Минимально детектируемое количество 0,5 нг.

Время удерживания при указанных условиях 10,8 мин.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом путем сравнения рассчитываемого пика с пиком, полученным введением известного количества стандартного вещества при условии, что величина пиков находится в диапазоне линейности детектора. Содержание суми-α в анализируемой пробе определяют по формуле:

$$X = \frac{C_1 \cdot V_1 \cdot H_2 \cdot V}{H_1 \cdot V_2 \cdot P}, \text{ где:}$$

X - содержание суми-α в пробе, мкг/г, мкг/мл;

C₁ - концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

H₁ - высота пика стандартного раствора, мм;

H₂ - высота пика пробы, мм;

V₁ - объем стандартного раствора, введенный в хроматограф, мкл;

V₂ - объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл;

V - общий объем экстракта после упаривания, мл;

P –навеска анализируемой пробы, г.

3. Техника безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими и токсическими веществами.

ГЕТЕРОЦИКЛИЧЕСКИЕ СОЕДИНЕНИЯ