

Государственное  
санитарно-эпидемиологическ  
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 соломе 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 высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1146—02	174
Измерение концентраций Фамоксадона (ДРХ-ЖЕ 874) в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокоэффективной 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 высокоэффективной 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 Этиоксилата изодесилового 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 высокоэффективной 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 Бромоксинил 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 высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1161—02	303
Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной 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 высокоэффективной 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

**Измерение концентраций этилгексилового эфира  
2,4-Д в воздухе рабочей зоны  
методом газожидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.1134—02**

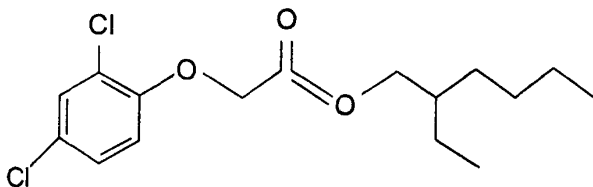
## 1. Вводная часть

Фирма производитель: ДауАгросайенсис.

Торговое название: Эстерон.

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 – свыше 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 и быстро гидролизуетс до кислоты.

Токсикологическая характеристика 2-этилгексильного эфира 2,4-Д соответствует характеристике самой кислоты.

Может присутствовать в воздухе рабочей зоны в виде аэрозоля и паров.

В РФ установлены следующие гигиенические нормативы:

ПДК в воздухе рабочей зоны – 0,5 мг/м<sup>3</sup> (малолетучие эфиры 2,4-Д);

ПДК в атмосферном воздухе – 0,001 мг/м<sup>3</sup>.

*Область применения*

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 измерения концентраций**

### **2-этилгексильного эфира 2,4-Д в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии**

#### **2.1. Основные положения**

##### **2.1.1. Принцип метода**

Метод основан на определении вещества с помощью газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов на неподвижной фазе SE-30 или OV-17.

Отбор проб воздуха осуществляется концентрированием на бумажные фильтры из пенополиуретана. Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

##### **2.1.2. Метрологическая характеристика метода ( $P = 0,95$ )**

Число параллельных определений – 6.

Предел обнаружения в хроматографируемом объеме – 0,1 нг.

Предел обнаружения в пробе – 0,005 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 20 дм<sup>3</sup> воздуха).

Диапазон определяемых концентраций – 0,005—0,1 мг/м<sup>3</sup>.

Среднее значение определения – 93,23 %.

Стандартное отклонение (S) – 2,66 %.

Относительное стандартное отклонение (DS) – 1,08 %.

Доверительный интервал среднего – 2,78 %.

Суммарная погрешность измерения не превышает 19 %.

### 2.1.3. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии других пестицидов.

## 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 %	
Ацетон, чда	ГОСТ 2603—79
н-Гексан, ч	ТУ 6-09-375—78
Насадка для колонки: Инертон	
М-АУ-ОМС8 (0,16—0,20 мм) с 5 % SE-30	
Насадка для колонки: Хроматон-	
М-супер с 5 % ОУ-17 (0,20—0,25 мм)	
Пенополиуретан пористый,	
ППУ, промытый ацетоном	ТУ 2254-153-04691277—95

### 2.2.2. Приборы и оборудование

Аспирационное устройство типа ЭА-1	ТУ 25-11-1414—78
или аналогичное	
Барометр	ТУ 2504-1797—75
Весы аналитические типа ВЛА-200	ГОСТ 34104—80Е
Воронки химические, конусные,	
диаметром 34—40 мм	ГОСТ 2533—82Е
Газовый хроматограф с детектором	
постоянной скорости рекомбинации	
ионов серии «Цвет-500» с пределом	
детектирования по линдану не выше	
$4 \times 10^{-14}$ г/см <sup>3</sup> или другой аналогичного типа	
Груша резиновая	
Колбы мерные, вместимостью 100 мл	ГОСТ 1770—74
Колонка хроматографическая, стеклянная,	
длинной 2 или 1 м, внутренним диаметром 3 мм	
Концентраторы грушевидные	
(конические) НШ29 КГУ-100—14,19,	
ТС, вместимостью 100 мл	ГОСТ 10394—72

Микрошприц емкостью 10 мкл, МШ-10Ф	ТУ 64-1—2850
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Пипетки мерные на 1,0; 5,0 и 10,0 мл	ГОСТ 20292—74
Прибор для перегонки растворителей при атмосферном давлении	
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или аналогичный	ТУ 25—11—917—76
Стеклянные палочки	
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1°С, пределы измерения 0—55°С	ГОСТ 215—73Е
Цилиндры мерные на 10 мл	ГОСТ 1770—74Е
Фильтродержатели, диаметром 50 мм	

### **2.3. Подготовка к определению**

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

Готовую насадку (3 % 5Е-30 на Инертоне N-AW-DMCS) засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостат 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 100 мг 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в мерной колбе на 100 мл, растворяют навеску в гексане и доводят объем до метки гексаном (стандартный раствор № 1, концентрация 1 мг/мл). Раствор хранится в холодильнике при 4—6 °С в течение 6 месяцев.

Методом последовательного разбавления гексаном готовят стандартные растворы 2-этилгексилового эфира 2,4-Д с концентрацией 1,0; 0,5; 0,3; 0,1 и 0,05 мкг/мл для построения калибровочного графика. Рабочие растворы хранят в холодильнике при 4—6 °С не более 10 дней.

#### **2.3.3. Построение калибровочного графика**

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 2 мкл рабочего стандартного раствора 2-этилгексилового эфира 2,4-Д с концентрацией 0,05; 0,1; 0,3; 0,5 и 1,0 мкг/мл. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты хроматографического пика, мм, от концентрации 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в растворе, мкг/мл.

## **2.4. Отбор проб**

### **2.4.1. Подготовка к отбору проб**

2.4.1.1. Подготовка растворителей. Органические растворители перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до тех пор, пока свежая порция кислоты не перестанет окрашиваться. Затем гексан последовательно промывают водой, 2 %-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют.

Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 л ацетона 10 г  $\text{KMnO}_4$  и 2 г  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ).

2.4.2.2. Подготовка фильтров для отбора проб воздуха. Из пенополиурената, предварительно промытого ацетоном, вырезают фильтры диаметром 50 мм, толщиной 2,5—3 мм.

### **2.4.2. Отбор проб**

Отбор проб воздуха рабочей зоны следует осуществлять в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

Воздух со скоростью 2 л/мин пропускают через фильтр из пенополиуретана, помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентрации вещества на уровне 0,005 мг/м<sup>3</sup> следует отобрать 20 л воздуха.

Фильтры с отобранными пробами, помещенные в герметически закрываемые склянки, можно хранить в холодильнике при температуре 4—6 °С в течение 5 дней.

## **2.5. Описание определения**

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический стакан вместимостью 100 мл, заливают 10 мл смеси гексан—ацетон (9 : 1), оставляют на 7—10 мин, периодически перемешивая. Растворитель сливают, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями смеси гексан—ацетон объемом 10 мл.

Объединенный экстракт упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха, остаток растворяют в 2 мл гексана и хроматографируют.

## 2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов

### 2.6.1. Условия хроматографирования градуировочных и анализируемых растворов

Хроматограф «Цвет-550» с детектором постоянной скорости комбинации ионов с пределом детектирования по линдану не выше  $4 \times 10^{-14}$  г/см<sup>3</sup>.

Показания электрометра  $64 \times 10^{10}$  Ом.

Скорость движения ленты самописца – 240 мм/ч.

Колонка стеклянная, 1 000 × 3 мм; неподвижная фаза – 5 % SE-30 на Инертоне N-AW-DMCS (0,16—0,20 мм).

Температура испарителя – 270 °С, термостата колонки – 200 °С, детектора – 350 °С.

Газовый режим (азот) – 25 мл/мин.

Объем вводимой пробы – 2 мкл.

Время удерживания 2-этилгексилового эфира 2,4-Д – 2 мин 25 с.

Линейный диапазон детектирования: 0,1—2 нг.

Альтернативная фаза: Хроматон-N-супер с 5 % OV-17 (0,20—0,25 мм), колонка стеклянная, 2 000 × 3 мм.

Показания электрометра  $64 \times 10^{10}$  Ом.

Скорость движения ленты самописца – 240 мм/ч.

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

Газовый режим (азот) – 30 мл/мин.

Объем вводимой пробы – 2 мкл.

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

Линейный диапазон детектирования: 0,1—2 нг.

Каждую анализируемую пробу вводят 3 раза и вычисляют среднюю высоту пика. Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 1 мкг/мл, разбавляют гексаном.

### 2.6.2. Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{C \cdot W}{V}, \text{ где}$$

$X$  – содержание 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в пробе воздуха, мг/м<sup>3</sup>;

$C$  – концентрация 2-этилгексилового эфира 2,4-Д в хроматографируемом растворе, найденная по калибровочному графику, мкг/мл;

$W$  – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

$V$  – объем пробы воздуха, отобранного для анализа, приведенного к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С),  $\text{дм}^3$ .

### 3. Требования техники безопасности

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

### 4. Разработчики

Калинин В. А., проф., к. с-х. н.; Довгилевич Е. В., к. биол. н.; Калинина Т. С., к. с-х. н.; Довгилевич А. В., к. хим. н.; Устименко Н. В., к. биол. н.; Орехов Д. А.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. 127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений.

Телефон: 976-43-26.

**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