

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 Люфенурона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02 .....	118
Измерение концентраций Люфенурона 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 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 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 здраво-  
охранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

Дата введения: 1 января 2003 г.

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Измерение концентрации бета-цифлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии

#### Методические указания МУК 4.1.1157—02

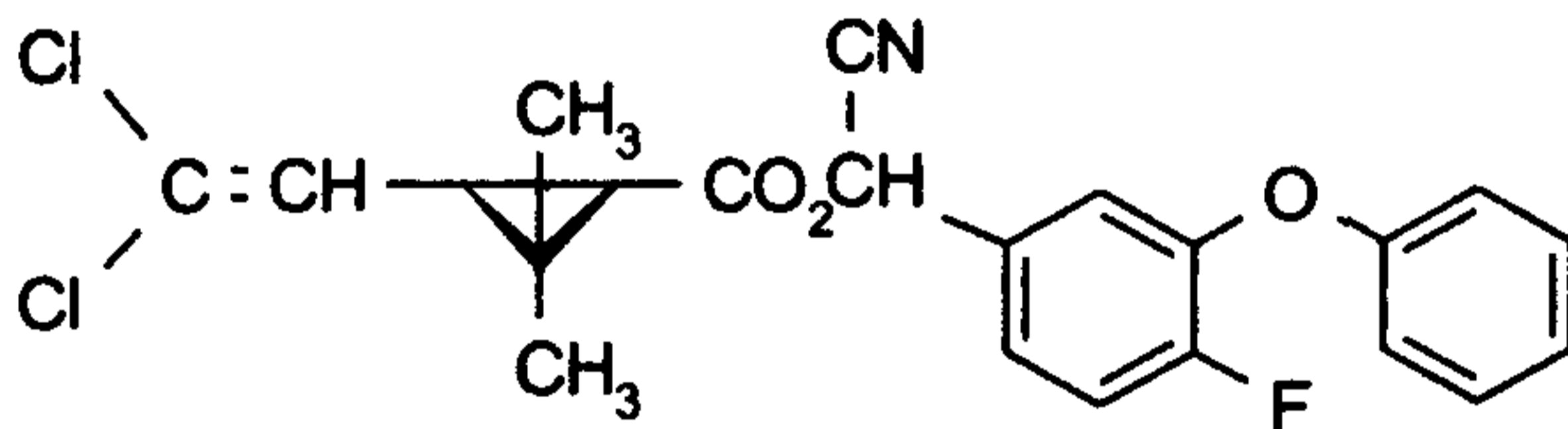
## 1. Вводная часть

Фирма производитель: Байер АГ (Германия).

Торговое название: БЕТАБАЙТРОИД, БУЛЬДОК.

Действующее вещество: бета-цифлутрин.

(RS)- $\alpha$ -циано-4-фтор-3-феноксипензил(1RS,3RS;1RS,3RS)-3-(2,2-дихлорвинил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат.



М. м. 434,3

Бесцветное кристаллическое вещество.

Изомерный состав: реакционная смесь, состоящая из 2-х энантиомерных пар в примерном соотношении 1 (пара II) : 2 (пара IV).

Температура плавления: энантиомерная пара II (S 1R-цис- + R 1S-цис-) – 81 °С; энантиомерная пара IV (S 1R-транс + R 1S-транс) – 106 °С

Давление паров при 20 °С: энантиомерная пара II –  $1 \times 10^{-10}$  мбар; энантиомерная пара IV –  $9 \times 10^{-10}$  мбар.

Хорошо растворим в дихлорметане, толуоле, слабо – в 2-пропаноле и гексане; растворимость в воде при 20 °С – 0,002 мг/л.

Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны – аэрозоль.

*Краткая токсикологическая характеристика*

Острая пероральная токсичность:

ЛД<sub>50</sub> крысы самцы (самки) – 630—670 (757) мг/кг.

Острая дермальная токсичность:

ЛД<sub>50</sub> крысы – более 5 000 мг/кг.

Острая ингаляционная токсичность:

ЛК<sub>50</sub> крысы – более 90—100 мг/м<sup>3</sup>.

Не оказывает раздражающего действия на кожу и глаза.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,1 мг/дм<sup>3</sup>.

ОБУВ в атмосферном воздухе – 0,001 мг/дм<sup>3</sup>.

*Область применения препарата*

Бета-цифлутрин – инсектицид из группы пиретроидов с широким спектром контактного и повреждающего действия на насекомых. Рекомендуется против многочисленных разновидностей грызущих чешуекрылых на картофеле, хлебных злаках и капусте с нормой расхода 0,25 л/га однократно в период вегетации.

## **2. Методика измерения концентраций бета-цифлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии**

### **2.1. Основные положения**

#### **2.1.1. Принцип метода**

Методика основана на определении бета-цифлутрина газожидкостной хроматографией с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Отбор проб воздуха осуществляется концентрированием аэрозоля на бумажные фильтры «синяя лента».

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

#### **2.1.2. Избирательность метода**

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии компонентов препаративной формы, а также пестицидов, применяемых в интенсивной технологии выращивания сельскохозяйственных культур (хлор- и фосфорорганические пестициды, сим-триазины, фенилмочевины, тио- и дитиокарбаматы).

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

Число параллельных определений 6

Предел обнаружения в

хроматографируемом объеме	0,025 нг
Предел обнаружения в воздухе	0,005 мг/м <sup>3</sup> (при отборе 25 л воздуха)
Диапазон определяемых концентраций	0,005—0,050 мг/м <sup>3</sup>
Среднее значение определения	94,2 %
Стандартное отклонение (S)	5,61 %
Относительное стандартное отклонение (DS)	5,95 %
Доверительный интервал среднего	2,78 %
Суммарная погрешность измерения	не превышает 20 %.

### **2.2. Реактивы, растворы и материалы**

Бета-цифлутрин с содержанием д. в. 99,2 %	
Спирт этиловый, ректификованный	ГОСТ 5962—67
Хромасорб W-HP с 3 % OV-101 (0,12—0,16 мм)	
Супелкопорт с 3 % OV-210 (0,16—0,20 мм)	
Бумажные фильтры «синяя лента», предварительно промытые этанолом	
Азот, осч	ГОСТ 9293—74

### **2.3. Приборы, аппаратура, посуда**

Газовый хроматограф «Цвет» или аналогичный, снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР) с пределом детектиро- вания по линдану $4 \times 10^{-14}$ г/см <sup>3</sup> или другой с аналогичными или улучшенными характеристиками	
Хроматографическая колонка стеклянная, длиной 1 м, внутренним диаметром 2—3 мм	
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или аналогичный	ТУ 25-11-917—74
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 34104—80Е
Аспирационное устройство достаточной разрешающей способности (типа ЭА-1)	ТУ 25-11-1414—78
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797—75



Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С	ГОСТ 215—73Е
Аппарат для встряхивания или аналогичный	ТУ 64-1-1081—73
Колбы мерные, вместимостью 100 мл	ГОСТ 1770—74
Цилиндры мерные, вместимостью 10 мл	ГОСТ 1770—74Е
Колбы грушевидные со шлифом, вместимостью 100 мл	ГОСТ 10394—72
Пипетки, вместимостью 0,1; 1 и 5 мл	ГОСТ 20292—74Е
Колбы конические плоскодонные на шлифе, вместимостью 50—100 мл	ГОСТ 9737—70
Воронки конические, диаметром 34—37 мм	ГОСТ 25336—82Е
Фильтродержатели	
Стеклянные палочки	

#### **2.4. 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».

В течение 15 мин последовательно отбирают 3 пробы, для чего воздух с объемным расходом 5,0 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют в течение 5 мин через фильтр «синяя лента».

Фильтры с отобранными пробами, упакованные в полиэтиленовые пакеты, можно хранить в холодильнике в течение 10 дней.

#### **2.5. Подготовка к определению**

##### **2.5.1. Подготовка и кондиционирование колонки**

Готовую насадку (3 % OV-101 на Хромасорбе W-HP) засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 260 °С в течение 10—12 часов.

##### **2.5.2. Приготовление стандартных растворов**

Стандартный раствор бета-цифлутрина с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

Рабочие стандартные растворы с концентрацией 0,025; 0,05; 0,1 и 0,25 мкг/мл готовят из раствора, содержащего 100 мкг/мл бета-цифлу-

трина соответствующим разбавлением гексаном. Растворы хранятся в холодильнике в течение 10 дней.

### *2.5.3. Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика на определение бета-цифлутрина в инжектор хроматографа вводят по 1 мкл рабочего стандартного раствора с концентрацией 0,025; 0,05; 0,1 и 0,25 мкг/мл.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений.

При хроматографировании возможно получение одинарного пика, соответствующего совокупному содержанию 2 энантиомерных пар, или 2 разделенных пиков для энантиомерных пар II и IV. Находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации. При обнаружении на хроматограмме 2 разделенных пиков для энантиомерных пар проводят суммирование их высоты.

Строят градуировочный график зависимости высоты хроматографического пика (одинарного или суммированного) в мм от содержания бета-цифлутрина в пробе в нг.

## *2.6. Описание определения*

Фильтр с отобранной пробой переносят в коническую колбу вместимостью 50—100 мл, заливают 10 мл этилового спирта и помещают на 30 мин на встряхиватель. Растворитель сливают, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями этанола объемом 10 мл, встряхивая 10—15 мин.

Далее объединенный экстракт упаривают в грушевидных колбах на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 45 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают током теплого воздуха. Остаток растворяют в 5 мл ацетона и 1 мкл полученного раствора анализируют по п. 2.7.

### *2.7. Условия хроматографирования градуировочных и анализируемых растворов*

Хроматограф газовый «Цвет-570», с детектором постоянной скорости рекомбинации.

#### *2.7.1. Неподвижная фаза – 3 % OV-101 на Хромасорбе W-HP (0,12—0,16 мм)*

Колонка стеклянная, длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм

Рабочая шкала электрометра  $32 \times 10^{10}$  Ом

Скорость движения ленты самописца 240 мм/ч

Температура термостата колонки 240 °С

	детектора	300 °С
	испарителя	260 °С
	Скорость газа-носителя (азот)	30 мл/мин
	Объем вводимой пробы	1 мкл
	Абсолютное время удерживания:	
	одинарный пик	3 мин
	разделенные пики: энантиомерная пара II	2 мин 15 с;
	энантиомерная пара IV	3 мин 13 с
	Линейный диапазон детектирования	0,025—0,25 нг

### 2.7.2. Альтернативная хроматографическая фаза

Неподвижная фаза – 5 % OV-210 на Супелкопорте (0,16—0,20 мм	
Колонка стеклянная, длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм	
Рабочая шкала электрометра	16 × 10 <sup>10</sup> Ом
Скорость движения ленты самописца	200 мм/ч
Температуры термостата колонки	240 °С
	детектора 320 °С
	испарителя 260 °С
Скорость газа-носителя (азота)	45 мл/мин
Объем вводимой пробы	1 мкл
Абсолютное время удерживания	3 мин
Линейный диапазон детектирования	0,025—0,25 нг

Среднюю высоту пика вычисляют из результатов 3-х последовательных вводов пробы в испаритель хроматографа. Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,25 мкг/мл, разбавляют ацетоном.

### 2.8. Обработка результатов анализа

Содержание бета-цифлутрина в воздухе рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$C = \frac{A B}{b V}, \text{ где}$$

- $C$  – содержание бета-цифлутрина в воздухе, мг/м<sup>3</sup>;
- $A$  – количество вещества, найденное по градуировочному в анализируемом объеме пробы, нг;
- $B$  – общий объем пробы для хроматографирования, мл;
- $b$  – объем пробы, вводимый в хроматограф, мкл;

$V$  – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), л.

$$V = 0,386 \frac{P}{273 + T} \cdot ut, \text{ где}$$

$T$  – температура воздуха при отборе пробы (на входе в аспиратор), °С,

$P$  – атмосферное давление при отборе пробы, мм рт. ст.

$u$  – расход воздуха при отборе пробы, дм<sup>3</sup>/мин,

$t$  – длительность отбора пробы, мин.

### 3. Требования техники безопасности

При выполнении измерений концентраций бета-цифлутрина в воздухе необходимо соблюдать все требования безопасности при работе в химических лабораториях в соответствии с «Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лечебных и санитарно-эпидемиологических учреждениях системы МЗ СССР» (№ 2455-81 от 20.10.81), а также требования, изложенные в документации на прибор.

### 4. Разработчики

Ракитский В. Н., член-кор. РАМН, проф., Юдина Т. В., Федорова Н. Е., Мошлакова Л. А., Ларькина М. В. (Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана).

141000, г. Мытищи Московской обл., ул. Семашко, д. 2.

Телефон: (095) 586-12-76.

**Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых  
продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах  
окружающей среды**

**Сборник методических указаний**

**Выпуск I**

Редакторы Аколова 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