Минсельхозпрод
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 № 23

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1995 г.

gost.e-ecolog.ru

Минсельхозпрод
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 № 23

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1995 г.

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Редакционная коллегия:
Калинин В.А.- к.с.н., профессор, зав.кафедры ТСХА; Пушкина Г.П.- к.б.н., Российский институт лекарственных культур; Борисов Г.С.-зав. КТЛ РРСТАЗР;

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических , контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхозпрода 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: стр.

1. Методические указания по определению диметенамида в воде, зеленой массе, почве и зерне методом газожидкостной хроматографии.
N 6232-91 29 июля 1991 г..... 5
2. Методические указания по определению диметенамида в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.
N 6231-91 29 июля 1991 г..... 9
3. Методические указания по определению оксадиксила в картофеле, огурцах, томатах, сахарной свекле, винограде, почве и воде методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.
N 6270-91 29 июля 1991 г..... 13
4. Методические указания по определению примисульфурона в воде, почве, растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии.
N 6210-91 29 июля 1991 г..... 21
5. Методические указания по определению примисульфурона в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.
N 6211-91 29 июля 1991 г..... 26
6. Методические указания по определению пропаквизафопа в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.
N 6250-91 29 июля 1991 г..... 30
7. Методические указания по определению пропаквизафопа в растительном материале, волокне и семенах хлопчатника, воде и почве методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.
N 6251-91 29 июля 1991 г..... 35
8. Методические указания по определению пропиконазола в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.
N 6246-91 29 июля 1991 г..... 42
9. Методические указания по определению триасульфурона в растительном материале, соломе, воде и почве методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.
N 6177-91 29 июля 1991 г..... 47
10. Методические указания по определению триасульфурона в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослоиной хроматографии.
N 6158-91 29 июля 1991 г..... 53
11. Методические указания по определению хлодинафоп - пропаргила в растительном материале, зерне, почве и воде методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.
N 6253-91 29 июля 1991 г..... 58

12. Методические указания по определению хлодинафоп - пропаргила в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.
N 6252-91 29 июля 1991 г..... 64
13. Методические указания по определению хлортолурона в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.
N 6184-91 29 июля 1991 г..... 69
14. Методические указания по определению хлорфлуазурона в растительных объектах, воде и почве методом жидкостной хроматографии.
N 6150-91 29 июля 1991 г..... 73
15. Методические указания по определению фенаримола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.
N 6275-91 29 июля 1991 г..... 78
16. Методические указания по определению фенпиклонила и имазалила при совместном присутствии в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.
N 6157-91 29 июля 1991 г..... 81
17. Методические указания по определению фенпиклонила в зерне, почве и воде методом газожидкостной хроматографии.
N 6175-91 29 июля 1991 г..... 85
18. Методические указания по определению флувалината в меде и воске методом газожидкостной хроматографии.
N 6223-91 29 июля 1991 г..... 89
19. Методические указания по определению флюгликофена в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии.
N 6247-91 29 июля 1991 г..... 95
20. Методические указания по определению флюгликофена в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.
N 6213-91 29 июля 1991 г..... 100
21.Предметный указатель. 104

"Утверждено" Министерством
здравоохранения СССР
"29"июля 1991 г.

N 6247-91.

Методические указания по определению флюгликофена в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии.

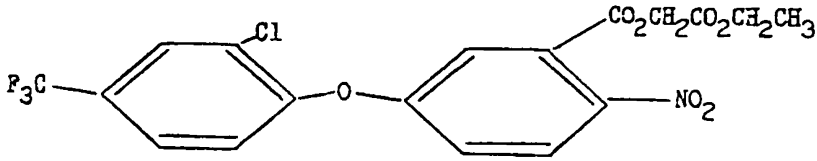
1.Вводная часть.

Сатис, 18% с.п. /триасульфурон, 6% + флюгликофен, 12%/.

-ф. "Сиба", Швейцария.

- Флюгликофен

2-*этокси*-2-*оксоэтил*-5-[2-*хлор*-4-(*трифторметил*) *фенокси*]-2-*нитробензоат*(ИЮПАК).



$C_{18}H_{13}ClF_3NO_7$

М.м. 447,75.

Рыжевато-коричневые кристаллы, температура плавления 48-55° С, растворимость в воде 0,6 мг/л, растворимость в н-гексане 1 г/100 г (при 20° С), растворимость в большинстве органических растворителей 50 г/100 г. Препарат устойчив в кислой среде (при pH 5 гидролиз 231 день), быстро разрушается в щелочной среде (при pH 9 гидролиз 3,6 часа).

Характеристика триасульфурона и метод определения его в воде, растениях, почве приведены в методических указаниях, утвержденных за N 6171-91.

Сатис рекомендован в качестве гербицида в борьбе с однолетними двудольными сорняками, в том числе устойчивыми к 2,4-Д, на пшенице при норме расхода 100-150 г/га в фазу кущения культуры.

Флюгликофен является умеренно токсичным препаратом. Оральная $ЛД_{50}$ для крыс 5000 мг/кг, дермальная 1333 мг/кг. Раздражение кожи и глаз отсутствует.

В почве разлагается быстро. Период полураспада 14 дней.

Разработчики: Письменная М.В., ВНИИГИНТОКС, г. Киев.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на извлечении препарата органическими растворителями, очистке экстрактов активированным углем и последующем анализе методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ) на неподвижной фазе SE-30 с детектором по захвату электронов (ДЕЗ, ДПР).

2.1.2. Избирательность метода.

Рекомендуемые условия ГЖХ позволяют избирательно определять сатис (по флюгликофену) в присутствии хлорорганических, фосфорорганических пестицидов, производных симтриазина и карбаминовой кислоты.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Исследуемый объект	Предел обнаружения, мг/кг (мг/л)	Среднее значение определения, %	Доверительный интервал, при P=0,95 n=5, %	Стандартное отклонение, %	Относительное стандартное отклонение, %
Вода	0,0002	94,8	2,8	2,2	2,9
Почва	0,002	92,2	9,8	3,8	10,6
Растения	0,01	84,6	12,7	4,6	15,0

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, чда., ТУ 6-09-3313-86.

Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-81.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74.

Хлористоводородная кислота, х.ч., ГОСТ 3118-77.

Активированный уголь марки ОУ-"А".

Вода дистиллированная.

Натрия сульфат безводный, х.ч., ГОСТ 4166-81.

Фильтры бумажные беззольные, "красная лента", ТУ 6-09-1678-77.

Неподвижная фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-HMDS.

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74, в баллоне с редуктором.

Флюгликофен (98%).

2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф серии "Цвет" или аналогичный с ДЭЗ (ДПР).

Колонка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3,5 мм.

Аппарат для встряхивания АВУ-1, ТУ 64-1-1081-73.

Баня водяная электрическая, ТУ 64-1-2850-76.

Весы аналитические лабораторные, ГОСТ 19491-74.

Весы технические ВЛКТ-500 г-М.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76, с набором колб на шлифах (емк. 50, 100 мл) или аналогичный.

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10696-75.

Колбы плоскодонные конические емк. 50, 100, 250 мл. ГОСТ 10394-72.
Колбы мерные емк. 100, 250 мл, ГОСТ 1770-74.
Цилиндры мерные емк. 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.
Воронки химические (диам. 60 мм), ГОСТ 8613-81.
Воронки делительные емк. 250, 500 мл, ГОСТ 8613-81.
Пипетки мерные, ГОСТ 1770-74.
Микрошприц на 10 мкл.
Секундомер.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Отбор проб производится в соответствии с требованиями, изложенными в "Унифицированных правилах отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденных заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР N 2051-79 от 21.08.79 г.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартных растворов.

Основной стандартный раствор флюгликофена (ОСР):10 мг флюгликофена растворяют в 100 мл ацетона (100 мкг/мл). Хранить в холодильнике не более 3-х месяцев.

Рабочие стандартные растворы флюгликофена 0,1-0,01 мкг/мл готовят разведением ОСР ацетоном.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку, подкисляют концентрированной хлористоводородной кислотой до pH=4-5 и экстрагируют флюгликофен хлороформом, предварительно насыщенным водой, 3 раза по 30 мл, осторожно встряхивая по 3-4 мин. Объединенный хлороформный экстракт отфильтровывают в колбу для отгонки через обезжиренный ватный тампон (или бумажный фильтр "красная лента") с помещенным на него слоем безводного сульфата натрия (15 г). Отгоняют хлороформ на ротационном испарителе под вакуумом при температуре бани не более 45 °С до ~0,5 мл. Остаток упаривают досуха при комнатной температуре, растворяют в 4 мл ацетона и проводят анализ ГЖХ.

2.6.1.2. Почва. 100 г почвы помещают в коническую колбу, заливают 100 мл ацетона и экстрагируют 30 мин на аппарате для встряхивания. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр "красная лента" в делительную воронку емкостью 500 мл. Оставшуюся в колбе почву дважды промывают ацетоном по 30 мл, каждый раз энергично встряхивая и отстаивая 10-15 мин. Экстракты объединяют в делительной воронке.

Для очистки к полученному ацетоновому экстракту приливают 250 мл дистиллированной воды и экстрагируют препарат хлороформом трижды по 50, 30, 30 мл, осторожно встряхивая 3-4 мин. Объединенный хлороформный экстракт отфильтровывают в колбу для отгонки растворителей через обезжиренный

ватный тампон (или бумажный фильтр "красная лента") с помещенным на него слоем безводного сульфата натрия (15 г) и концентрируют на ротационном вакуумном испарителе до ~0,5 мл. Остаток упаривают досуха при комнатной температуре. Далее проводят очистку активированным углем.

Для проведения очистки сухой остаток растворяют в 15 мл смеси бензол-ацетон (1:3), прибавляют 0,1 г активированного угля и хорошо перемешивают. Колбу опускают в стакан с горячей водой (60-80° С) на 20 мин., затем раствор отфильтровывают через фильтр "красная лента" в колбу для отгонки растворителей. Уголь трижды промывают смесью бензол-ацетон 1:3 по 5 мл, присоединяют смывы к фильтрату. Объединенный фильтрат упаривают до ~0,5 мл на ротационном испарителе под вакуумом при температуре бани не более 45° С. Остаток упаривают досуха при комнатной температуре, растворяют в 10 мл ацетона и проводят определение ГЖХ.

2.4.2.3. Растительный материал (зеленая масса пшеницы).

Растертые листья или зеленые колоски (20 г) экстрагируют 50 мл смеси гексан-ацетон 9:1 в течение 30 мин на аппарате для встряхивания. Экстракцию повторяют дважды. Экстракты объединяют. Далее определение проводится согласно разделу 2.6.1.2.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Измерения проводят на хроматографе с ДЭЗ (ДПР).

Колонка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3,5 мм.

Фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS.

Скорость газа-носителя азота 65 мл/мин.

Скорость продувочного газа (ДПР) 150 мл/мин.

Рабочая шкала электрометра 2.10^{-12}

Скорость диаграммной ленты 240 мм/час.

Объем вводимой пробы 1-5 мкл.

Время удерживания флюгликофена 3,7 мин.

Линейный диапазон определения 0,01-0,4 нг.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте хроматографируемого пика.

Содержание флюгликофена в пробе рассчитывают по формуле:

$$X=\frac{C_{ст}.V_{ст}.H_{пр}.V_{пр}}{H_{ст}.V_{а}.P}$$, где

X - содержание флюгликофена в пробе, мг/кг (мг/л);

Сст - концентрация флюгликофена в стандартном растворе, вводимом в хроматограф, мкг/мл;

Vст - объем стандартного раствора, введенного в хроматограф, мкл;

Нст -высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;

Нпр - высота пика исследуемого раствора, мм;

Va - объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

Vпр - конечный объем анализируемого экстракта, мл;

Р - масса пробы, взятой для анализа, г.

3. Требования техники безопасности.

Выполняются требования безопасности, рекомендуемые для работы с органическими растворителями и токсическими веществами.

Предметный указатель.

1. Ахил- пропаквизафоп.
2.Берет-специаль- феншклонил + имазалил.
3.Берет-фенпиклонил.
4.Дикуран- хлортолурон.
5.Логран- триасульфурон.
6.Маврик- флювалинат.
7.Рубиган- фенаримол.
8.Сандофан- оксаликсил.
9.Сатис- триасульфурон + флюгликофен.
10.Телл- примисульфурон.
11.Тилт- пропиконазол.
12.Топик- хлодинафоп + пропаргил.
13.Фронтьер- диметенамид.
14.Эйм- хлорфлуазурон.

Указатель химических названий по ИЮПАК.

1.Диметенамид- стр. 3, 7
2.Оксаликсил- 11
3.Примисульфурон- 19, 24
4.Пропаквизофон- 28, 33
5.Попиконазол- 40
6.Триасульфурон- 45, 51
7.Хлодинафоп-пропаргил- 56, 62
8.Хлортолурон- 67
9.Хлорфлуазурон- 71
10.Фенаримол- 76
11.Фенпиклонил + имазалил- 79
12.Флюгликофен- 93, 98
13.Флювалинат- 87

Примечание

На странице 104 в указателе химических названий по ИЮПАК надо учесть, что номера страниц сдвигаются на 2 влесед.

Заказ 838. Типография, Ветошный пер., 2. Тираж 1000.

gost.e-ecolog.ru