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 6175-91

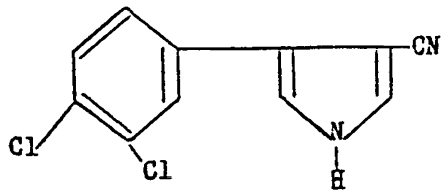
Методические указания по определению фенпиклонила в зерне, почве и воде методом газожидкостной хроматографии.

1. Вводная часть.

Берет, 20% в. р. п.

ф."Сиба", Швейцария.

Фенпиклонил. 4-(2,3 - Дихлорфенил) - 1Н - пиррол - 3 - карбонитрил (ИЮПАК).



$C_{11}H_6Cl_2N_2$

Молекулярная масса: 237,09

Бесцветные кристаллы, температура плавления 152,9° С. Растворимость г/100 мл: ацетон 36, метанол -8,3, изопропанол - 7,7, октанол - 3,6, метиленхлорид - 2,5, Н - гексан - 0,004, вода - 0,0002.

Летучесть при 20° С 4,1 . 10^{-5} мг/м^3 . Давление паров при 20° С - 3,2 . 10^{-9} , при 30° С - 1,6 . 10^{-8} , при 40° С 7,3 . 10^{-8}мм.рт.ст.

Берет - протравитель семян пшеницы и ячменя для борьбы с твердой и каменной головней и снежной плесенью. Применяется при норме расхода 1-2 кг/т.

Фенпиклонил обладает средней токсичностью. $ЛД_{50}$ для крыс и мышей 5000 - 3000 мг/кг.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении препарата из анализируемой пробы органическим растворителем, очистке экстракта на пластинках "Силуфол", последующим определением газожидкостной хроматографией с термоионным детектором.

Разработчики: Скурьят А.Ф., Бунякина Е.М., Кивачишкая М.М., Карченя Г.К., БелНИИЗР, г. Минск.

2.1.2. Избирательность метода.

Другие препараты по сфере применения в данных условиях хроматографирования определению не мешают.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций 0,0005-0,01 мкг.

Нижний предел детектирования - 0,0005 мкг.

Чувствительность определения: зерно - 0,02 мг/кг, почва - 0.01 мг/кг, вода - 0,008 мг/л.

Среднее значение определения %: зерно - 74,2, почва - 82,1, вода - 92,3.

Размах варьирования: зерно - 70,0-90,0%, почва - 72,0- 95,0%, вода - 90-98%.

Стандартное отклонение: зерно - ± 2,67%, почва - ± 2,84%, вода - ± 3,95%.

Доверительный интервал среднего при n=5, p=0,95: зерно - 74,2 ± 5,6; почва - 82.1 ± 6.7; вода - 92,3 ± 7,5.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.

Этиловый спирт, х.ч., ТУ 6-09-7710-77.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75.

Этилацетат, ч. д. а., ГОСТ 22300-76.

Натрий сернокислый безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76.

2.3. Приборы и посуда.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 64-1-8-77.

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-21-1087-73.

Микрошприц МШ N 10, ТУ Е - 2.833.0.24.

Микропипетки, ГОСТ 1770-74.

Колбы конические со шлифом на 250, 500 и 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Воронки делительные, ГОСТ 8613-75.

Воронки конические, ГОСТ 8613-75.

Цилиндры мерные емкостью 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Грушевидные колбы емкостью 50 мл.

Камера для хроматографирования.

Фильтры бумажные.

Пластины "Силуфол" - UV - 254 (ЧССР).

Хроматограф "Цвет - 106" с ТИД.

Стеклянная макрокапиллярная колонка с фазой Е-301 с толщиной пленки 2 мкм, диаметром 0,6 мм, длиной 55 м.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.1970 г. за N 2051-79.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Стандартный раствор берета в ацетоне (50 мкг/мл).

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. Вода. 200 мл золы помещают в делительную воронку с притертой пробкой, заливают 150 мл этилацетата и встряхивают в течение 3-5 мин. Экстракт фильтруют через плотный фильтр и безводный сернокислый натрий. Затем повторно экстрагируют 50 мл этилацетата в течение 3 мин. Объединенный экстракт упари вают на ротационном испарителе (t 69° С) до объема 0,2-0,3 мл (остаток высушивают в токе воздуха). Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона и аликвоту вводят в хроматограф.

2.6.1.2. Почва. 100 г почвы экстрагируют 100-150 мл этилацетата при встряхивании в течение 1,5 часов. Растворитель фильтруют через фильтр с безводным сернокислым натрием. Экстракцию повторяют еще раз в течение 30 мин. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе (t 60° С) до объема 0,2-0,3 мл и проводят очистку.

2.6.1.3. Зерно. 10-20 г измельченного зерна экстрагируют 100-150 мл этилацетата при встряхивании в течение 1,5 часов. Далее определение проводится согласно пункта 2.6.1.2.

На пластинку "Силуфол" UV-254, предварительно разогнанную в камере с ацетоном, в виде полосы наносят сконцентрированный экстракт, рядом наносят пятно стандартного раствора. Пластину хроматографируют в смеси бензол: этанол (11:1). Если грязь находится близко от места нанесения полосы пробы, то пластину тщательно вентилируют, затем хроматографируют повторно в той же смеси. Нельзя допусать перегрузки стартовой полосы. В случае, если экстракт сильно насыщенный, его необходимо нанести на несколько пластин.

Под УФ светом отмечают место расположения стандартного пятна и на том же уровне R_f, с некоторым запасом, отмечают зону пробы. Полосу с зоной пробы вырезают, измельчают ножницами и помещают в коническую колбу на 250 мл, заливают 100 мл ацетона и встряхивают в течение 1 часа. Раствор фильтруют через фильтр, предварительно промытый ацетоном. Экстракцию повторяют еще 2 раза с 50 мл ацетона в течение 30 минут. Объединенный экстракт упаривают, сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона и аликвоту вводят в хроматограф.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Определение проводят на хроматографе "Цвет -106" с термоионным детектором. Используют макрокапиллярную колонку с фазой Е-301, толщина пленки 2 мкм, диаметром 0,6 мм, длиной 55 м. Температура испарителя - 270° С, температура колонки - 250 ° С. Расход газа через колонку - 30 мл/мин. Время удерживания - 2 мин. 45 сек. Рабочая шкала электрометра - $5 \cdot 10^{-10}$ А. Скорость движения ленты самописца - 600 мм/час. При работе на хроматографе "Цвет-106" с ДПР-1, используют колонку с фазой OV-210, на хроматоне N-AW-DMCS, диаметром 3 мм, длиной 1,5 м. Температурные режимы: испарителя -

270° С, колонки - 250° С, детектора - 270° С. Время удерживания - 3 мин. 35 сек.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

Для количественного определения фенпиклонила измеряют высоту пиков проб и стандартных растворов. Содержание препарата в пробе рассчитывают по формуле:

$$X=\frac{M_{ст}.H_{пр}.V_к.V_{ст}}{H_{ст}.V_х.M}$$

где: X - содержание фенпиклонила в пробе, мг/кг или мг/л;

Мст - содержание берета в стандартном растворе, мкг;

Нст - высота пика стандартного раствора, мм;

Нпр - высота пика пробы, мм;

Vк - объем конечного экстракта, мл;

Vст - объем стандартного раствора берета, введенный в хроматограф, мкл;

Vх - объем экстракта пробы, введенный в хроматограф, мкл;

М - навеска пробы в г или мл.

3. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо соблюдать требования техники безопасности, рекомендованные для работ с органическими растворителями, кислотами и сжатыми газами.

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