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" 07 1991 г.

N 6150 - 91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ХЛОРФЛУАЗУРОНА В РАСТИТЕЛЬНЫХ ОБЪЕКТАХ, ВОДЕ И ПОЧВЕ МЕТОДОМ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1. Вводная часть.

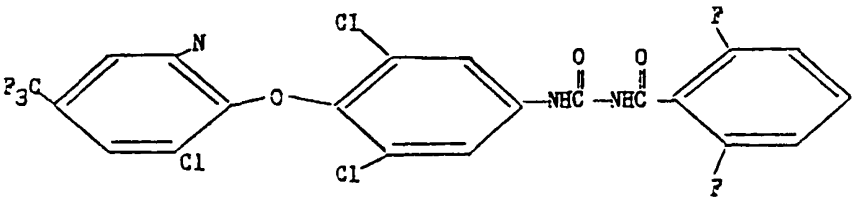
Эйм 12% концентрат эмульсии.

ф.Сиба - Гейги,Швейцария.

Хлорфлуазурон.

N - (2,6 - дифторобензоил) - N'- 4 - (5 - трифторметил - 3 - хлоропиридил - 2 - окса) - 3,5 - дихлорофенил мочевина.(ИЮПАК).

Относится к классу замещенных мочевин.



$C_{20}H_9Cl_3F_5N_3O_3$

Мол.масса 540

Технический продукт - белое кристаллическое вещество.

Температура плавления 226.5 °С . Растворимость в воде при 20° С не более 10 мг/л, в большинстве органических растворителей растворимость слабая.

Разработчики: Петрова Т.М., Остроухова О.К., ВИЗР

Эйм-инсектицид. Препарат рекомендован на хлопчатнике против хлопковой совки при норме расхода 0.4 - 0,8 л/га и на картофеле против колорадского жука в норме расхода 0,10 - 0,15 л/га. Хлорфлуазурон мало токсичен для млекопитающих. Острая оральная токсичность $ЛД_{50}$ для мышей выше 7000 мг/кг. острая дермальная токсичность $ЛД_{50}$ для крыс выше 2000 мг/кг.

МДУ в картофеле составляет 0,05 мг/кг.

2. Методика определения.

2.1.Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на определении хлорфлуазурона жидкостной хроматографией с УФ-детектором. Извлечение препарата из растительных проб производится ацетоном или 50%-ным водным ацетоном, из почв - ацетоном или смесью ацетона с 0,05 н $CaCl_2$ (1:1), а из воды - хлороформом. Очистка проб осуществляется высаливанием, переэкстракцией в хлороформ и колоночной хроматографией на Al_2O_3 (5ст.активности).Элюируют хлорфлуазурон с колонки смесью гексан-диэтиловый эфир (9:1). Далее проводят концентрирование элюата, растворение остатка в метаноле и определение на жидкостном хроматографе.

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Параметры	Значения показателей
Минимально детектируемое количество,нг	2
Диапазон линейного детектирования,нг	2-10
Среднее значение определения,%(n=15)	97.1
Стандартное отклонение среднего определения,%(n=15)	4.7
Доверительный интервал среднего определения,%при P=0,95 (n=15)	97.1±4.7
Предел обнаружения хлорфлуазурона,мг/кг (мг/л)	0.2-0.4

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, ч., ГОСТ 2603 - 79.

Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78.

Натрий сернокислый безводный, ГОСТ 4166-76.

Натрий хлористый, ч.д.а., ГОСТ 4161-77.

Кальций хлористый, х.ч., ГОСТ 4161-76.

Диэтиловый эфир, х.ч., ГОСТ 6262-79.

Метиловый спирт, х.ч., ГОСТ 6995-67.

Оксид алюминия (5 степень активности), ТУ 6-09-3916-75.

Носители: Ultrasphere - ODS (5 мкм С-18).

2.3. Приборы и посуда.

Колбы конические со шлифами, Кн -2-250-24/29 ТХС, ГОСТ 25336-82.
Колбы круглодонные, К-2-100-18 ТХС, ГОСТ 25336-82.

Воронки делительные, ВД-3-250, ХС, ГОСТ 25336-82.

Воронки химические, ВФ-3-100 ХС, ГОСТ 25336-82.

Аппарат для встряхивания колб АВУ-1, ТУ 64-11081-83.

Микрошприц МШ - 10М, ТУ 2-833-106.

Жидкостной хроматограф с УФ - детектором.

Колонки хроматографические, металлические (250 х 4,6 мм).

2.4. Отбор, хранения и подготовка проб.

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции и объектов среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденных МЗ СССР 21.08.1979 г., N 2051 - 79. Для анализа используются средние пробы измельченных листьев, плодов, почвы по 5-10 г,воды - 20 - 50 мл.

2.5. Подготовка к определению.

Стандартный раствор хлорфлуазурона - 1 мкг/мл.

Колонка Al_2O_3 5 степени активности.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. Растительный материал. Измельченную навеску растительной пробы 5 г заливают 50 мл ацетона или водным ацетоном (1:1) и оставляют на сутки. Затем встряхивают в течение 30 минут на аппарате для встряхивания. Фильтруют через бумажный фильтр. Операцию повторяют еще два раза, но встряхивают 10-15 мин. Экстракты объединяют, ацетон удаляют из проб путем отгонки под вакуумом при температуре 40 ° С. Ацетон необходимо удалить полностью во избежание потерь при переэкстракции. Оставшийся водный экстракт с помощью дистиллированной воды переносят в делительную воронку, туда же добавляют 20 мл насыщенного раствора NaCl и проводят переэкстракцию эйма в хлороформ порциями по 25 мл три раза. Хлороформные фракции собирают, объединяют, сушат безводным сульфатом натрия путем фильтрования и упаривают досуха под вакуумом при 40 ° С. Сухой остаток растворяют в 25 мл н-гексана и переносят на колонку с Al_2O_3 (5 степени активности) порциями по 25 мл гексана. Элюируют хлорфлуазурон 100 мл смеси гексан-диэтиловый эфир (9:1). Элюат упаривают досуха под вакуумом при температуре 40 ° С. Остаток растворяют в 2 мл 90% метанола и хроматографируют.

2.6.1.2. Почва. Навеску почвы 25 г заливают 50 мл смеси ацетон-0,05 н $CaCl_2$(1:1). Встряхивают в течение часа или оставляют на ночь для лучшей экстракции. Далее анализ ведут так, как описано в разделе 2.6.1.1.

2.6.1.3. Вода.

100 мл воды помещают в делительную воронку, добавляют 2 г NaCl и 30 мл хлороформа, встряхивают в течение 15 мин. После разделения слоев хлороформную фракцию отделяют. Экстракцию повторяют еще два раза порциями по 10 мл. Объединенные хлороформные фракции сушат безводным сернокислым натрием путем фильтрования или настаиванием с 10 г NaCl. После этого пробу концентрируют под вакуумом при 40° С досуха. Далее анализ ведут так, как описано в разделе 2.6.1.1.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Количественное определение хлорфлуазурона проводят на чешском жидкостном хроматографе Р-206 с УФ-детектором СД 2563 и насосом НРР 5001.

Параметры	Величина значений
Длина и внутренний диаметр металлической колонки, заполненной Ultrasphere-ОД S (5 мкм С-18)	250 х 4,6 мм
Скорость протяжки ленты самописца	0,3 см/мин
Скорость потока жидкости	1,0 мл/мин
УФ-детектор СД 2563, фильтр	254 нм
Объем вводимой пробы	0,5 мкл
Время удерживания	5 мин 40 сек

В хроматограф вводят 0,5 мкл аликвоты пробы образцов и стандартных растворов поочередно. Возможно определение хлорфлуазурона и на других марках жидкостных хроматографов с УФ-детектором. При этом условия хроматографирования могут варьировать в зависимости от типа прибора.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят путем сравнения пиков искомого образца и стандарта при условии, что пики близки по величине и определение ведется в диапазоне линейного детектирования. Количественную оценку пиков проводят по их площади, которая рассчитывается как произведение высоты пика на его ширину, измеренную на половине высоты.

Расчет ведут по формуле:

$$X=\frac{C_{ст}.V_2.A}{A_{ст}.V_1.P}$$

где:

С - количество препарата в пробе, мг/кг (мг/л);

Сст - количество препарата во введенном в хроматограф стандартном растворе, мкг;

Аст - площадь пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, $мм^2$;

А - площадь пика исследуемого раствора, $мм^2$;

V_1 - объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл;

V_2 - объем анализируемого экстракта, мл;

Р - навеска или объем пробы воды, г (мл).

Если при введении в хроматограф пробы получаются слишком большие пики или происходит "зашкаливание", то в хроматограф вводят меньшие объемы или пробу разбавляют, что утитывается при расчете.

3. Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать правила при работе с токсическими и взрывоопасными 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