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 6177-91.

Методические указания по определению триасульфурона в растительном материале, соломе, воде и почве методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

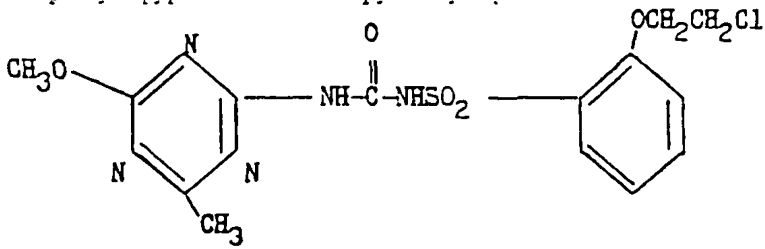
1. Вводная часть.

Логран, /ЦГА 131036 /, 75% в.г.

ф. "Сиба", Швейцария.

Триасульфурон. 3-(6-метокси-4-метил-1,3,5,-триазин-2-ил)-1-2-(2-хлорэтокси)фенилсульфонил-мочевина(ИЮ ПАК).

Триасульфурон относится к группе сульфонилмочевин.



$C_{14}H_{16}ClN_5O_5$

М.м. 401,83

Белые кристаллы с Тпл 186° С. Растворимость в воде при 20° С 1,5 г/л. незначительная растворимость в большинстве органических растворителей.

Логран используется в качестве гербицида против однолетних двудольных сорняков, в том числе устойчивых к 2,4-Д и 2М-4Х на посевах пшеницы и ячменя при норме расхода 6,5-13 г/га.

Триасульфурон умеренно токсичен для теплокровных. Оральная $ЛД_{50}$ для крыс> 5000 мг/кг. дермальная $ЛД_{50}$ > 2000 мг/кг. Вещество не токсично для рыб, птиц, и дафний. Не раздражает слизистую глаз у кроликов, при попадании на кожу наблюдается слабое раздражение.

Разработчики: Кошарновская Т.А., Гиренко Д.Б., ВНИИГИНТОКС, г. Киев.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении триасульфурона из анализируемой пробы метанол-сульфатным буфером (pH 7) в соотношении 2:1. Очистка экстрактов осуществляется распределением между несмешивающимися фазами. Количественное определение остаточных количеств проводят хроматографическими методами (ГЖХ, ТСХ).

2.1.2. Определению не мешают наполнители технического препарата.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг, (мг/л)	Предел обнаружения, мг/кг, мг/л	Среднее значение $\bar{C}$, %	Доверительный интервал при P=0,95, n=5(%)	Стандартное отклонение S (%)	Относительное стандартное отклонение Sr, (%)
Солома	0.04-0.5	0.04	62.8	62.8±1.9	4.4	7.07
Почва	0.02-0.5	0.02	78.2	78.2±1.85	4.1	5.3
Зеленая масса	0,08-0,5	0,08	62,8	62.8±1,8	3,9	6.3
Вода	0.0007-1.0	0.0007	87.4	87.4±0.5	1.14	1.3

2.2. Реактивы и растворы.

Хлороформ, ч., ГОСТ 20015-74.

Метанол, х.ч., ГОСТ 6995-77.

Фосфорная кислота, х.ч., ГОСТ 6552-80.

Фосфатный буфер (pH 7), ГОСТ 8.135-74.

Бикарбонат натрия, х.ч., (чда), ГОСТ 2156-76.

Ацетон, ч., ГОСТ 2601-79.

Азот особой чистоты газообразный, ГОСТ 9293-74.

Хроматон N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30.

Едкий кали, ч.,ГОСТ 9285-78.

Гидразингидрат, чда.

Нитрат серебра, ч., ГОСТ 1277-75.

Бромфеноловый синий, ч., ТУ 6-09-3719-83.

Лимонная кислота, осч., ТУ 6-09-584-75, 2% раствор.

2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф, снабженный термоионным детектором (Цвет, газохром или др.).

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-77.

Колбы конические на шлифе емкостью 250-500 мл, ГОСТ 10394-74.

Колбы грушевидные для отгонки растворителей, ГОСТ 23932-79.

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74.

Делительные воронки, ГОСТ 23336-82.

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-21-1081-73.

Воронки химические, ГОСТ 8613-75.

Индикаторная бумага универсальная, ТУ 6-09-1181-71.

Водяная баня.

Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-106.

Прибор для получения диазометана:

-колба круглодонная трехгорлая, емкостью 500 мл на шлифах (реакционный сосуд);

-холодильник Либиха на шлифах;

-делительная воронка на шлифе (капельница);

-П-образный переходник на шлифах;

-капилляр.

Камера хроматографическая, ГОСТ 23932-79.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-79.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол, ЧССР).

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 21.08.1979 г за N 2051-79.

Хранят пробы в морозильной камере (-14-20° С).

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Стандартный раствор лограна, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл хлороформа. Хранят в холодильнике не более 6 месяцев.

2.5.2. Приготовление проявляющего реактива.

Проявляющий реактив: Раствор А: 50 мл бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона. Раствор Б: 0,5 г нитрата серебра растворяют в 20 мл дистиллированной воды и прибавляют 60 мл ацетона. Растворы А и Б сливают в мерную колбу на 100 мл и доводят ацетоном до метки. После обработки бромфеноловым синим, пластинку обесцвечивают 2% раствором лимонной кислоты.

2.5.3. Подвижная фаза хлороформ: ацетон 9:1.

2.5.4. Получение диазометана.

В реакционную колбу на 500 мл помещают 6 г едкого кали, 3 мл гидразингидрат, 3 мл метанола. Через смесь продувают азот с расходом 100 мл/мин. Из капельницы подают хлороформ со скоростью 1 кап. за 1-2 с. Колбу присоединяют к обратному холодильнику, конец которого снабжен газоотводной трубкой, которая погружена в слой исследуемого ацетонового раствора, находящегося на дне приемника. Приемник охлаждают смесью льда и соли.

Вследствии токсичности и раздражающего действия диазометана прибор должен быть установлен в вытяжном шкафу. При работе использовать индивидуальные средства защиты: экран, перчатки, очки.

После окончания насыщения исследуемого ацетонового раствора (не менее 4 мин), прекращают подачу в реакционную колбу хлороформ, отключают азот, остатки в реакционной колбе заливают водой и тщательно промывают колбу и все части прибора водой.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. Солома. 50 г соломы помещают в коническую колбу емкостью 250 мл (500 мл), приливают 200 мл смеси метанол-фосфатный буфер (pH 7) в соотношении 2:1, встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 1 часа. Отделяют раствор. Колбу и фильтр дважды промывают 50 мл фосфатным буфером (pH 7). Объединяют экстракты и экстрагируют препарат хлороформом трижды по 75 мл. Водную фазу отбрасывают, а хлороформные экстракты объединяют.

Примечание: Логран медленно гидролизуется в кислом растворе. Поэтому следует провести операцию реэкстракции из водной фазы в органическую без перерыва.

2.6.1.2. Растительный материал. 25 г растительного материала помещают в коническую колбу емкостью 250 мл. Далее определение проводят согласно пункту 2.6.1.1.

2.6.1.3. Почва. 100 г почвы помещают в коническую колбу емкостью 500 мл. Далее определение проводят согласно пункту 2.6.1.1.

2.6.1.4. Вода. Не менее 3 л средней пробы воды экстрагируют хлороформом. Хлороформный экстракт переносят в делительную воронку и логран экстрагируют тремя порциями по 100 мл водного раствора бикарбоната натрия (5%). Органическую фазу отбрасывают, водные экстракты объединяют и переносят обратно в делительную воронку, подкисляют фосфорной кислотой до pH 3-4. Препарат экстрагируют тремя порциями по 75 мл хлороформа. Хлороформные экстракты объединяют и упаривают на ротационном испарителе при температуре водяной бани не более 45° С.

2.6.2. Получение производных.

При определении триасульфурона методом ГЖХ проводят метилирование. К сухому остатку приливают 1 мл ацетона и пропускают через этот раствор диазометан в течение 4 мин. После прекращения пропуска диазометана, исследуемому раствору дают постоять 30 мин. Затем выпаривают растворитель досуха. Растворяют по 4 мкл пробы. Одновременно с пробой готовят и стандартные растворы лограна с концентрацией 10 мкл/мл, 5 мкл/мл, 2 мкл/мл.

2.6.3. Условия хроматографирования.

2.6.3.1. ГЖХ.

Хроматограф с термоионным детектором (марки "Цвет 500" и др.).

Колонка стеклянная, длина 1 м, d=3 мм.

Носитель - хроматон N-AW-DMCS (0,16 - 0,20 мм).

Неподвижная фаза - 5% SE-30.

Температура: испарителя - 265 ° С.

Расходы: азота - 34 мл/мин. водорода - 12 мл/мин. воздуха - 150± 80 мл/мин.

Вводимый объем - 4 мкл.

Рабочая шкала электрометра: 64.10^{-10} А.

Скорость протяжки ленты самописца 240 мм/час.

Время удерживания при данных условиях: 4 мин 25 с.

Минимально детектируемое количество: 8 нг.

2.6.3.2. ТСХ.

Пробу количественно наносят на хроматографическую пластинку "Силуфол". Рядом наносят стандартный раствор с различным содержанием лограна (2, 5, 7 и 10 мкг). После этого пластинку помещают в камеру для хроматографирования. Хроматограмму развивают в смеси хлороформ-ацетон (9:1). После развития хроматограммы пластинку вынимают из камеры, помещают ее под тягу и дают возможность испариться растворителям, после чего обрабатывают пластинку из пульверизатора вначале раствором бромфенолового синего, затем раствором лимонной кислоты. Препарат проявляется на пластинках в виде синих пятен на желтом фоне с R_f =0,53 ± 0,03.

2.6.4. Обработка результатов анализа.

2.6.4.1. ГЖХ.

Содержание триасульфурона в пробе рассчитывают по формуле:

$$X=\frac{C_{ст}.V_1.H_2.V_3}{V_2.H_1.M}$$, где

X - количество препарата в пробе, мг/кг, мг/л;

$C_{ст}$ - содержание вещества в стандарте, мкг/мл;

V_1 - объем стандарта, введенного в колонку газового хроматографа, мл;

V_2 - объем анализируемой пробы, введенной в колонку газового хроматографа, мкл;

V_3 - общий объем анализируемой пробы, мл;

H_1 - высота пика стандарта, мм;

H_2 - высота пика анализируемой пробы, мм;

M - масса пробы, взятой для анализа, г.

2.6.4.2. ТСХ.

Количественное определение проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен рабочей пробы и серии стандартов.

Содержание триасульфурона в анализируемой пробе X мг/кг.

$X=\frac{A}{P}$, где

А - количество препарата, найденное на хроматограмме при сравнении со стандартом, мкг;

Р - навеска пробы, г.

3. Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсичными 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