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" Минздравом СССР "29" июля 1991 г. N 6213-91.

Методические указания по определению флюгликофена в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.

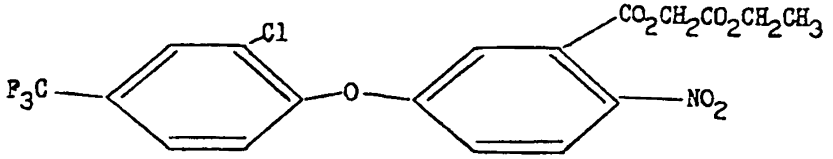
1. Вводная часть.

Сатис, 18% с.п. (триасульфурон, 6% + фторгликофен, 12%).

ф. "Сиба", Швейцария.

Флюгликофен.

2-этокси-2-оксоэтил-5-[2-хлор-4-(трифторметил)фенокси]-2-нитро бензоат (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 1г/100 г (при 20° С), в большинстве органических растворителей 50 г/100 г. При применении препарат может находиться в воздухе рабочей зоны в виде аэрозоля.

Характеристика триасульфурона и метод измерения его концентраций в воздухе рабочей зоны приведены в методических указаниях, утвержденных за N 6168-91.

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 анализе основного компонента - флюгликофена методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ) на неподвижной фазе 5% SE-30 с детектором по захвату электронов.

2.1.2. Избирательность метода.

Рекомендуемые условия ГЖХ позволяют избирательно определять флюгликофен в присутствии хлорорганических, фосфорорганических пестицидов, производных симмтриазина и карбаминовой кислоты.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,01 нг.

Предел измерения в воздухе (при отборе 60 л воздуха) - 0,00005 мг/м^3. Диапазон измеряемых концентраций 0,00002 мг/м^3 -10 мг/м^3 .

Граница суммарной погрешности измерения флюгликофена в воздухе методом ГЖХ± 15,9%.

2.2. Реактивы и растворы.

Фильтры "синяя лента".

Ацетон, чда., ТУ 6-09-3313-86.

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

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.

Микрошприц на 10 мкл.

Секундомер.

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1862-82.

Фильтродержатели, диаметр 6-8 см.

Весы аналитические ВЛА-200.

Ротационный вакуумный испаритель типа ИР-1М, ТУ 20-11-917-74 или аналогичный с набором колб емк. 25, 50, 100 мл.

Колбы конические широкогорлые или стаканы емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные емк. 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Воздух со скоростью 2 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 30 минут. Отобранные пробы могут храниться в холодильнике не более 3-х суток.

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 препарата 0,1-0,01 мкг/мл готовят разведением ОСР ацетоном.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Бумажный фильтр вынимают из фильтродержателя, помещают в колбу или стакан и заливают 10-15 мл ацетона. Оставляют на 15 мин, периодически встряхивая, и сливают экстракт в колбу для отгонки растворителей. Затем экстрагируют из фильтра новой порцией ацетона. Объединенные ацетоновые экстракты концентрируют до ~0,3 мл на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не более 45° С. Остаток упаривают досуха при комнатной температуре, растворяют в 1 мл ацетона и 3 мкл вводят в газовый хроматограф.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Измерение проводят на хроматографе с ДЭЗ (ДПР).

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

Фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS.

Температура колонки 230° С, испарителя 250° С, детектора 260° С.

Скорость газа-носителя азота 65 мл/мин.

Скорость продувочного газа (ДПР) азота 150 мл/мин.

Рабочая шкала электрометра 2.10^{-12}

Скорость диаграммной ленты 240 мм/час.

Объем вводимой пробы 1-3 мкл.

Время удерживания флюгликофена 3,7 мин.

Линейный диапазон определения 0,02-0,4 нг.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

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

Концентрацию флюгликофена (мг/м^3) рассчитывают по формуле:

$$X=\frac{C_{ст}.V_{ст}.H_{пр}.V_{пр}}{H_{ст}.V_{а}.V}$$

где :

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;

V - объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, л.

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