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 6157-91.

Методические указания по определению фенпиклонила и имазалила при совместном присутствии в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.

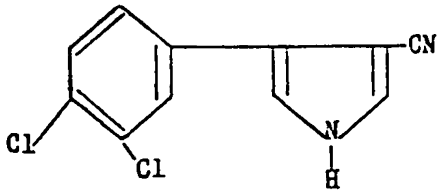
1. Вводная часть.

Берет-специаль, 24% в.р.п. (20% фенпиклонила, 4% имазалил).

Берет-универсал, 57% в.р.п. (10% фенпиклонила, 2% имазалил, 45% карбоксин.

ф. "Сиба", Швейцария.

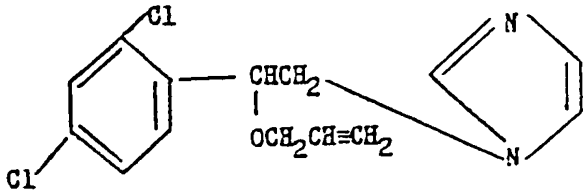
Фенпиклонил. 4-(2,3-дихлорфенил)-1Н-пиррол-3-карбонитрил. (ИЮПАК).



$C_{11}H_6Cl_2N_2$
М.м. 237,1.

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. 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.; летучесть при 20° С $4{,}1.10^{-5}$ мг/м^3. При применении может находиться в виде аэрозоля.

Имазолил - 1,2-(2,4-дихлорфенил)-2-(пропен-2-ил-1-окси)-1Н-имидазол.



$C_{14}H_{14}Cl_2N_2O$
М.м. 297,0.

Желтовато-коричневая маслянистая жидкость: d^{23} 1,2429, n_d^{20} 1,5643. Растворимость в воде при 20° С 0,3 г/л; хорошо растворим в органических растворителях. Давление паров при 20° С 7.10^{-8} мм. рт. ст., летучесть при 20° С $1{,}1.10^{-3}$ мг/ м^3. При применении может находиться в виде аэрозоля.

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

Карбоксин (витавакс) - методика измерения концентраций витавакса в воздухе рабочей зоны (тонкослойная хроматография и спектрофотометрия) утверждена за N 1992 от 6.06.1979 и опубликована в сб. "Методические указания на методы определения вредных веществ в воздухе", 1979, вып. XV, стр. 27.

Берет-специаль, и берет-универсаль применяются в качестве протравителя семян зерновых культур для борьбы с твердой головней, снежной плесенью, септориозом, пятнистостью и корневыми гнилями в норме расхода 1-2 кг/т.

Препарат обладает низкой токсичностью. $ЛД_{50}$ для крыс фенпиклонила 5000 мг/кг, а имазалила 320 мг/кг.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на анализе препаратов берет и имазолил при совместном присутствии методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с детектором по захвату электронов (ДЭЗ, ДПР) на неподвижной фазе 3% ОУ-17.

2.1.2. Избирательность метода.

Определению не мешают хлорорганические пестициды (кельтан, дилор, изомеры ГХЦГ, ДДТ и его метаболиты), пиретроиды (децис, рипкорд, суми-*а* и др.); время удерживания пиретроида перметрина (амбуша) близкое к времени удерживания берета (5,1 мин. и 4,9 мин. соответственно), однако в технологиях защиты растений одновременное присутствие этих пестицидов в воздухе рабочей зоны исключается.

Определению имазалила может мешать наличие карбоксина (витавакса), имеющего близкое время удерживания (уд. имазалила 1,5 мин, уд. карбоксина 2,0 мин). В связи с этим при анализе препарата "берет-универсал" определение карбоксина следует провести методом ТСХ, указанным выше, а содержание имазалила установить по разности содержания веществ установленного методом ГЖХ в смеси, при этом следует учитывать, что предел обнаружения имазалила 0,2 нг, а карбоксина 20 нг в анализируемом объеме.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы: берет - 0,5 нг, имазолил - 0,2 нг.

Предел измерения в воздухе (при отборе 150 л воздуха): берет 0,0007 мг/м^3, имазолил 0,0004 мг/м^3.

Диапазон измеряемых концентраций: берет 0,0007-10 мг/м^3, имазолил 0,0004-5 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности измерения в воздухе берета $\pm$ 17,3%, имазолила $\pm$ 15,5%.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, хч., ГОСТ 2603-79.

Неподвижная фаза 3% ОУ-17 на хроматоне N-AW-DMCS.

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

Воздух из балона или нагнетаемый компрессором.

Берет, хч. (99.7%).

Имазолил, хч., (99.8%).

Карбоксин, хч., (99.7%).

2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф серии "Цвет 106" или аналогичный с детектором по захвату электронов (ДЭЗ, ДПР).

Хроматографическая колонка стеклянная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Аспирационное устройство для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862-82.

Весы аналитические ВЛА-200 ГМ, 2 кл, ГОСТ 19491-74.

Фильтродержатели.

Секундомер.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74, с набором колб для отгонки емкостью 50, 100 мл.

Пипетки на 0,1-5 мл, ГОСТ 1770-74.

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

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

Микрошприц емкостью 10 мкл, МШ-10 SE.2.833.024.

2.4. Хранение и подготовка проб.

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", вложенный в фильтродержатель. Максимальное время отбора 30 мин. Срок хранения проб не более 3-х суток.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартных растворов.

Основные стандартные растворы в ацетоне по 100 мкг/мл берета, имазолила, карбоксина. Хранить в холодильнике не более 3-х месяцев.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Фильтр вынимают из фильтродержателя, измельчают ножницами на кусочки размером ~ 1 см, помещают в колбу или стакан и заливают 10 мл ацетона. Оставляют на 15 мин, периодически встряхивая, и сливают экстракт в колбу для отгонки растворителей. Затем экстрагируют из фильтра новой порцией ацетона. Объединяют ацетоновые экстракты и концентрируют до ~ 0,5 мл на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не более 45°С. Переносят экстракт в мерную пробирку, ополаскивая колбу ацетоном. Доводят экстракт в пробирке до 1-2 мл ацетоном и анализируют методом ГЖХ.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Детектор постоянной скорости рекомбинации.

Длина колонки 1 м, внутренний диаметр колонки 3 мм.

Неподвижная фаза - 3% ОУ-17 на хроматоне N-AW-DMCS.

Температура колонки 250° С.

Температура детектора 270° С.

Температура испарителя 270° С.

Скорость газа-носителя-азота 65 мл/мин.

Скорость продувочного газа-азота 150 мл/мин.

Рабочая шкала электрометра 2.10^{-12} а.

Скорость диаграммной ленты 240 мм/час.

Объем вводимой пробы 3 мкл.

Время удерживания: берета - 4,1 мин; имазалила - 1,5 мин.

Линейный диапазон определения: берета 0,5-15 нг, имазолила 0,2-7 нг.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

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

Концентрацию пестицида (берета, имазолила) в воздухе рабочей зоны рассчитывают по формуле:

$$X=\frac{C_{ст}\cdot V_{ст}\cdot H_{пр}\cdot V_{пр}}{H_{ст}\cdot V_{а}\cdot V}, мг/м^3, где$$

Сст - концентрация пестицида 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, при веденный к нормальным условиям, л

Для идентификации имазалила в присутствии карбоксина (в препарате "берет-универсал") после ГЖХ анализа (и установления Нпр) проводится определение концентрации карбоксина (витавакса) из этого же экстракта методом ТСХ, указанным выше. Затем в газовый хроматограф вводят стандарт карбоксина соответствующий содержанию его в пробе и по разности высот пиков определяют высоту пика имазалила (Нимаз).Нимаз = Нпр - Нстандарта карбоксина, количественно соответствующего его содержанию в пробе найденному ТСХ. Подставляют значение Нимаз. вместо Нпр в приведенную выше формулу расчета Х.

3. Требования техники безопасности.

Соблюдать все необходимые требования при работе в химических лабораториях 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