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 6275-91.

Методические указания по определению фенаримола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.

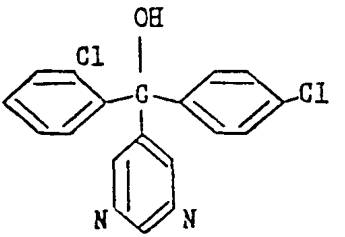
1. Вводная часть.

Рубиган, 12% концентрат эмульсии.

ф. "Дау Эланко", США.

Фенаримол.

Пиридимил-5(2-хлорфенил)(4-хлорфенил)метанол (ИЮПАК).



$C_{17}H_{12}Cl_2ON_2$

М.м. 331,2

Белое кристаллическое вещество, Тпл 117-119° С.

Растворимость в воде при 25° С 13,7 мг/л, в основных органических растворителях: ацетоне - 250 мг/л, хлороформе - 500 мг/л, циклогексане - 500 мг/л.

Рубиган -системный фунгицид. Рекомендован для борьбы с мучнистой росой и серой гнилью на виноградной лозе, черной смородине, землянике, огурцах, а также против парши на яблоне.

Фенаримол малотоксичен для пчел и других насекомых. $ЛД_{50}$ для крыс 2500 мг/кг.

ДОК в странах Западной Европы в плодах 0,3 мг/кг.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на определении фенаримола тонкослойной хроматографией на пластинках "Силуфол". Извлечение препарата из проб воздуха производится н-гексаном.

Разработчики: Кузнецова Е.М., Гиренко Д.Б., УкрНИИГИНТОКС, г. Киев.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Минимально определяемое количество - 2 мкг.

Диапазон измеряемых концентраций - 0,02-0,2 мг/м^3.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, чда., ТУ 6-09-3313-86.

Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78.

Натрия сульфат безводный, чда., ГОСТ 4166-76.

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77. Бромфеноловый синий, ТУ 6-09-3719-83.

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-81.

Кислота лимонная, ГОСТ 3652-74, 2%-ый водный раствор (уксусная ледяная, хч., ГОСТ 18270-72).

Пластинки "силуфол" (Хемапол, ЧССР).

2.3. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77.

Фильтродержатели.

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

Колбы конические на шлифе емк. 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Воронки химические, ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные, ГОСТ 23932-79.

Пипетки на 0,1 мл и 1 мл, ГОСТ 1770-74.

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

Водяная баня, ТУ 64-1-425-72.

Пенополиуретановая прокладка (промытая гексаном и высушенная на воздухе; d по диаметру фильтродержателя, толщина l= 10-15 мм).

Камера хроматографическая.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-79.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Воздух со скоростью 5 л/мин. аспирируют через помещенную в фильтродержатель пенополиуретановую прокладку (фильтр) в течение 20 мин. Длительность хранения проб в холодильнике до 5 дней.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартных растворов.

Стандартный раствор фенаримола, содержащий 100 мкг/мл чистого вещества готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более месяца.

2.5.2. Проявляющий реагент. В 10 мл ацетона растворяют 0.05 г бромфенолового синего и доводят до 100 мл 1%-м раствором нитрата серебра в водном ацетоне (ацетон-вода 3:1). Через 5 мин. после опрыскивания хроматограмму обрабатывают 2%-м раствором лимонной кислоты или 10%-м раствором уксусной кислоты.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Пенополиуретановую прокладку (фильтр) помещают в коническую колбу и приливают 50- 70мл гексана (до покрытия прокладки). Экстрагируют пестицид из прокладки (фильтра) в течение 1 часа. Экстракцию повторяют дважды. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия (5-7 г) и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0.2-0,3 мл при температуре бани не выше 30° С. Сухой остаток смывают 0,5 мл ацетона и хроматографируют.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Раствор пробы после упаривания с помощью капилляра или микропипетки количественно наносят на пластинку "Силуфол" так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Стенки колбы смывают несколькими каплями растворителя, который наносят в центр пятна. Рядом с пробой наносят серию стандартных растворов, содержащих 2; 5; 7 и 10 мкг препарата, после чего пластинку помещают в хроматографическую камеру. После подъема фронта смеси растворителей (гексан-ацетон 2:1) на 10 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе, обрабатывают бромфеноловым реагентом, после чего пластинку опрыскивают 2%-м раствором лимонной кислоты. Препарат проявляется в виде ярко-голубых пятен на желтом фоне. Величина R_f =0,42± 0,05.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

Концентрацию фенаримола (X) в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X=\frac{G}{V_{20}}, \text{где}$$

G - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме, мкг;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям,л.

3. Требования техники безопасности.

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР N 2255-81 от 20.10.81 г.

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