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 6184-91.

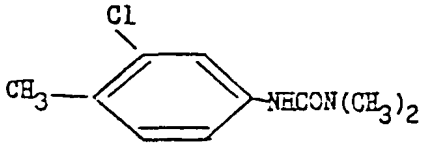
Методические указания по определению хлортолурона в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.

1. Вводная часть.

Дикуран, 80% с.п.

ф. "Саба", Швейцария.

Хлортолурон, (N-(3-хлор-4-метилфенил)-N',N'-диметилмочевина) - гербицид, применяющийся против однолетних двудольных и злаковых сорняков.



Эмпирическая формула $C_{10}H_{13}ON_2Cl$

Молекулярная масса 212,54.

Белое кристаллическое вещество с Тпл. 147-148° С. Растворимость в воде при 20-25° С - 10 мг/л. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей, особенно хорошо в ароматических хлоруглеводородах.

Дикуран рекомендуется в качестве гербицида для борьбы с сорными растениями, в том числе устойчивыми к 2,4 - д' в посевах озимой пшеницы при норме расхода 1,5-2,0 кг/га и ма ка масличного, мачка желтого, подорожника блошного при норме расхода 2-4 кг/га.

Хлортолурон малотоксичен: $ЛД_{50}$ для крыс > 10 г/кг, обладает слабой кожнорезорбтивной токсичностью.

Период полураспада около 30 дней. К началу уборки остатки пестицида в почве и растительности не обнаруживались.

В странах Западной Европы ДОК в продуктах питания 0,05-0,1 мг/кг.

Разработчики: Демченко В.Ф., Давидюк Е.И., ВНИИГИНТОКС, г. Киев.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на улавливании препарата из паровой и аэрозольной фазы воздуха на фильтры "синяя лента" (аэрозоль) и поглотительный раствор (пары), гидролизе проб, получении производного дикурана и измерении массовой доли препарата в пробах воздуха методом газожидкостной хроматографии с помощью детектора по захвату электронов (постоянной скорости рекомбинации).

2.1.2. Избирательность метода.

Метод избирателен в присутствии стойких глобальных загрязнителей атмосферы типа ДДТ.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Показатели точности измерений	Аэрозоль (фильтры "синяя лента")	Пары (поглотительный раствор)
Среднее значение определения (%)	88	91
Стандартное отклонение (%)	4,5	4,2
Относительное стандартное отклонение (%)	2,3	2,2
Доверительный интервал (± %)	7,9	7,6
Относительная погрешность измерений (± %)	8,9	8,2
Предел обнаружения ($мг/м^3$)	0,0003	

2.2. Реактивы и растворы.

Азот (особой чистоты), ГОСТ 9293-74.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

н-Гексан, ч., ГОСТ 6-09-3375-78.

Кислота серная, ч., ГОСТ 3118-77.

Натрия бикарбонат, ГОСТ 2156-76.

Натрия гидроокись, ГОСТ 4328-77.

Натрия сульфат безводный (прокаленный), ГОСТ 4166-76.

Перфторомасляный ангидрид.

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

2.3. Приборы и посуда.

Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с, ТУ 64-1-2451-78.

Испаритель ротационный ИР-1М. ТУ 25-11-917-75.
Установка компрессорная, ТУ 64-1-2985-70.
Фильтродержатели.
Хроматограф газожидкостной серии "Цвет" или другой марки с ДПР.
Колонка насадочная стеклянная (1 м х 3 мм).
Воронки делительные. ГОСТ 8513-75.
Воронки конические. ГОСТ 8613-75.
Колбы конические на шлифе, ГОСТ 10394-72.
Колбы грушевидные со шлифом. ГОСТ 10864-72.
Колбы мерные, ГОСТ 22524-77.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Воздух со скоростью 1 л/мин в течение 30 мин пропускают через фильтр "синяя лента" и дрексельную склянку с 50 мл поглотительного раствора (вода-ацетон 4:1). Поглотительный раствор затем переливают в делительную воронку на 250 мл, дрексель ополаскивают 20 мл хлороформа, который также смывают в воронку, после этого производят переэкстракцию дикурана в хлороформ. Операцию повторяют еще 2 раза. Экстракт пробы высушивают сульфатом натрия. При необходимости пробы можно сохранять в холодильнике в течение 10 дней в герметично закрытой посуде.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Стандартный раствор производного дикурана в н-гексане с массовой долей 0,5 мкг/мл.

2.5.2. Приготовление растворов.

Поглотительный раствор (смесь дистиллированной воды с ацетоном в объемном соотношении 4:1).

50% водный раствор гидроокиси натрия (200 г гидроокиси растворяют в 200 мл дистиллированной воды).

1% водный раствор бикарбоната натрия (1 г бикарбоната натрия растворяют в 99 мл дистиллированной воды).

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Отдельные экстракты проб воздуха в хлороформе (аэрозоль и пары) упаривают на ротационном испарителе при 50° С до 1-2 мл и затем в токе азота или сжатого воздуха. К сухому остатку пробы аккуратно пипеткой приливают 3 мл концентрированной серной кислоты, смачивая ею внутреннюю поверхность колбы, закрытую пробкой колбу оставляют на 30 мин. Спустя 30 мин в колбу приливают 50 мл дистиллированной воды и затем 8 мл 50% раствора гидроокиси натрия. Содержимое колбы осторожно перемешивают и охлаждают.

После охлаждения водный раствор пробы переносят в делительную воронку на 250 мл. Колбу ополаскивают 20 мл н-гексана и, слив его в воронку, производят переэкстракцию препарата в органический растворитель. Операцию повторяют еще 2 раза, беря по 10 мл н-гексана.

Гексановый экстракт высушивают сульфатом натрия и упаривают на ротационном испарителе при 50° С до небольшего объема и затем в токе азота досуха.

2.6.2. Получение производных.

Сухой остаток растворяют в 5 мл н-гексана и, добавляя 5 мкл пентафторомасляного ангидрида, содержимое перемешивают. Через 5 мин в колбу приливают 20 мл 1 % бикарбоната натрия и, закрыв ее притертой пробкой, содержимое взбалтывают в течение 1-2 мин. Гексан отделяют в делительной воронке и, высушив сульфатом натрия, упаривают до 1 мл.

Производное дикурана (в качестве стандарта) получают аналогичным путем.

2.6.3. Условия хроматографирования.

Из образца пробы в н-гексане, сконцентрированной до 1 мл, аликвотную часть (5 мкл) вводят в газовый хроматограф с ДПР(серии "Цвет 100", "Цвет 500" и других марок) и проводят анализ при следующих условиях хроматографического режима: неподвижная фаза - хроматон N-AW-HMDS (0,16-0.20) с 5% SE-30 (размер стеклянной колонки 1 м х 3 мм); Т дет. 240, Т исп. 210, Т кол. 130° С; шкала электрометра 20.10^{-12} А; подача газа-носителя 50 мл/мин, поддувки - 150 мл/мин; скорость движения диаграммной ленты 240 мм/ч. Время удерживания производного дикурана 6 мин 55 с.

Для повышения предела обнаружения дикурана в пробе воздуха параллельные пробы можно объединить.

2.6.4. Обработка результатов анализа.

Расчет содержания хлортолурона в воздухе проводится в паровой фазе и аэрозоле раздельно по формуле:

$$X^{мг}/_{м^3} = \frac{A.h_2.V}{h_1.v.P}, \text{ где}$$

A - концентрация препарата, введенная в хроматограф из стандартного раствора, нг;

h_1 - высота выходного сигнала стандарта, мм;

h_2 - высота выходного сигнала пробы, мм;

V - объем раствора пробы, используемый для анализа, мл;

v - объем пробы, введенный в хроматограф, мкл;

P - объем отобранной пробы воздуха, л.

3. Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, кислотами, щелочами, токсичными веществами и электрооборудованием.

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