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 6252-91

Методические указания по определению хлодинафоп-пропаргила в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

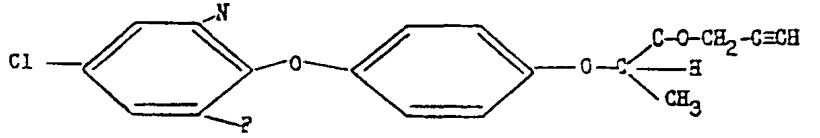
1. Вводная часть.

Топик. 8% концентрат эмульсии.

ф."Сиба", Швейцария.

Хлодинафоп-пропаргил 80 г/л + антидот 20 г/л.

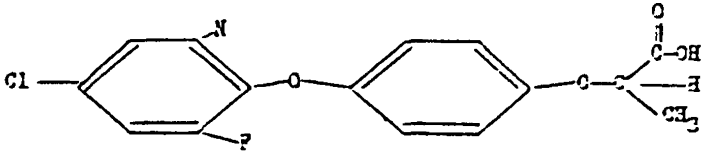
2-пропинил-(R)-2-[4-(5-хлоро-3-фтор-2-пиридинилокси)-фенокси]-пропионат CGA 184927 (ИЮПАК).



$C_{17}H_{13}ClFNO_4$

М.м. 349,75.

Кристаллическое вещество белого цвета, Тпл 65° С. Растворимость в воде 0.7 мг/л при 20° С. Давление пара при 20° С $2.4.10^{-9}$ торр.Метаболит топика - 2-[4-(5-хлоро-3-фтор-2-пиридинилокси)-фенокси]-пропионовая кислота. CGA 193469.



$C_{14}H_{11}ClFNO_4$

М.м. 311.60.

Топик - гербицид, рекомендованный для борьбы с однолетними злаковыми сорняками в посевах яровой пшеницы. Применяется по всходам культуры при норме расхода 0,4-0,75 л/га.Хлодинафоп-пропаргил относится к малоопасным препаратам. Острая оральная $ЛД_{50}$ для крыс 1829 мг/кг, дермальная 2000 мг/кг. Не раздражает кожу и слизистую глаз у кроликов.

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

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение препарата основано на хроматографическом (ТСХ) разделении в тонком слое пластинок "Силуфол" в подвижной фазе гексан: этилацетат: уксусная кислота и проявлении реагентом на основе бромфенолового синего. Газохроматографический метод определения хлодинафоп-пропаргила основан на извлечении метаболита топика CGA 193469, после гидролиза в кислой среде, органическими растворителями и последующем определении с ДПР в виде бензильного производного.

2.1.2. Избирательность метода.

Определению не мешают наполнители технических препаратов.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - для ГЖХ - 0,2 мкг; для ТСХ - 1,0 мкг.

Предел измерения в воздухе - (при отборе 100 л воздуха): ГЖХ - 0.002 мг/м^3 ; ТСХ - 0,01 мг/м^3 .

Диапазон измеряемых концентраций - ГЖХ - 0.002-0,2 мг/м^3 ; ТСХ - 0,01-1,0 мг/м^3 .

Граница суммарной погрешности измерения - ГЖХ - 6.63%; ТСХ - 11,2%.

2.2. Реактивы и материалы.

Ацетон, осч., ТУ 6-09-3513-86.

Гексан, ТУ 6-09-3375-78.

Эфир диэтиловый, медицинский.

Этилацетат, ч.д.а., ГОСТ 22300-76.

0.1 N HCl (фиксанал).

1,0 N HCl (фиксанал).

1.0 N NaOH (фиксанал).

Сульфат натрия безводный.

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий, ч.д.а., ТУ 6-09-1068-76.

Уксусная кислота, х.ч., 5%-ный раствор.

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74.

Неподвижная фаза - 5% ХЕ-60 на Хроматоне N-AW-DMCS.

Пентафторбензилбромид, ч., 1%-й раствор в ацетоне (реактив по заказу синтезирует институт органической химии СО АН СССР, 630090, г. Новосибирск, пр-т Лаврентьева, д. 9).

2.3. Приборы и посуда.

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862-77.

Фильтродержатели.

Ротационный испаритель, ИР-1М ТУ-25-11-917-79.

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

Колбы конические емкостью 300, 100 мл, ГОСТ 10394-74.

Колбы круглодонные емкостью 250, 100, 50 мл ОКШ 500-29/50-М, ГОСТ 10384-72.

Аппарат для встряхивания, ТУ 25-11-917-79.

Пипетки на 0,1; 2,0 и 10 мл, ГОСТ 1770-74.

Хроматограф марки "Цвет" с ДПР.

Колонка стеклянная длиной 1 м и внутренним диаметром 3,5 мм.

Микрошприц МШ-10, 10 мкл, ТУ 2.833.106.

Камера хроматографическая, ГОСТ 23932-79.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-79.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол, ЧССР).

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Воздух со скоростью 5 л/мин. аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 20 мин. Пробы сохраняются в холодильнике в течение месяца без изменений.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Основной стандартный раствор (ОСР) тошика с концентрацией 100 мкг/мл готовят взятием навески 10 мг (0,0100 г) и растворением в ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Хранить в холодильнике в течение 3-х месяцев.Рабочие стандартные растворы с содержанием 10 мкг/мл и 1,0 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением ОСР ацетоном. Хранить в холодильнике в течение 2-х месяцев.

2.5.2. Приготовление буферного раствора.

Буферный раствор с pH=3,0. Готовят растворы: Раствор N 1. 0,1 N раствор HCl; Раствор N 2. 1,0 N раствор NaOH;Раствор N 3. 21,04 г лимонной кислоты помещают в 1,0 л мерную колбу, 200 мл 1N раствора NaOH и доводят до метки дистиллированной водой;Раствор N 4 (буферный раствор с pH=3): 40,3 мл раствора N 3 доводят 0,1 N раствором HCl до 100 мл.

2.5.3. Подвижная фаза для ТСХ.

Гексан: этилацетат: уксусная кислота = 66: 33: 1.

2.5.4. Проявляющий реактив.

Проявляющий реагент - 0.05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 0,5%-м водно-ацетоновым раствором (1:3) нитрата серебра. Хранить в темном прохладном месте.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов методом ТСХ.

Бумажный фильтр помещают в колбу и заливают 50 мл ацетона, экстрагируют в течение 30 мин. на аппарате для встряхивания. Экстракт сливают через слой безводного сульфата натрия в колбу для упаривания. Экстракцию повторяют. Объединенные экстракты упаривают в вакууме на ротационном испарителе при температуре водяной бани 40° С до объема 0,2 мл.

2.6.2. Экстракция и очистка экстрактов методом ГЖХ.

Бумажный фильтр помещают в колбу на 300 мл и заливают 70 мл смеси ацетон: буферный раствор с pH=3 (80:20). Экстрагируют 30 мин. Фильтруют. Экстракцию повторяют. Объединенные экстракты концентрируют в вакууме при температуре 40°С до 30 мл (V_2). Из V_2 берут аликвоту 6,0 мл (V_3) и прибавляют 60,0 мл 0,1 N раствора HCl, плотно закрывают колбу пробкой на шлифе и проводят гидролиз при 100° С в течение 40 мин. Охлаждают, экстрагируют метаболит топика смесью гексан: эфир (4:1) 3х10 мл. Экстракт сушат безводным сульфатом натрия и упаривают в вакууме водоструйного насоса досуха. Сухой остаток растворяют в 10 мл ацетона, затем прибавляют 0,2 мл 1%-ного раствора пентафторбензилбромида в ацетоне, 3,0 г сульфата натрия и 30 мкл 30%-ного водного раствора углекислого калия, промытого бензолом. Бензилирование проводят в колбе, снабженной обратным холодильником, при 70-75° С в течение 40 мин. Охлаждают и 3 мкл вводят в хроматограф.

2.6.3. Условия хроматографирования.

2.6.3.1. ГЖХ.

Температура колонки - 220° С.

Температура испарителя - 260° С.

Температура детектора - 260° С.

Расход газа-носителя (азота) - 60-75 мл/мин.

Рабочая шкала электрометра - 20.10^{12} .

Скорость диаграммной ленты - 240 мм/час.

Время удерживания - 15,5 мин.

2.6.3.2. ТСХ.

Пробу, сконцентрированную до объема 0,2 мл, количественно наносят на хроматографическую пластинку "Силуфол", ополаскивая колбу 2-3 раза (0,1 мл) ацетоном. На эту же пластинку наносят стандартные растворы топика 1,0-0,2 мкг. Пластинку хроматографируют в подвижной фазе гексан: этилацетат: уксусная кислота = 16,25: 8,25: 0,50. После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают и высушивают на воздухе. Затем пластинку обрабатывают 0,05%-м раствором бромфенолового синего (реактива) и обесцвечивают фон обработкой пластинки 5%-м раствором уксусной кислоты. Препарат обнаруживается в виде синего пятна на желтом фоне. $R_f = 0,60 \pm 0,05$.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

2.6.3.1. ГЖХ.

Расчет результатов анализа проводят по следующей формуле:

$$X = \frac{C.H.V}{H_{cm}.V_1.V_{20}}.K, \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

С - количество препарата во введенном в хроматограф стандартном растворе, мкг;

Нст - высота (площадь) пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мм ($мм^2$);

Н - высота (площадь) пика препарата в исследуемом растворе пробы, мм ($мм^2$);

V - общий объем пробы, мл;

V_1 - объем экстракта, вводимый в хроматограф, мл;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, л ($м^3$);

К - коэффициент разведения (V_2 / V_3).

2.6.3.2. ТСХ.

Количественное определение топика проводят путем сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы с пятнами стан дартных растворов.

Количество препарата в пробе (Х) $мг/м^3$ вычисляют по формуле:

$$X=\frac{H}{V_{20}}$$,где

Н - количество препарата, найденное в пробе, мкг;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, л ($м^3$).

3. Требования безопасности.

Соблюдать все требования безопасности, обычно 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