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 6158-91.

Методические указания по определению триасульфурона в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

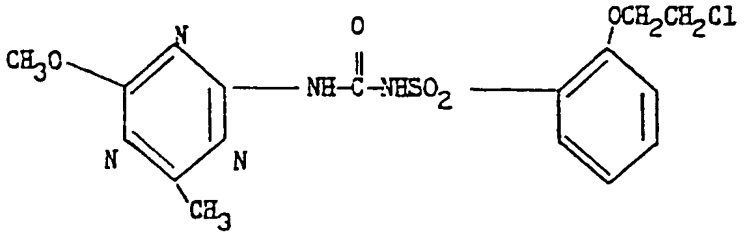
1. Вводная часть.

Логран (ЦГА 131036), 75% в.г.

ф. "Сиба", Швейцария.

Триасульфурон, 3-(6-метокси-4-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-1-[2-(2-хлорэтокси)-фенилсульфонил]-мочевина (ИЮПАК).

Триасульфурон относится к группе сульфонилмочевин.



$C_{14}H_{16}ClN_5O_5$

М.м.401.83.

Белые кристаллы с Тпл 186° С. Растворимость в воде при 20° С 1.5 г/л, незначительная растворимость в большинстве органических растворителей. Логран используется в качестве гербицида против однолетних двудольных сорняков, в том числе устойчивых к 2,4 Д и 2М-4Х на посевах пшеницы и ячменя при норме расхода 6.5-13 г/га.

Триасульфурон умеренно токсичен для теплокровных. $ЛД_{50}$ оральная для крыс > 5000 мг/кг, дермальная $ЛД_{50}$ > 2000 мг/кг. Вещество не токсично для рыб, птиц и дафний. Не раздражает слизистую глаз у кроликов, при попадании на кожу наблюдается слабое раздражение.

Разработчики: Кошарновская Т.А., Гиренко Д.Б., ВНИИГИНТОКС, г. Киев.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на определении лограна хроматографическими методами (ГЖХ, ТСХ) после концентрирования из воздуха.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме 5 мкг (ТСХ); 2 мкг (ГЖХ).

Предел измерения в воздухе 0,02 мг/м^3 (про отборе 100 л).

Диапазон измеряемых концентраций 1-0,02 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности ± 20%.

2.2. Реактивы и растворы.

Азот особой чистоты газообразный, ГОСТ 9293-74.

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

Хлороформ, хч., ТУ 6-09-4263-76.

Метанол, хч., ГОСТ 6995-77.

Едкий калий, ч., ГОСТ 9285-78.

Гидразингидрат, чда.

Ацетон, осч., ТУ 6-09-3313-86.

Нитрат серебра, ч., ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий, ч., ТУ 6-09-3719-83.

Лимонная кислота, осч., ТУ 6-09-584-75, 2%-ный раствор.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол, ЧССР).

Бумажный фильтр "синяя лента", ТУ 6-09-1676-77.

Подвижная фаза ацетон-хлороформ 1:9.

2.3. Приборы и посуда.

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

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

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

Воронки химические, ГОСТ 8613-75.

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные, ГОСТ 23932-79.

Фильтродержатели.

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-21-1081-73.

Камера хроматографическая, ГОСТ 23932-79.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-79.

Хроматограф с термионным детектором (тип Цвет, Газохром или др.).

Микрошприцы по 10 мкл, ТУ 283-3-106.

Прибор для получения диазометана:

-колба круглодонная трехгорлая, емкостью 500 мл на шлифах (реакционый сосуд):

-холодильник Либиха на шлифах;
-делительная воронка на шлифе (капельница);
- П-образный переходник на шлифах;
-капилляр.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют в течение 20 мин через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента". Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы. Пробы хранить не более 2-х суток.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Стандартный раствор лограна,содержащий 100 мкг/мл. вещества. Готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл этилацетата. Хранят в холодильнике не более 6 месяцев.

2.5.2. Приготовление проявляющего реактива

Раствор А.:100 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона. Раствор Б: 1 г нитрата серебра растворяют в 40 мл воды и прибавляют 120 мл ацетона. Растворы А и Б сливают в мерную колбу на 200 мл и доводят до метки ацетоном.

2.5.3. Получение диазометана.

В реакционную колбу на 500 мл помещают 6 г едкого кали, 3 мл гидразингидрата, 3 мл метанола. Через смесь продувают азот с расходом 100 мл/мин. Из капельницы подают хлороформ со скоростью 1 кап, за 1-2 с. Колбу присоединяют к обратному холодильнику конец которого снабжен газоотводной трубкой, которая погружена в слой исследуемого ацетонового раствора,находящегося на дне приемника. Приемник охлаждают смесью льда и соли.

Вследствии токсичности и раздражающего действия диазометана прибор должен быть установлен в вытяжном шкафу. При работе использовать индивидуальные средства защиты: экран,перчатки,очки. После окончания насыщения исследуемого ацетонового раствора (не менее 4 мин.) прекращают подачу в реакционную колбу хлороформ, отключают азот, остатки в реакционной колбе заливают водой и тщательно промывают колбу и все части прибора водой.

2.6. Описание определения

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Бумажный фильтр из фильтродержателя переносят в коническую колбу и заливают 20 мл хлороформа. Встряхивают 20 мин. экстракцию повторяют дважды. Объединяют хлороформный экстракт и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель до объема 0,1-0,3 мл при температуре бани не выше 40° С. Далее проводят определение методами ГЖХ или ТСХ.

2.6.2. Получение производных.

В случае определения триасульфурона методом ГЖХ проводят метилирование. Удаляют остаток растворителя на воздухе. К сухому остатку приливают 1 мл ацетона и пропускают через этот раствор диазометан в течение 4 мин. После прекращения пропуска диазометана, исследуемому раствору дают постоять 30

мин, затем выпаровывают растворитель досуха. Растворяют остаток в 1 мл ацетона.

Хроматографируют по 4 мкл пробы. Одновременно с пробой готовят и метилируют диазометаном контрольную пробу и стандартные растворы лограна с концентрацией 10 мкг/мл, 5 мкг/мл, 2 мкг/мл.

2.6.3. Условия хроматографирования.

2.6.3.1. ГЖХ.

Хроматограф с термоионным детектором
Колонка стеклянная, длина 1 м, d=3 мм
Носитель - хроматон N-AW-ДМСS (0,16-0,20 мм)
Неподвижная фаза - 5% SE-30
Температура: испарителя - 265° С, колонки - 250° С
Скорость газа: азота - 34 мл/мин
водорода - 12 мл/мин
воздуха - 150± 80 мл/мин
Вводимый обьем - 4 мкл
Время удерживания лограна - 4 мин 25 с
Минимально детектируемое количество 8 нг
Рабочая шкала электрометра - 64.10^{-10} А

2.6.3.2. ТСХ.

Сконцентрированную пробу количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см, центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида, содержащие 1,2,5,10 мкг препарата. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования залита смесь хлороформ-ацетон 9:1.

После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см, пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора раствором бромфенолового синего, а затем обесцвечивают 2% раствором лимонной кислоты.

Логран проявляется в виде пятна синего цвета на желтом фоне. Величина $R_f = 0,58 \pm 0.03$.

2.6.4. Обработка результатов анализа.

2.6.4.1. ГЖХ.

Расчет концентрации препарата (мг/м^3) в воздухе проводят по формуле:

$$X = \frac{A.V.H_{пр}}{H_{ст}.V_1.V_{20}}$$

путем сравнения рассчитываемого пика с пиком, полученным при введении известного количества стандартного вещества при условии, что пики близки по величине и определение ведется в диапазоне линейности детектора.

А - количество стандартного препарата, введенное в хроматограф, мкг;

Нст - высота пика стандартного раствора, мм;

Нпр - высота пика в исследуемой пробе, мм;

V_1 - объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл;

V - общий объем анализируемого экстракта, мл;

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

2.6.4.2. ТСХ.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора. Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть пробы (0,1-0,2 мл) параллельной пробы.

Концентрацию лограна в воздухе (Х) в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X=\frac{G}{V_{20}}, \text{где}$$

G - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме в 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.

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