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 6246-91.

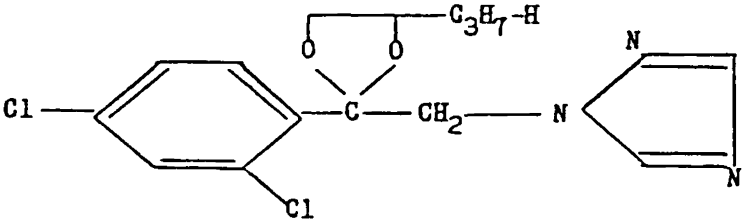
Методические указания по определению пропиконазола в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

1. Вводная часть.

Тилт (ЦГА-64250), 25% концентрат эмульсии.

ф. "Сиба", Швейцария.

Пропиконазол. 1 2(2,4-дихлорфенил)-4-пропил-1,3-диоксолан-2-ал-метил-1-Н-1,2,4 -триазол(*ИЮПАК*).



$C_{15}H_{17}N_3O_2Cl_2$

М.м. 342,2

Химически чистое вещество представляет собой прозрачную жидкость хорошо растворимую в органических растворителях (хлороформ, ацетон и др.), растворимость в воде составляет 0,011%, практически нелетуч.

Тилт рекомендуется для применения в качестве фунгицида для борьбы с мучнистой росой, ржавчиной на пшенице, ячмене, озимой ржи, овсе, клевере, смородине при норме расхода 0,4-1,5 л/га.

Препарат малотоксичен для теплокровных. $ЛД_{50}$ для крыс составляет 3046 мг/кг.

ОБУВ тилта в воздухе рабочей зоны 1 мг/м^3.

Разработчики: Петросян М.С., филиал ВНИИГИНТОКС-а, г. Ереван. Патрашку Ф.И., ВНИИ биологических методов защиты растений, г. Кишинев.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на хроматографировании тилта на неподвижной фазе SE-30 или XE-60 с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации или в тонком слое пластинок "Силуфол" с последующим применением для обнаружения зон локализации препарата проявляющего реагента - аммиаката серебра.

2.1.2. Избирательность метода.

Определению тилта в предлагаемых условиях не мешает большинство хлорорганических соединений (ДДТ, ДДД, ДДЕ) и другие триазолы (АТГ).

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в хроматографируемом объеме пробы 1 нг. Диапазон определяемых концентраций составляет 0,004-0,4 мг/ $м^3$ при анализе 25 л воздуха. Полнота определения 95,1% (при n=26; p=0,95); относительное стандартное отклонение= 4,83; отклонение среднего результата определения = 1.9. Суммарная погрешность определения в воздухе не превышает ± 17,9%.

2.2. Реактивы и растворы.

Тилт, х. ч.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20215-74.

Ацетон, х. ч., ГОСТ 2603-79.

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

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

Хроматон N-AW силанизированный ГМДС с 5% XE-60 (0,16-0,20мм).

Фильтры бумажные обеззоленные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77, предварительно промытые смесью хлороформ-ацетон (1:1) и высушенные.

Азот газообразныйособой чистоты в баллонах с редуктором, МРТУ 80237-585.

Пластинки хроматографические "Силуфол" UV-254 (ЧССР) размером 15х15 см.

Серебро азотнокислое, х.ч., ГОСТ 1277-81.

2.3. Приборы и посуда.

Хроматограф "Цвет-106" или аналогичный прибор, снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации.

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

Фильтродержатели.

Испаритель ротационный с набором колб ИР-1М, ТУ 25-11-917-76. Колбы мерные вместимостью 25 мл, ГОСТ 1770-74.

Колбы конические плоскодонные на 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Колбы круглодонные или грушевидные вместимостью 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Стаканы химические вместимостью 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Пипетки на 0,1, 1, 5 мл с делениями. ГОСТ 20292-74.

Колонки хроматографические стеклянные размером 1000х3 мм.

Микрошприц МШ-10 с ценой деления 0,2 мкл.

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный. ГОСТ 10391-79.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента".

(Для определения на уровне чувствительности метода необходимо отобрать 25 л воздуха). Для определения 1/2 ОБУВ тилта достаточно отобрать 0,5 л воздуха.

Пробы анализируют сразу. Ацетоновые экстракты фильтра можно хранить в холодильнике до 3-х суток.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Стандартные растворы тилта в ацетоне с содержанием 100, 10 и 1 мкг/мл, готовят из х.ч. препарата; срок хранения в холодильнике не более 1 месяца.

2.5.2. Приготовление проявляющего реактива.

Проявляющий реактив: 0,85 г азотнокислого серебра растворяют в нескольких мл дважды дистиллированной воды, добавляют 5 мл концентрированного аммиака; смесь довести до 100 мл дистиллированной водой. Хранят в темном месте не более 10-15 дней.

2.5.3. Подвижный растворитель.

Подвижный растворитель: Гексан-ацетон (1:1).

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Фильтры переносят в коническую колбу и экстрагируют ацетоном или хлороформом трижды по 15 мл, периодически встряхивая. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия и концентрируют на ротационном испарителе при температуре бани не выше 80° С до объема 0,1-0,2 мл. Растворитель удаляют на воздухе досуха. Сухой остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона и далее определяют методами ГЖХ и ТСХ.

2.6.2. Условия хроматографирования.

2.6.2.1. ГЖХ.

Определение проводят на хроматографе с детектором постоянной скорости рекомбинации. Условия хроматографирования следующие. Колонка стеклянная длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм, носитель - хроматон N-AW (0,16-0,20 мм) с нанесенными фазами 5% SE-30 или 5% XE-60. Скорость газа-носителя (азота) на выходе из колонки 50 мл/мин, температура термостата колонок 210° С, детектора 220° С, температура испарителя 250 ° С, скорость протяжки ленты самописца 240 мм/час, диапазон шкалы электрометра $2x10^{-12}$ а, объем вводимой пробы 2 мкл. Время удерживания в предлагаемых условиях составляет

на SE-30 5 мин.1 сек., на XE-60 - 7 мин. 15 сек. Линейный диапазон детектирования составляет 0,1-10 нг.

2.6.2.2. ТСХ.

Для определения пропиконазола в воздухе методом ТСХ экстракт концентрируют до объема 0.1-0,2 мл и количественно наносят на хроматографическую пластинку "Силуфол". Справа и слева от пробы наносят известные количества стандартных растворов тилта. Развитие хроматограммы проводят в смеси гексан-ацетон в объемном соотношении 1:1. После поднятия фронта растворителя на 10 см пластинку проветривают на воздухе до полного испарения растворителя. Зоны локализации препарата обнаруживаются в виде темных пятен на светлом фоне при обработке пластинок водным раствором аммиаката серебра, подвергнутых облучению УФ светом до и после проявления в течение 10 минут. Величина R_f равна 0,57± 0,02. Линейный диапазон измерения 0,1-10 мкг.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

2.6.3.1. ГЖХ. Количественное определение проводят методом сравнения площадей пика пробы со стандартами.

Концентрацию пропиконазола в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X=\frac{A.S_{пр}.V_1}{S_{ст}.V.V_{20}},\text{где}$$

A - количество стандартного препарата, введенного в хроматограф, мкг;

Sст - площадь пика стандартного раствора, мм^2;

Sпр - площадь пика препарата в исследуемой пробе, мм^2;

V_1 - объем экстракта, введенного в хроматограф, мл;

V - общий объем анализируемого экстракта, мл;

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

2.6.3.2. ТСХ.

Количественное определение пропиконазола в пробе проводят путем сравнения интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартных растворов. Концентрацию препарата в воздухе в мг/м^3 (X) вычисляют по формуле:

$$X=\frac{A}{V_{20}}$$

где: A - количество препарата, найденное путем сравнения со стандартами; мкг;

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

3. Требования техники безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР (N 2455-81 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