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 6250-91.

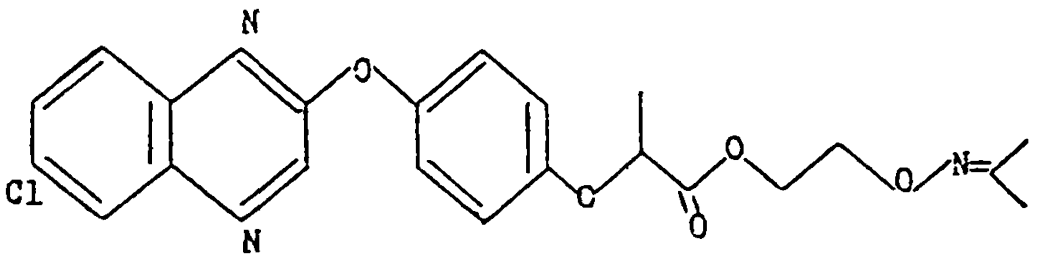
Методические указания по определению пропаквизафопа в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

1. Вводная часть.

Ажил, 100% концентрат эмульсии.

ф. "Сиба", Швейцария.

Пропаквизафоп - 2-изопропилиденамино-оксиэтил(R)-2-[4-(6-хлорхиноксалин-2-окси)фенокси]пропионат(ИЮПАК).



$C_{22}H_{22}ClN_3O_5$

М.м. 443,89.

Ажил - кристаллическое вещество. Тпл 62,5 °С. Растворимость в воде - $1,0 \cdot 10^{-3}$ г/л (1,9 ppm). Растворимость в органических растворителях:

10-50 г/л - гептан, технический этиловый спирт, изопропанол;

>100 г/л - хлороформ, метанол, диоксан, диметилсульфоксид;

> 250 г/л - толуол, ацетон, ацетонитрил, ксилол, циклогексанон.

Давление паров: $1,2 \cdot 10^{-7}$ Па (25° С) или $9,00 \cdot 10^{-10}$ мм. рт. ст. Выпускается в виде концентрата эмульсии. Ажил - системный гербицид.

Ажил - гербицид, эффективный против широкого спектра злаковых сорняков в посевах сахарной свеклы, льна, хлопчатника при норме расхода 1,5-2,0 л/га.

Пропаквизафоп относится к малоопасным препаратам. Острая оральная $ЛД_{50}$ для крыс 2800 мг/кг, дермальная 2000 мг/кг. Наблюдается умеренное раздражение глаз и кожи у кроликов. Токсичен для рыб. Отрицательного действия для птиц и других организмов не обнаружено.

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

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении пропаквизафопа из анализируемого образца органическим растворителем и дальнейшим определении в виде бензильного производного (ГЖХ) или с последующим хроматографическим разделением в тонком слое силикагеля с применением для обнаружения зон локализации проявляющего реагента.

2.1.2. Избирательность метода.

Определению не мешают наполнители технических препаратов.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения ажила в анализируемом объеме пробы - ТСХ -0,2 мкг; ГЖХ - 0.01мкг.

Предел измерения в воздухе - (при отборе 100 л воздуха): ТСХ - 0.002 мг/м^3 ; ГЖХ - 0,001-0,1 мг/м^3 .

Диапазон измеряемых концентраций - ТСХ - 0,002 -0.1 мг/м^3 ; ГЖХ - 0,001-0.1 мг/м^3 .

Граница суммарной погрешности измерения - ТСХ -± 13,2%; ГЖХ - = 5.25%.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон. осч., ТУ 6-09-3513-87.

Препарат ажил фирмы "Сиба-Гейги" - 99,9%.

Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76.

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77.

Гексан. х.ч., ТУ 6-09-4521-77.

Этилацетат. ч., ГОСТ 22300-77.

Серебро азотнокислое. ч.д.а.. ГОСТ 1277-75.

Бромфеноловый синий. ч.д.а.. ТУ 6-09-3272-77.

Уксусная кислота. ГОСТ 61-75.

Пентафторбензилбромид. ч.. 1% раствор в ацетоне. (реактив по заказу синтезирует институт органической химии СО АН СССР: 630090. г. Новосибирск. проспект Лаврентьева. д. 9).

Углекислый калий. хч.. ГОСТ 4221-76. 30%-ный водный раствор, промытый бензолом.

Азот в баллоне. особой чистоты. ГОСТ 9293-74.

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

2.3. Приборы и посуда.

Электроаспиратор для отбора проб воздуха. ТУ 64-1-862-82.

Фильтродержатели с диаметром 6.0 мм.

Ротационный испаритель тип ИР-1М. ТУ 25-11-917-74.

Баня водяная. ТУ 64-1-2850-76.

Колбы грушевидные (круглодонные) емкостью 100; 50 мл ОКШ 500-29/50-14, ГОСТ 10384-72.

Пробирки мерные на шлифах, вместимостью 5 и 10 мл, ГОСТ 1770-74.

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

Холодильник Либиха.

Колбы конические емкостью 250 мл, ГОСТ 10394-74.

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

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74.

Газовый хроматограф типа "Цвет" с ДПР.

Колонка стеклянная длиной 2,0 м с внутренним диаметром 3,5 мм.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Воздух со скоростью 5 л/мин. аспирируют через фильтр "синяя лента", вложенный в фильтродержатель. Рекомендуется отбирать три параллельные пробы. Максимально отбираемый в течение 20 мин. объем воздуха 100 л. Пробы сохраняются в холодильнике в течение месяца без изменений. 2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Основной стандартный раствор (ОСР) ажила с концентрацией 1000 мкг/мл готовят взятием навески вещества 25 мг (0,025 г) х.ч. и доводят в мерной колбе ацетоном до 25 мл. Хранят в холодильнике в течение 6 месяцев. Рабочие стандартные растворы концентрацией 10 мкг/мл, 5 мкг/мл и 2 мкг/мл готовят из ОСР соответствующим разведением в ацетоне. Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

2.5.2. Приготовление проявляющего реактива.

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.

2.5.3. Подвижная фаза для ТСХ.

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

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. ТСХ.

Бумажный фильтр помещают в колбу емкостью 250 мл и заливают 40 мл ацетона, экстрагируют в течение 30 мин. на аппарате для встряхивания. Экстракт сливают через слой безводного сульфата натрия в колбу для упаривания. Экстракцию повторяют. Экстракт объединяют и упаривают в вакууме на ротационном испарителе при температуре бани не более 40° С до объема 0,2 мл. Остаток наносят на пластинку.

2.6.1.2. ГЖХ.

Бумажный фильтр помещают в колбу на 300 мл и заливают 50 мл ацетона, экстрагируют на аппарате для встряхивания в течение 30 мин. Фильтруют, экстракцию повторяют. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом

экстракцию повторяют. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия и упаривают в вакууме при температуре водяной бани 40° С досуха

К прибавляют 50 мл 0,1 NHCl, колбу закрывают пробкой и проводят гидролиз при температуре водяной бани 100° С в течение 40 минут.

Охлаждают и экстрагируют 3х10 мл смесью гексан: эфир (4:1). Экстракт упаривают досуха. Далее проводят бензилирование.

2.6.2. Получение производного.

К сухому остатку прибавляют 10 мл ацетона, 3 г безводного сульфата натрия, 0,2 мл 1 %-ного ацетонового раствора пентафторбензилбромида и 30 мкл 30%-ного водного раствора углекислого калия. Бензилирование проводят при 70° С в течение 40 минут. Охлаждают и хроматографируют.

2.6.3. Условия хроматографирования.

2.6.3.1. ГЖХ.

Температура колонки - 190° С.

Температура испарителя - 230° С.

Температура детектора - 260° С.

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

Вводимый объем - 3 мкл.

Рабочая шкала электрометра - 20.10^{12}

Скорость диаграммной ленты - 240 мм/час.

Время удерживания - 7,14 мин.

2.6.3.2. ТСХ.

На пластинку "силуфол" с помощью капилляра или микропипетки наносят пробу (0,2 мл), ополаскивая колбу 2-3 раза небольшими объемами ацетона. На эту же пластинку наносят стандартные растворы ажила 1,0-0,3 мкг. Пластинку хроматографируют в подвижной фазе гексан: этилацетат: уксусная кислота = 16,25: 8,25:0,5. После того, как фронт растворителя поднимется на высоту 13-15 см, пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и оставляют на воздухе для испарения растворителя.

Затем пластинку опрыскивают 0,05 % -м раствором бромфенолового синего (реактива) и обесцвечивают фон обработкой пластинки 5% -м раствором уксусной кислоты. Ажил обнаруживается в виде синих пятен на желтом фоне. $R_f = 0,5 \pm 0,02$.

Определение содержания ажила в пробе проводят путем сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб с пятнами стандартных растворов. Прямопропорциональная зависимость площади пятна от концентрации наблюдается в пределах 0,3-2 мкг. При больших концентрациях анализируют аликвоту экстракта.

2.6.4. Обработка результатов анализа.

2.6.4.1. ТСХ.

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

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

2.6.4.2. ГЖХ.

Расчет результатов анализа проводят по следующей формуле:

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

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

Нст - высота пика стандартного раствора ажила, введенного в хроматограф, мм;

Н - высота пика препарата в исследуемом растворе пробы, мм;

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 ($м^3$).

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