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" Минздравом
С С С Р
"29" июля 1991 г.
N 6211-91.

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

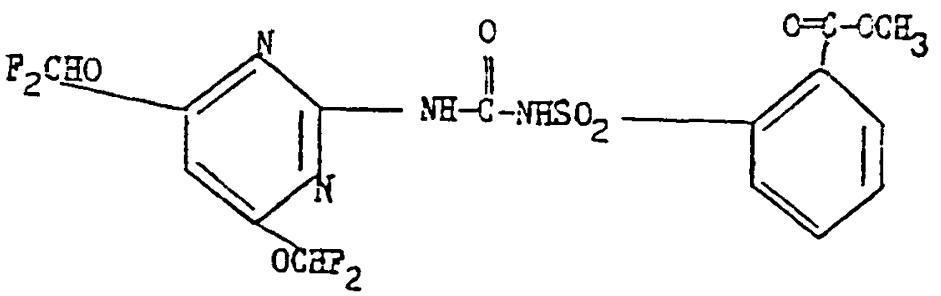
1. Вводная часть.

Телл, 75% в.г.

ф. "Сиба", Швейцария.

Примисульфурон - 2-[3-(4,6-бис(дифлуорометокси)-пиримидин-2-ил]-1-(2-метоксикарбонил-фенилсульфонил)-мочевина(ИЮПАК).

Примисульфурон относится к группе сульфонилмочевин.



$C_{15}H_{12}F_4N_4O_7S$

М.м. 486.34.

Телл представляет собой бесцветное кристаллическое вещество не имеющее запаха. Растворим в ацетоне, циклогексане, метиленхлориде.

Телл - гербицид, применяемый против многолетних злаковых сорняков и некоторых однолетних двудольных сорняков на посевах кукурузы в фазу 3-5 листьев при норме расхода 30 г/га.

Примисульфурон относится к среднетоксичным препаратам. Оральная $ЛД_{50}$ для крыс 5000 мг/кг, дермальная 2000 мг/кг. Не наблюдается раздражения кожи у кроликов, небольшое раздражение слизистой глаз. Практически не токсичен для рыб, птиц и дафний.

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

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на определении телла газожидкостным методом после концентрирования из воздуха.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 2 мкг;

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

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

Граница суммарной погрешности ± 20%.

2.2. Реактивы и растворы.

Телл (фирма "CIBA-GEIGY").

Ацетон, ос.ч., 9-5 ТУ 6-09-3513-86.

Трифторуксусный ангидрид, ТУ 6-09-4135-75.

Пиридин, ч., ГОСТ 13647-78.

Бензол, ч., ГОСТ 5958-81.

2.3. Приборы и посуда.

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

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74.

Воронки химические, ГОСТ 8613-75.

Колбы конические 25, 50 мл, ГОСТ 10394-72.

Колбы грушевидные 25, 50 мл, ГОСТ 10394-74.

Фильтродержатели.

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

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (тип "Цвет", газохром или др.).

Микрошприцы на 10 мкл.

Колонка стеклянная хроматографическая, длина 1 м, d=3 мм.

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

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. Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы. Пробы хранят в холодильнике в течение 2-х суток.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартных растворов.

Основной стандартный раствор примисульфурона, содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в ацетоне. Раствор хранят в холодильнике не более месяца. Рабочие растворы телла 2-10 мкг/мл готовят из основного раствора разведением. Хранят растворы в холодильнике не более 5 дней.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Бумажный фильтр из фильтродержателя переносят в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона. Встряхивают 20 мин. Экстракцию повторяют дважды. Объединяют ацетоновые экстракты, сушат безводным сульфатом натрия и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель до объема 0,1-0,5 мл при температуре бани не выше 35° С. Далее проводят определение методом ГЖХ.

2.6.2. Получение производных.

Удаляют остаток растворителя в токе воздуха. К сухому остатку пробы приливают 50 мкл трифторуксусного ангидрида и 10 мкл пиридина. Выдерживают приготовленную смесь в течение 30 мин..после чего добавляют 1 мл бензола и 5 мл дистиллированной воды, интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз 5 мкл бензольного слоя вводят в хроматограф.

2.6.3. Условия хроматографирования.

Хроматограф с ДПР.

Колонка стеклянная, длина 2 м, d= 3 мм.

Носитель - Хроматон N-AW (0,16-0,20).

Неподвижная фаза - 5% ХЕ-60.

Температура испарителя - 230° С.

Температура детектора - 250° С.

Температура колонки - 150° С.

Скорость газа-носителя - 55 мл/мин. (через колонку).

Скорость газа-носителя - 150 мл/мин. (на продувку).

Вводимый объем - 5 мкл.

Время удерживания фторпроизводного телла - 5 мин. 6 сек.

Минимально детектируемое количество - 1 нг.

2.6.4. Обработка результатов анализа.

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 раствора препарата, введенное в хроматограф, мкг;

Нст - высота пика стандартного раствора, мм;

Нпр - высота пика препарата 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, приведенный к нормальным условиям, л.

3. Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе 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