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
N 6210-91 "29" 07 1991 г.

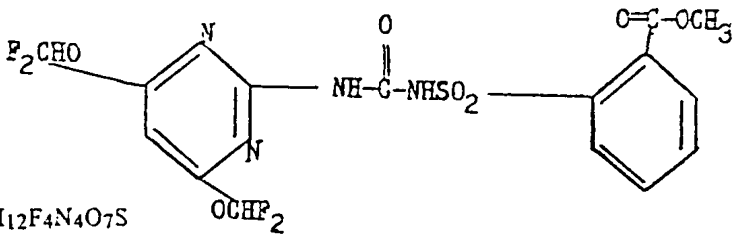
Методические указания по определению примисульфурона в воде, почве, растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

1. Вводная часть.

Телл, 75% в.г.

ф."Сиба-Гейги". Швейцария.

Примисульфурон. 2-3(4,6-бис(дифлуорометокси)-пиримидин-2-ил) уреидосульфонил-метиловый эфир бензоевой кислоты. Препарат относится к группе сульфонилмочевин (ИЮПАК).



$C_{15}H_{12}F_4N_4O_7S$

М.м. 486,34.

Кристаллическое вещество белого цвета. Растворимость: вода-4500 ppm (pH 9); ацетон (3,6%); циклогексан (2,7%). Период полураспада при pH 5 (25° С) составляет 54 дня.

Телл-послевсходовый гербицид.

Препарат рекомендован на кукурузе при норме расхода 30-40 г/га. Примисульфурон не представляет опасности для млекопитающих, нетоксичен для птиц и рыб.

Острая оральная токсичность для крыс $ЛД_{50}$ более 5000 мг/кг, острая дермальная $ЛД_{50}$ более 2000 мг/кг.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении примисульфурона из анализируемых проб органическим растворителем, очистке экстрактов путем перераспределения между двумя несмешивающимися жидкостями. Количественное определение проводят газожидкостной хроматографией после фторацилирования или хроматографией в тонком слое.

Разработчики: Кошарновская Т.А., Кузнецова Е.М., Гиренко Д.Б. УкрНИИГИНТОКС.

2.1.2. Избирательность метода.

Определению могут мешать препараты из группы сульфонилмочевин, определяемые в виде фторпроизводного.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Проба	Среднее значение определения, %	Стандатное отклонение, %	Доверительный интервал, %
Вода	87.5	4.52	±4.74
Почва	80.1	5.45	±5.70
Растения	70.3	5.90	±6.20

Диапазон определяемых концентраций 0,05-0,2 мг/кг (мг/л).

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон,ч., ГОСТ 2603-79.

Этилацетат, ч., ГОСТ 22300-76.

Соляная кислота, ч., ГОСТ 3118-77.

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

н-Гексан, хч., ТУ 6-09-3375-78.

Бромфеноловый синий, ТУ 6-09-1058-71.

Нитрат серебра, ГОСТ 1277-81.

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

Бензол, ч., ГОСТ 5958-81.

Пиридин, ч., ГОСТ 13647-78.

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

Натрий углекислый, чда., 83-79.

2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф с ДПР (тип "Цвет", "Газохром" и др.)

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

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74.

Воронки химические, ГОСТ 8613-75.

Колбы конические на 25, 50 мл, ГОСТ 10394-74.

Микрошприц на 10 мкл, ТУ 2.833.106.

Колонка стеклянная хроматографическая, 2000 х 3 мм.

Хроматографическая камера.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол, ЧССР).

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Отбор и хранение проб производится в сответствии с " Унифицированными правилами отбора проб, утвержденными заместителем Главного государственного санитарного врача СССР N 2051-79 от 21. 08. 79.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Основной стандартный раствор примисульфурона, содержащий 100 мг/мл, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в ацетоне.

Раствор хранят в холодильнике не более месяца. Рабочие растворы препарата 2-10 мкг/мл готовят из основного раствора разведением. Хранят растворы в холодильнике не более 5-ти дней.

2.5.2. Проявляющий реагент.

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 ацетоном до метки. После обработки БФС, пластинку обесцвечивают 2%- ным раствором лимонной кислоты.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. Растительный материал. 25 г пробы помещают в коническую колбу, заливают 50 мл смеси ацетон: вода 9: 1. Встряхивают 30 мин. Сливают раствор, экстракцию повторяют дважды. Объединяют фильтрат, упаривают до полного удаления ацетона. К остатку прибавляют 40 мл 0,1 N раствора Na_2CO_3 . 20 мл насыщенного раствора NaCl и переносят количественно в делительную воронку. Экстрагируют телл трижды по 30 мл этилацетата. Объединяют этилацетатный экстракт и упаривают до объема 0,5- 1 мл. (Водный слойотбрасывают). Остаток в колбе для упаривания растворяют в 30 мл гексана и количественно переносят в делительную воронку и прибавляют 30 мл смеси вода: насыщенный раствор хлорида натрия: аммиак 50: 2: 1. Встряхивают 1 мин., дают разделиться слоям и отделяют водный слой (слой гексана отбрасывают). Водный раствор подкисляют до pH 5 и экстрагируют телл дважды по 20 мл метиленхлоридом. Объединяют метиленхлорид, сушат безводным сульфатом натрия и упаривают. Остаток растворителя удаляют на воздухе.

2.6.1.2. Вода. 500 мл воды помещают в делительную воронку, подкисляют HCl до pH – 5, добавляют 10 г хлорида натрия, хорошо перемешивают, телл экстрагируют тремя поршиями хлористого метилена по 50 мл, каждый раз встряхивая по 2 мин. Отделяют слой хлористого метилена по 50 мл. каждый раз встряхивая по 2 мин. Отделяют слой хлористого метилена, сушат безводным сульфатом натрия. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе до объема ~ 0.2-0.3 мл при температуре 50° С. Остаток растворителя удаляют в токе воздуха.

2.6.1.3. Почва. Проведение аналогично разделу 2.6.1.1.

2.6.2. Получение производных.

Проведение ацилирования с трифторуксусным ангидридом. К сухому остатку пробы приливают 50 мкл трифторуксусного ангидрида и 10 мкл пиридина. Выдерживают приготовленный раствор в течение 30 минут, после чего добавляют 1 мл бензола и 5 мл дистиллированной воды, интенсивно встряхивают в течение 2-х минут. После разделения фаз 5 мкл бензольного слоя вводят в хроматограф.

2.6.3. Условия хроматографирования.

2.6.3.1. Газожидкостной метод.

Газожидкостный хроматограф с ДПР.

Колонка стеклянная 2 м. d= 3 мм.

Носитель - Хроматон N-AW (0,16-0,20 мм).

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); 150 мл/мин. (на продувку).

Введенный объем - 5 мкл.

Время удерживания - 5,1 мин.

Минимально детектируемое количество - 2 нг.

2.6.3.2. Метод тонкослойной хроматографии.

Пробу,сконцентрированную до объема 0,1-0, 2 мл количественно с помощью метиленхлорида наносят на пластинку "силуфол" на расстоянии 2 см от края в одну точку так, чтобы размер пятна не превышал в диаметре 1 см. Рядом наносят 5, 10, 20 мкг стандартного раствора. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, содержащую подвижный растворитель гексан: ацетон 1:1. После поднятия фронта растворителя на высоту 10 см, пластинку вынимают, выдерживают несколько минут на воздухе до удаления растворителя.

Пластинку обрабатывают раствором бромфенолового синего, а затем - 2%-ным раствором лимонной кислоты. Телл проявляется в виде пятна бледно-голубого цвета. Величина R_f =0,7.

2.6.4. Обработка результатов анализа.

2.6.4.1. Газожидкостный метод.

Содержание примисульфурона в пробе вычисляют по формуле:

$$X=\frac{G_{ст}\cdot h_{пр}\cdot V_{общ}}{h_{ст}\cdot V_1\cdot P},$$ где

X - содержание препарата в пробе, мг/кг, мг/л;

G - количество стандартного раствора, введенного в хроматограф, мкг;

$h_{ст}$ - высота пика стандартного раствора, мм;

$h_{пр}$ - высота пика примисульфурона в исследуемой пробе, мм;

V_1 - объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл;

$V_{общ}$ - общий объем пробы, мл;

P - навеска пробы, г (мл).

2.6.4.2. Метод тонкослойной хроматографии.

Содержание примисульфурона в пробе определяют по сравнению интенсивности окраски и величине пятна со стандартными растворами.

Расчет проводят по формуле:

$X=\frac{A}{P}$, где

X - количество препарата в пробе, мг/кг;

A - количество примисульфурона, найденное в пробе, мкг;

P - навеска пробы, г.

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