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 6231-91.

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

1. Вводная часть.

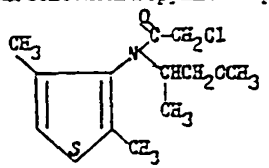
Фронтьер, 90% концентрат эмульсии.

ф. "Сандоз", Швейцария

Диметенамид.

2-хлоро-N-(2,4-диметил-3-тиенил)-N-(2-метокси-1-метилэтил) ацетамид (ИЮ П А К).

Диметенамид относится к группе хлорацетамидов.



$C_{12}H_{18}ClNO_2S$

Темно-коричневая жидкость. Растворимость в воде при 25° С 1174 мг/л, хорошо растворим в органических растворителях: ацетоне, гептане, изооктане, ксилоле, диметилформамиде.

Давление паров препарата при 25° С 36,5 мПа.

Фронтьер - довсходовый гербицид.

Рекомендован на кукурузе и сое при норме расхода 1,1-1,7 кг/га против большинства однолетних злаковых и некоторых двудольных сорняков до всходов культуры.

Препарат обладает низкой острой и хронической токсичностью, не относится к канцерогенным, мутагенным и тератогенным веществам.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на отборе пробы воздуха на бумажный фильтр "синяя лента", экстракции препарата из фильтра ацетоном, концентрировании, получении трифторуксусного производного и анализе методом газожидкостной хроматографии.

Разработчики: Готлиб В., Рижский медицинский институт.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел обнаружения - 0.5 мкг

Диапазон определяемых концентраций - 0,005 - 0,1 мг/м^3

Среднее значение определения - 98.5%

Суммарная погрешность - ± 10.0%

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79.

Натрия сульфат,хч., ГОСТ 4328-77.

Этилацетат, хч., ГОСТ 22300-76.

Хромосорб-750, 3% ОУ-17.

Хроматон N-AW-DMCS 5% SE-30.

Азот газообразный, ГОСТ 9283-74, в баллоне с редуктором.

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

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75.

Окись алюминия, нейтральная, ТУ 6-09-3916-75.

2.3. Приборы и посуда.

Хроматограф газовый с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР).

Весы аналитические, ВЛА-200м.

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11917-74.

Баня водяная, ТУ 61-1-2850-76.

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10396-75.

Колбы грушевидные, вместимостью 50-100 мл (для отгонки растворителя), ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные, цилиндры, мензурки, прооирки, ГОСТ 1770-74.

Колбы конические плоскодонные, ГОСТ 25336-82.

Воронки химические, диаметр 5-6 см, ГОСТ 8613-75.

Воронки делительные, вместимостью 250, 1000 мл, ГОСТ 8613-75.

Пипетки на 1, 5, 10, ГОСТ 20292-74.

Микропипетка на 0,1; 0,2; ГОСТ 20292-74.

Мельница электрическая лабораторная , ТУ 46-22-236279.

Фильтр "синяя лента", диаметр 5,0-6,0 см, ТУ 6-09-1678-77.

Фильтродержатели.

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

Встряхиватель электромеханический ЛТ-1 или АВУ-1.

Холодильник ХПТ-1-400-14-32, ГОСТ 25336-82.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Воздух со скоростью 2-5 л/мин аспирируют через бумажный фильтр "синяя лента", закрепленный в фильтродержателе. Продолжительность отбора пробы - 30 мин. Длительность хранения проб в стеклянной таре не более 5-ти суток.

2.5. Подготовка к определению.

Стандартный раствор диметенамида в ацетоне с содержанием 100, 50, 5, 2 мкг/мл.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. Воздух рабочей зоны. Бумажный фильтр "синяя лента" помещают в делительную воронку и экстрагируют фронтьер три раза ацетоном по 15-20 мл. Объединенные экстракты упаривают досуха.

2.6.2. Получение производных.

К сухому остатку в колбах приливают 1 мл бензола и 1 мл трифторуксусного ангидрида. Трифторацетилирование проводят при 60° С в течение 1,5 часов при охлаждение с обратным холодильником. Затем растворитель отгоняют.

Стандартный раствор диметенамида также трифторацетилируют.

2.6.3. Условия хроматографирования.

После отгонки растворителя сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона и 3-5 мкл вводят в испаритель хроматографа. Хроматографироввание проводят при следующих условиях:

Хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации. Колонка стеклянная, спиральная 1000 х 3,5 мм.

Твердый носитель	ХРОМОСОРБ - 750	ХРОМАТОН N-AW-DMCS
Жидкая фаза	3% ОУ-17	5% SE-30
Температура термостата		
колонки	180° С	220° С
детектора	250° С	250° С
испарителя	200° С	230° С
Время удерживания	7 мин. 28 сек.	9 мин. 12 сек.

Газ носитель - азот особой чистоты.

Скорость движения диаграммной ленты - 240 мм/час.

Скорость потока азота через колонку - 60 мл/мин.

Скорость потока азота через детектор - 150 мл/мин.

Рабочая шкала электрометра - 20.10^{-12}

2.6.4. Обработка результатов анализа.

Для количественного анализа измеряют высоту пиков и стандартных растворов. Содержание препарата диметенамида мг/м^3 в различных объектах окружающей среды рассчитывают по формуле:

$$X=\frac{G.H_{пр}.V_1}{Hст.V.V_{20}}$$, где

G - содержание диметенамида в стандартном растворе, мкг;

Нпр - высота пика анализируемой пробы, мм;

Нст - высота пика стандартного раствора, мм;

V - объем хроматографируемой пробы, мкл;

V_1 - общий объем пробы, мл;

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

3. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо выполнять требования техники безопасности, рекомендованные для работ с органическими растворителями и кислотами, а также соблюдать правила техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР N 2455 - 81 от 20.10.81 г.

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