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 6232-91

Методические указания по определению диметенамида в воде,почве,зеленой массе и зерне методом газожидкостной хроматографии.

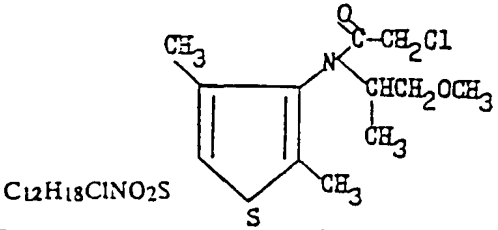
1. Вводная часть.

Фронтьер, 90% концентрат эмульсии.

ф. "Сандоз", Швейцария

Диметенамид. 2-хлоро-N-(2,4-диметил-3-тиенил)-N-(2-метокси-1-метил-этил)ацетамид (ИЮПАК).

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 36,7 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 извлечении диметенамида из анализируемых образцов органическим растворителем, очистке экстракта, концентрировании, получении трифторуксусного производного и анализе методом газожидкостной хроматографии.

Разработчик:Готлиб В.,Рижский медицинский институт.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

NN	Объект исследования	Предел обнаружения мкг	Диапазон определяемых концентраций мг/кг,л	Среднее значение определ. %	Суммарная погрешность определ. %
1	Вода	0.5	0.001-0.02	98.0	11.0
2	Почва	1.0	0.02-0.2	96.0	12.0
3	Зерно	1.0	0.02-0.2	95.0	13.0

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79.

Натрия сульфат, хч., ГОСТ 4328-77.

Этилацетат, хч., ГОСТ 22300-76.

Хромосорб-750, 3% OV-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-200 м.

Испаритель ротационный НР-1 м, ТУ 25-11-917-74.

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, пробирки, 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 мл, ГОСТ 20292-74.

Микропипетки на 0,1; 0,2 мл, ГОСТ 20292-74.

Мельница электрическая лабораторная, ТУ 46-22-236-79.

Встряхиватель электромеханический ЛТ-1 или АВУ-1.

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

2.4.Отбор, хранение и подготовка проб.

Отбор проб производят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции,пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.79 г. N 2051-79.

2.5.Подготовка к определению.

2.5.1.Приготовление стандартного раствора.

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

2.5.2.Подготовка колонки с окисью алюминия .

Окись алюминия предварительно прокаливают в течение суток в термостате при 110° С. После охлаждения добавляют по весу 4% дистиллированной воды и встряхивают в закрытом сосуде в течение часа на встряхивателе. На дно стеклянной колонки размером 200 х 15 мм помещают кусочек стекловаты и при постукивании по стенкам колонки палочкой насыпают на высоту 130 мм подготовленную окись алюминия, сверху насыпают 20 мм слой сульфата натрия, предварительно прокаленного в термостате в течение суток при 130° С.

2.6.Описание определения.

2.6.1.Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. Вода. 500 мл анализируемой воды фильтруют от механических примесей через фильтр "красная лента" в делительную воронку на 1000 мл. Фронтьер экстрагируют гептаном три раза по 15-20 мл. Объединенные гептановые экстракты сушат сульфатом натрия и упаривают досуха.

2.6.1.2. Зерно. 30-50 г. измельченного зерна помещают в коническую колбу на 250 мл,приливают ацетон 150 мл и оставляют на 1 час. Экстракт фильтруют. Экстракцию повторяют два раза свежими порциями ацетона (50 мл). Объединенные экстракты упаривают до 10-15 мл. Вносят на колонку с окисью алюминия. Элюируют 100 мл этилацетата. Элюат испаряют досуха.

2.6.1.3. Почва. Определение проводится согласно пункту 2.6.1.2.

2.6.1.4. Зеленая масса. Определение проводится согласно пункту 2.6.1.2.

2.6.2. Получение производных.

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

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% OV - 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 - $20 . 10^{-12}$

2.4.6. Обработка результатов анализа.

Для количественного анализа измеряют высоту пиков и стандартных растворов. Содержание препарата диметенамида (Х=мг/кг,л) в различных объектах окружающей среды рассчитывают по формуле:

$$X=\frac{G.H_{пр}.V_1}{H_{ст}.V.P}$$, где

G - содержание диметенамида в стандартном растворе, мкг;

Нпр - высота пика анализируемой пробы, мм;

V_1 - общий объем пробы, мл;

Нст - высота пика стандартного раствора, мм;

V - объем хроматографируемой пробы, мкл;

Р - навеска пробы, г., л.

3. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо выполнять требования техники безопасности, рекмендованные для работ с органическими растворителями и кислотами, а также соблюдать правила техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарноэпидемиологических 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