

**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.**

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 количества 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 оксатиксила 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 пропаквизафоп в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.		
	N 6250-91 29 июля 1991 г.....	30
7. Методические указания по определению пропаквизафоп 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 тонкослойной 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 хлоринафоп - 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 флюогликофена в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии.	
N 6247-91 29 июля 1991 г.....	95
20. Методические указания по определению флюогликофена в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.	
N 6213-91 29 июля 1991 г.....	100
21. Предметный указатель.	104

“Утверждено” Минздравом
СССР “29” июля 1991 г.
N 6213-91.

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

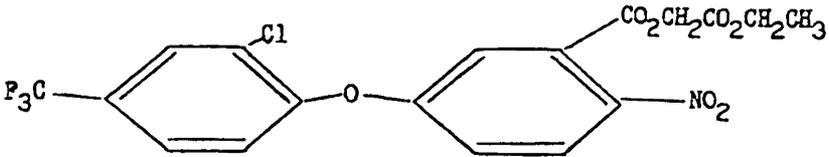
1. Вводная часть.

Сатис, 18% с.п. (триасульфурон, 6% + фторгликофен, 12%).

Ф. “Сибя”, Швейцария.

Флюогликофен.

2-этокси-2-оксоэтил-5-[2-хлор-4-(трифторметил)фенокси]-2-нитро
бензоат (ИЮПАК).



$C_{18}H_{13}ClF_3NO_7$

М.м. 447,75.

Рыжевато коричневые кристаллы, температура плавления 48-55° С, растворимость в воде 0,6 мг/л, растворимость в н-гексане 1г/100 г (при 20° С), в большинстве органических растворителей 50 г/100 г. При применении препарат может находиться в воздухе рабочей зоны в виде аэрозоля.

Характеристика триасульфурона и метод измерения его концентраций в воздухе рабочей зоны приведены в методических указаниях, утвержденных за N 6168-91.

Сатис рекомендован в качестве гербицида в борьбе с однолетними двудольными сорняками, в том числе устойчивыми к 2,4-Д на пшенице, при норме расхода 100-150 г/га в фазу кушения культуры.

Флюогликофен является умеренно токсичным препаратом. Оральная LD₅₀ для крыс 5000 мг/кг. Дermalная 1333 мг/кг. Раздражение кожи и глаз отсутствует.

В почве разлагается быстро. Период полураспада 14 дней.

Разработчики: Письменная М.В., ВНИИГИНТОКС, г.Киев.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на анализе основного компонента - флюогликофена методом газожижкостной хроматографии (ГЖХ) на неподвижной фазе 5% SE-30 с детектором по захвату электронов.

2.1.2. Избирательность метода.

Рекомендуемые условия ГЖХ позволяют избирательно определять флюогликофен в присутствии хлорорганических, фосфорорганических пестицидов, производных симметриазина и карбаминовой кислоты.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 0,01 мг.

Предел измерения в воздухе (при отборе 60 л воздуха) - 0,00005 мг/м³.

Диапазон измеряемых концентраций 0,00002 мг/м³ - 10 мг/м³.

Граница суммарной погрешности измерения флюогликофена в воздухе методом ГЖХ ± 15,9%.

2.2. Реактивы и растворы.

Фильтры "синяя лента".

Апетон, чда., ТУ 6-09-3313-86.

Неподвижная фаза - 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS.

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74 (в баллоне с редуктором).

Флюогликофен (98%).

2.3. Приборы и посуда.

Газовый хроматограф серии "Цвет" или аналогичный с ДЭЗ (ДПР).

Колодка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3,5 мм.

Микрошприц на 10 мкл.

Секундомер.

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1862-82.

Фильтродержатели, диаметр 6-8 см.

Весы аналитические ВЛА-200.

Ротационный вакуумный испаритель типа ИР-1М, ТУ 20-11-917-74 или аналогичный с набором колб емк. 25, 50, 100 мл.

Колбы конические широкогорлые или стаканы емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные емк. 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Воздух со скоростью 2 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 30 минут. Отобранные пробы могут храниться в холодильнике не более 3-х суток.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартных растворов.

Основной стандартный раствор флюогликофена (ОСР): 10 мг флюогликофена растворяют в 100 мл ацетона. (100 мкг/мл). Хранить в холодильнике не более 3-х месяцев.

Рабочие стандартные растворы препарата 0,1-0,01 мкг/мл готовят разведением ОСР ацетоном.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Бумажный фильтр вынимают из фильтродержателя, помещают в колбу или стакан и заливают 10-15 мл ацетона. Оставляют на 15 мин, периодически встряхивая, и сливают экстракт в колбу для отгонки растворителей. Затем экстрагируют из фильтра новой порцией ацетона. Объединенные ацетоновые экстракты концентрируют до ~0,3 мл на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не более 45° С. Остаток упаривают досуха при комнатной температуре, растворяют в 1 мл ацетона и 3 мкл вводят в газовый хроматограф.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Измерение проводят на хроматографе с ДЭЗ (ДПП).

Колонка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3,5 мм.

Фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS.

Температура колонки 230° С, испарителя 250° С, детектора 260° С.

Скорость газа-носителя азота 65 мл/мин.

Скорость продувочного газа (ДПП) азота 150 мл/мин.

Рабочая шкала электрометра $2 \cdot 10^{-12}$

Скорость диаграммной ленты 240 мм/час.

Объем вводимой пробы 1-3 мкл.

Время удерживания флюогликофена 3,7 мин.

Линейный диапазон определения 0,02-0,4 нг.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте хроматографического пика.

Концентрацию флюогликофена (мг/м^3) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \cdot V_{ст} \cdot H_{пв} \cdot V_{пр}}{H_{ст} \cdot V_a \cdot V}$$

где :

$C_{ст}$ - концентрация флюогликофена в стандартном растворе, вводимом в хроматограф, мкг/мл;

$V_{ст}$ - объем стандартного раствора, введенного в хроматограф, мкл;

$H_{ст}$ - высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;

$H_{пр}$ - высота пика исследуемого раствора, мм;

V_a - объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

$V_{пр}$ - конечный объем анализируемого экстракта, мл;

V - объем отобранного воздуха, приведенный к нормальным условиям, л.

3. Требования техники безопасности.

Выполняются требования безопасности, рекомендуемые для работы с органическими растворителями и токсическими веществами.

Предметный указатель.

1. Ахил- пропаквизафоп.
2. Берет-специаль- фенпиклонил + имазапил.
3. Берет-фенпиклонил.
4. Дикуран- хлортолурон.
5. Тогран- триасульфурон.
6. Маврик- флювалинат.
7. Рубиган- фенаримол.
8. Сандифан- оксаликсил.
9. Сатис- триасульфурон + флюгликофен.
10. Гелл- примисульфурон.
11. Гилт- 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 + имазапил-	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 вперед.

Заказ 838. Типография, Ветoshный пер., 2. Тираж 1000.