

**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” Министерством
здравоохранения СССР
“29” июля 1991 г.
N 6247-91.

Методические указания по определению флюогликофена в воде, почве,
растительном материале методом газожидкостной хроматографии.

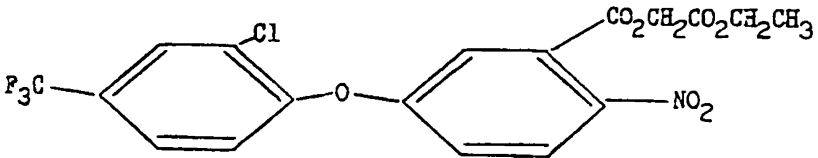
1. Вводная часть.

Сатис, 18% с.п. / триасульфурон, 6% + флюогликофен, 12%/.

- ф. “Сяба”, Швейцария.

- Флюогликофен

2-этоксикарбонил-5-[2-хлор-4-(трифторметил) феноксикарбонил]-2-нитробензоат (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 1 г/100 г (при 20° С), растворимость в большинстве органических растворителей 50 г/100 г. Препарат устойчив в кислой среде (при pH 5 гидролиз 231 день), быстро разрушается в щелочной среде (при pH 9 гидролиз 3,6 часа).

Характеристика триасульфурона и метод определения его в воде, растениях, почве приведены в методических указаниях, утвержденных за N 6171-91.

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 кущения культуры.

Флюогликофен является умеренно токсичным препаратом. Оральная LD50 для крыс 5000 мг/кг, дермальная 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 извлечении препарата органическими растворителями, очистке экстрактов активированным углем и последующем анализе методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ) на неподвижной фазе SE-30 с детектором по захвату электронов (ДЕЗ, ДПР).

2.1.2. Избирательность метода.

Рекомендуемые условия ГЖХ позволяют избирательно определять сатис (по флюогликофену) в присутствии хлорорганических, фосфорорганических пестицидов, произвольных симтриазина и карбаминовой кислоты.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Исследуемый объект	Предел обнаружения, мг/кг (мг/л)	Среднее значение определения, %	Доверительный интервал, при $P=0.95$ $n=5$, %	Стандартное отклонение, %	Относительное стандартное отклонение, %
Вода	0.0002	94.8	2.8	2.2	2.9
Почва	0.002	92.2	9.8	3.8	10.6
Растения	0.01	84.6	12.7	4.6	15.0

2.2. Реактивы и растворы.

Апетон, ч.д., ТУ 6-09-3313-86.

Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-81.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74.

Хлористоводородная кислота, х.ч., ГОСТ 3118-77.

Активированный уголь марки ОУ-"А".

Вода дистиллированная.

Натрия сульфат безводный, х.ч., ГОСТ 4166-81.

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

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

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).

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

Аппарат для встряхивания АБУ-1, ТУ 64-1-1081-73.

Баня водяная электрическая, ТУ 64-1-2850-76.

Весы аналитические лабораторные, ГОСТ 19491-74.

Весы технические ВЛКТ-500 г-М.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-76, с набором колб на шлифах (емк. 50, 100 мл) или аналогичный.

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10696-75.

Колбы плоскодонные конические емк. 50, 100, 250 мл, ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные емк. 100, 250 мл, ГОСТ 1770-74.

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

Воронки химические (диам. 60 мм), ГОСТ 8613-81.

Воронки делительные емк. 250, 500 мл, ГОСТ 8613-81.

Пипетка мерные, ГОСТ 1770-74.

Микрошприц на 10 мкл.

Секундомер.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Отбор проб производится в соответствии с требованиями, изложенными в “Унифицированных правилах отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов”, утвержденных заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР № 2051-79 от 21.08.79 г.

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 флюогликофена 0,1-0,01 мкг/мл готовят разведением ОСР ацетоном.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку, подкисляют концентрированной хлористоводородной кислотой до pH=4-5 и экстрагируют флюогликофен хлороформом, предварительно насыщенным водой. 3 раза по 30 мл, осторожно встряхивая по 3-4 мин. Объединенный хлороформный экстракт отфильтровывают в колбу для отгонки через обезжиренный ватный тампон (или бумажный фильтр “красная лента”) с помещенным на него слоем безводного сульфата натрия (15 г). Отгоняют хлороформ на ротационном испарителе под вакуумом при температуре бани не более 45 °С до ~0,5 мл. Остаток упаривают досуха при комнатной температуре, растворяют в 4 мл ацетона и проводят анализ ГЖХ.

2.6.1.2. Почва. 100 г почвы помещают в коническую колбу, заливают 100 мл ацетона и экстрагируют 30 мин на аппарате для астрахивания. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр “красная лента” в делительную воронку емкостью 500 мл. Оставшуюся в колбе почву дважды промывают ацетоном по 30 мл, каждый раз энергично встряхивая и отстаивая 10-15 мин. Экстракты объединяют в делительной воронке.

Для очистки к полученному ацетоновому экстракту приливают 250 мл дистиллированной воды и экстрагируют препарат хлороформом трижды по 50, 30, 30 мл, осторожно встряхивая 3-4 мин. Объединенный хлороформный экстракт отфильтровывают в колбу для отгонки растворителей через обезжиренный

ватный тампон (или бумажный фильтр "красная лента") с помещенным на него слоем безводного сульфата натрия (1,5 г) и концентрируют на ротационном вакуумном испарителе до ~0,5 мл. Остаток упаривают досуха при комнатной температуре. Далее проводят очистку активированным углем.

Для проведения очистки сухой остаток растворяют в 15 мл смеси бензол-ацетон (1:3), прибавляют 0,1 г активированного угля и хорошо перемешивают. Колбу опускают в стакан с горячей водой (60-80° С) на 20 мин., затем раствор отфильтровывают через фильтр "красная лента" в колбу для отгонки растворителей. Уголь трижды промывают смесью бензол-ацетон 1:3 по 5 мл, присоединяют смывы к фильтрату. Объединенный фильтрат упаривают до ~0,5 мл на ротационном испарителе под вакуумом при температуре бани не более 45° С. Остаток упаривают досуха при комнатной температуре, растворяют в 10 мл ацетона и проводят определение ГЖХ.

2.4.2.3. Растительный материал (зеленая масса пшеницы).

Растертые листья или зеленые колоски (20 г) экстрагируют 50 мл смеси гексан-ацетон 9:1 в течение 30 мин на аппарате для встряхивания. Экстракцию повторяют дважды. Экстракты объединяют. Далее определение проводится согласно разделу 2.6.1.2.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Измерения проводят на хроматографе с ДЭЗ (ДПР).

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

Фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS.

Скорость газа-носителя азота 65 мл/мин.

Скорость продувочного газа (ДПР) 150 мл/мин.

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

Скорость диаграммной ленты 240 мм/час.

Объем вводимой пробы 1-5 мкл.

Время удерживания флюогликофена 3,7 мин.

Линейный диапазон определения 0,01-0,4 мг.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

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

Содержание флюогликофена в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \cdot V_{ст} \cdot H_{пр} \cdot V_{пр}}{H_{ст} \cdot V_{пр} \cdot P}, \text{ где}$$

X - содержание флюогликофена в пробе, мг/кг (мг/л);

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;

P - масса пробы, взятой для анализа, г.

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- хлортолурун.
5. Тогран- триасульфурон.
6. Маврик- флювалинат.
7. Рубиган- фенаримол.
8. Савлофан- 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. Хлортолурун-	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.