

**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.

№ 6158-91.

Методические указания по определению триасульфурона в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

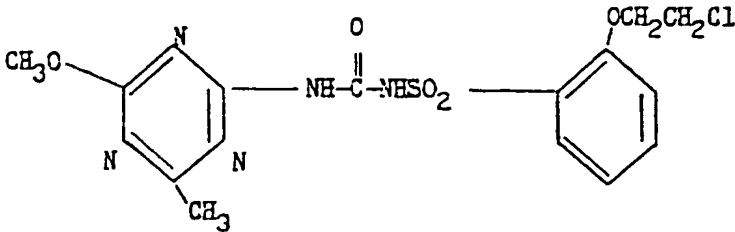
1. Вводная часть.

Логран (ЦГА 131036), 75% в.г.

ф. “Сяба”, Швейцария.

Триасульфурон, 3-(6-метоксн-4-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-1-[2-(2-хлорэтоксн)-фенилсульфонил]-мочевина (ИЮПАК).

Триасульфурон относится к группе сульфонилмочевин.



$C_{14}H_{16}ClN_5O_5$

М.м.401.83.

Белые кристаллы с Тпл 186° С. Растворимость в воде при 20° С 1.5 г/л, незначительная растворимость в большинстве органических растворителей. Логран используется в качестве гербицида против однолетних двудольных сорняков, в том числе устойчивых к 2,4 Д и 2М-4Х на посевах пшеницы и ячменя при норме расхода 6.5-13 г/га.

Триасульфурон умеренно токсичен для теплокровных. LD<sub>50</sub> оральная для крыс > 5000 мг/кг, дермальная LD<sub>50</sub> > 2000 мг/кг. Вещество не токсично для рыб, птиц и ласний. Не раздражает слизистую глаз у кроликов, при попадании на кожу наблюдается слабое раздражение.

Разработчики: Кошарновская Т.А., Гиренко Д.Б., ВНИИГИНТОКС, г. Киев.

## 2. Методика определения.

### 2.1. Основные положения.

#### 2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на определении лограна хроматографическими методами (ГЖХ, ТСХ) после концентрирования из воздуха.

#### 2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме 5 мкг (ТСХ); 2 мкг (ГЖХ).

Предел измерения в воздухе  $0.02 \text{ мг/м}^3$  (про отборе 100 л).

Диапазон измеряемых концентраций  $1-0,02 \text{ мг/м}^3$ .

Граница суммарной погрешности  $\pm 20\%$ .

### 2.2. Реактивы и растворы.

Азот особой чистоты газообразный, ГОСТ 9293-74.

Хроматон N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30.

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-09-4263-76.

Метанол, х.ч., ГОСТ 6995-77.

Едкий калий, ч., ГОСТ 9285-78.

Гидразингидрат, ч.а.

Ацетон, осч., ТУ 6-09-3313-86.

Нитрат серебра, ч., ГОСТ 1277-81.

Бромфеноловый синий, ч., ТУ 6-09-3719-83.

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

Пластины "Силтуфол" (Хемапол, ЧССР).

Бумажный фильтр "синяя лента", ТУ 6-09-1676-77.

Подвижная фаза ацетон-хлороформ 1:9.

### 2.3. Приборы и посуда.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-77.

Колбы конические на шлифе емкостью 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862-77.

Воронки химические, ГОСТ 8613-75.

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные, ГОСТ 23932-79.

Фильтродержатели.

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-21-1081-73.

Камера хроматографическая, ГОСТ 23932-79.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-79.

Хроматограф с термоионным детектором (тип Цвет, Газохром

или др.).

Микрошприцы по 10 мкл, ТУ 283-3-106.

Прибор для получения диазометана:

-колба круглодонная трехгорлая, емкостью 500 мл на шлифах (реакционный сосуд):

- холодильник Либиха на шлифах;
- длительная воронка на шлифе (капельница);
- П-образный переходник на шлифах;
- капитель.

#### 2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют в течение 20 мин через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента". Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы. Пробы хранить не более 2-х суток.

#### 2.5. Подготовка к определению.

##### 2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Стандартный раствор лограна, содержащий 100 мкг/мл. вещества. Готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл этилацетата. Хранят в холодильнике не более 6 месяцев.

##### 2.5.2. Приготовление проявляющего реактива

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 до метки ацетоном.

##### 2.5.3. Получение диазометана.

В реакционную колбу на 500 мл помещают 6 г едкого кали, 3 мл гидразин-гидрата, 3 мл метанола. Через смесь продувают азот с расходом 100 мл/мин. Из капельницы подают хлороформ со скоростью 1 кап. за 1-2 с. Колбу присоединяют к обратному холодильнику конец которого снабжен газоотводной трубкой, которая погружена в слой исследуемого ацетонового раствора, находящегося на дне приемника. Приемник охлаждают смесью льда и соли.

Вследствии токсичности и раздражающего действия диазометана прибор должен быть установлен в вытяжном шкафу. При работе использовать индивидуальные средства защиты: экран, перчатки, очки. После окончания насыщения исследуемого ацетонового раствора (не менее 4 мин.) прекращают подачу в реакционную колбу хлороформа, отключают азот, остатки в реакционной колбе заливают водой и тщательно промывают колбу и все части прибора водой.

#### 2.6. Описание определения

##### 2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Бумажный фильтр из фильтродержателя переносят в коническую колбу и заливают 20 мл хлороформа. Встряхивают 20 мин, экстракцию повторяют дважды. Объединяют хлороформный экстракт и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель до объема 0,1-0,3 мл при температуре бани не выше 40° С. Далее проводят определение методами ГЖХ или ТСХ.

##### 2.6.2. Получение производных.

В случае определения триасульфурона методом ГЖХ проводят метилирование. Удаляют остаток растворителя на воздухе. К сухому остатку приливают 1 мл ацетона и пропускают через этот раствор диазометан в течение 4 мин. После прекращения пропуска диазометана, исследуемому раствору дают постоять 30



мин, затем выпаривают растворитель досуха. Растворяют остаток в 1 мл ацетона.

Хроматографируют по 4 мкл пробы. Одновременно с пробой готовят и метилируют диазометаном контрольную пробу и стандартные растворы лограна с концентрацией 10 мкг/мл, 5 мкг/мл, 2 мкг/мл.

#### 2.6.3. Условия хроматографирования.

##### 2.6.3.1. ГЖХ.

Хроматограф с термояонным детектором

Колонка стеклянная, длина 1 м,  $d=3$  мм

Носитель - хроматон N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм)

Неподвижная фаза - 5% SE-30

Температура: испарителя - 265° С, колонки - 250° С

Скорость газа: азота - 34 мл/мин

водорода - 12 мл/мин

воздуха - 150 ± 80 мл/мин

Вводимый объем - 4 мкл

Время удерживания лограна - 4 мин 25 с

Минимально детектируемое количество 8 нг

Рабочая шкала электрометра -  $64 \cdot 10^{-10}$  А

##### 2.6.3.2. ТСХ.

Сконцентрированную пробу количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см, центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида, содержащие 1, 2, 5, 10 мкг препарата. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографирования залита смесь хлороформ-ацетон 9:1.

После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см, пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора раствором бромфенолового синего, а затем обесцвечивают 2% раствором лимонной кислоты.

Логран проявляется в виде пятна синего цвета на желтом фоне. Величина  $R_f = 0,58 \pm 0,03$ .

#### 2.6.4. Обработка результатов анализа.

##### 2.6.4.1. ГЖХ.

Расчет концентрации препарата ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ) в воздухе проводят по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V \cdot H_{\text{пр}}}{H_{\text{см}} \cdot V_1 \cdot V_{20}}$$

путем сравнения рассчитываемого пика с пиком, полученным при введении известного количества стандартного вещества при условии, что пики близки по величине и определение ведется в диапазоне линейности детектора.

A - количество стандартного препарата, введенного в хроматограф, мкг;

Hст - высота пика стандартного раствора, мм;

Hпр - высота пика в исследуемой пробе, мм;

V<sub>1</sub> - объем экстракта, введенный в хроматограф, мл;

V - общий объем анализируемого экстракта, мл;

V<sub>20</sub> - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, л.

#### 2.6.4.2. ТСХ.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен пробы и стандартного раствора. Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (10 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать aliquотную часть пробы (0,1-0,2 мл) параллельной пробы.

Концентрацию лограна в воздухе (X) в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}}, \text{ где}$$

G - количество препарата, найденное в хроматографируемом объеме в мкг;

V<sub>20</sub> - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, л.

#### 3. Требования техники безопасности.

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР N 2255-81 от 20. 10. 81.

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. Сандофан- 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.