

**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  
С С С Р  
“29” июля 1991 г.  
N 6211-91.

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

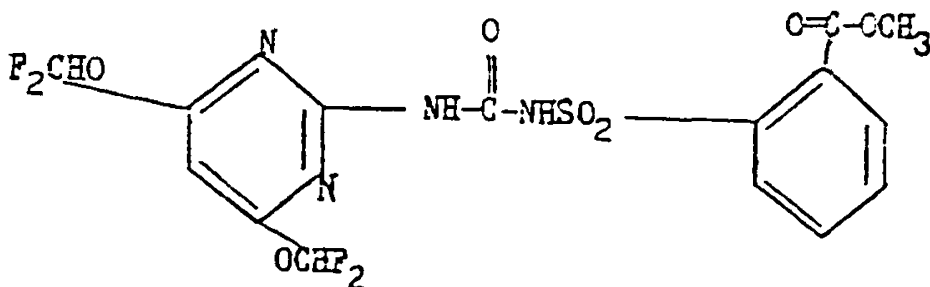
1. Вводная часть .

Телл, 75% в.г.

ф. “Сибирь”, Швейцария.

Примисульфурон - 2-[3-(4,6-бис(дифлуорометокси)-пиримидин-2-ил)-1-(2-метоксикарбонил-фенилсульфонил)-мочевина (ИЮПАК).

Примисульфурон относится к группе сульфонилмочевин.



$C_{15}H_{12}F_4N_4O_7S$

М.м. 486.34.

Телл представляет собой бесцветное кристаллическое вещество не имеющее запаха. Растворим в ацетоне, циклогексане, метилхлориде.

Телл - гербицид, применяемый против многолетних злаковых сорняков и некоторых однолетних двудольных сорняков на посевах кукурузы в фазу 3-5 листьев при норме расхода 30 г/га.

Примисульфурон относится к среднетоксичным препаратам. Оральной  $LD_{50}$  для крыс 5000 мг/кг, дермальная 2000 мг/кг. Не наблюдается раздражения кожи у кроликов, небольшое раздражение слизистой глаз. Практически не токсичен для рыб, птиц и ларв.

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

## 2. Методика определения.

### 2.1. Основные положения.

#### 2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на определении телла газожидкостным методом после концентрирования из воздуха.

#### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 2 мкг.

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

Диапазон измеряемых концентраций  $0.02-1 \text{ мг/м}^3$

Граница суммарной погрешности = 20%.

### 2.2. Реактивы и растворы.

Телл (фирма "CIBA-GEIGY").

Ацетон, ос.ч., 9-5 ТУ 6-09-3513-86.

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

Пиридин, ч., ГОСТ 13647-78.

Бензол, ч., ГОСТ 5958-81.

### 2.3. Приборы и посуда.

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

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74.

Воронки химические, ГОСТ 8613-75.

Колбы конические 25, 50 мл, ГОСТ 10394-72.

Колбы грушевидные 25, 50 мл, ГОСТ 10394-74.

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (тип "Цвет", газохром или др.).

Микрошприцы на 10 мкл.

Колонка стеклянная хроматографическая, длина 1 м,  $d=3 \text{ мм}$ .

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

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

Воздух со скоростью 5 л/мин. аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 20 мин. Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы. Пробы хранят в холодильнике в течение 2-х суток.

### 2.5. Подготовка к определению.

#### 2.5.1. Приготовление стандартных растворов.

Основной стандартный раствор примисульфурона, содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в ацетоне. Раствор хранят в холодильнике не более месяца. Рабочие растворы телла 2-10 мкг/мл готовят из основного раствора разведением. Хранят растворы в холодильнике не более 5 дней.

### 2.6. Описание определения.

### 2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Бумажный фильтр из фильтродержателя переносят в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона. Встряхивают 20 мин. Экстракцию повторяют дважды. Объединяют ацетоновые экстракты, сушат безводным сульфатом натрия и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель до объема 0,1-0,5 мл при температуре бани не выше 35° С. Далее проводят определение методом ГЖХ.

### 2.6.2. Получение производных.

Удаляют остаток растворителя в токе воздуха. К сухому остатку пробы приливают 50 мкл трифторуксусного ангидрида и 10 мкл пиридина. Выдерживают приготовленную смесь в течение 30 мин., после чего добавляют 1 мл бензола и 5 мл дистиллированной воды, интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз 5 мкл бензольного слоя вводят в хроматограф.

### 2.6.3. Условия хроматографирования.

Хроматограф с ДПР.

Колонка стеклянная, длина 2 м, d= 3 мм.

Носитель - Хроматон N-AW (0,16-0,20).

Неподвижная фаза - 5% XE-60.

Температура испарителя - 230° С.

Температура детектора - 250° С.

Температура колонки - 150° С.

Скорость газа-носителя - 55 мл/мин. (через колонку).

Скорость газа-носителя - 150 мл/мин. (на продувку).

Вводимый объем - 5 мкл.

Время удерживания фторпроизводного телла - 5 мин. 6 сек.

Минимально детектируемое количество - 1 нг.

### 2.6.4. Обработка результатов анализа.

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

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

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 раствора препарата, введенное в хроматограф, мкг.

Hст - высота пика стандартного раствора, мм;

Hпр - высота пика препарата в исследуемой пробе, мм;

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

V - общий объем анализируемого экстракта, мл;



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

### 3. Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе 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. 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. 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.