

**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.

№ 6175-91

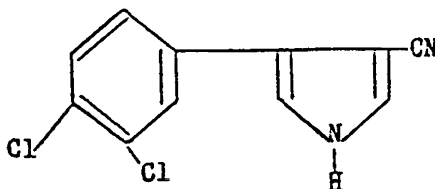
Методические указания по определению фенпиклонила в зерне, почве и
воде методом газожидкостной хроматографии.

1. Вводная часть.

Берет, 20% в. р. п.

ф. “Сяба”, Швейцария.

Фенпиклонил. 4-(2,3 - Дихлорфенил) - 1Н - пиррол - 3 - карбонитрил
(ЮПАК).



$C_{11}H_6Cl_2N_2$

Молекулярная масса: 237,09

Бесцветные кристаллы, температура плавления 152,9° С. Растворимость
г/100 мл: ацетон 36, метанол -8,3, изопропанол - 7,7, октанол - 3,6, метиленх-
лорид - 2,5, Н - гексан - 0,004, вода - 0,0002.

Летучесть при 20° С $4,1 \cdot 10^{-5}$ мг/м³. Давление паров при 20° С - $3,2 \cdot 10^{-9}$,
при 30° С - $1,6 \cdot 10^{-8}$, при 40° С $7,3 \cdot 10^{-8}$ мм.рт.ст.

Берет - протравитель семян пшеницы и ячменя для борьбы с твердой и
каменной головней и снежной плесенью. Применяется при норме расхода 1-2
кг/т.

Фенпиклонил обладает средней токсичностью. LD₅₀ для крыс и мышей 5000
- 3000 мг/кг.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении препарата из анализируемой пробы органи-
ческим растворителем, очистке экстракта на пластинках “Силуфол”, последую-
щим определением газожидкостной хроматографией с термоионным детекто-
ром.

Разработчики: Скурят А.Ф., Бунякина Е.М., Кивачицкая М.М., Карченя
Г.К., БелНИИЗР, г. Минск.

2.1.2. Избирательность метода.

Другие препараты по сфере применения в данных условиях хроматографирования определению не мешают.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций 0,0005-0,01 мкг.

Нижний предел детектирования - 0,0005 мкг.

Чувствительность определения: зерно - 0,02 мг/кг, почва - 0,01 мг/кг, вода - 0,008 мг/л.

Среднее значение определения %: зерно - 74,2, почва - 82,1, вода - 92,3.

Размах варьирования: зерно - 70,0-90,0%, почва - 72,0- 95,0%, вода - 90-98%.

Стандартное отклонение: зерно $\pm 2,67\%$, почва $\pm 2,84\%$, вода $\pm 3,95\%$.

Доверительный интервал среднего при $p=5$, $p=0,95$: зерно $- 74,2 \pm 5,6$; почва $- 82,1 \pm 6,7$; вода $- 92,3 \pm 7,5$.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.

Этиловый спирт, х.ч., ТУ 6-09-7710-77.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75.

Этилацетат, ч. л. а., ГОСТ 22300-76.

Натрий серноокислый безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76.

2.3. Приборы и посуда.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 64-1-8-77.

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-21-1087-73.

Микрошприц МШ N 10, ТУ Е - 2.833.0.24.

Микропипетки, ГОСТ 1770-74.

Колбы конические со штифом на 250, 500 и 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Воронки делительные, ГОСТ 8613-75.

Воронки конические, ГОСТ 8613-75.

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

Грушевидные колбы емкостью 50 мл.

Камера для хроматографирования.

Фильтры бумажные.

Пластины "Силуфол" - UV - 254 (ЧССР).

Хроматограф "Цвет - 106" с ТИД.

Стеклоанальная макрокапиллярная колонка с фазой Е-301 с толщиной пленки 2 мкм, диаметром 0,6 мм, длиной 55 м.

2.4. Отбор, хранение и подготовка проб.

Отбор проб производится 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 21.08.1970 г. за N 2051-79.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Стандартный раствор берета в ацетоне (50 мкг/мл).

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов.

2.6.1.1. **Вода.** 200 мл воды помешают в делительную воронку с притертой пробкой, заливают 150 мл этилацетата и встряхивают в течение 3-5 мин. Экстракт фильтруют через плотный фильтр и безводный сернокислый натрий. Затем повторно экстрагируют 50 мл этилацетата в течение 3 мин. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе (t 69° С) до объема 0,2-0,3 мл (остаток высушивают в токе воздуха). Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона и аликвоту вводят в хроматограф.

2.6.1.2. **Почва.** 100 г почвы экстрагируют 100-150 мл этилацетата при встряхивании в течение 1,5 часов. Растворитель фильтруют через фильтр с безводным сернокислым натрием. Экстракцию повторяют еще раз в течение 30 мин. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе (t 60° С) до объема 0,2-0,3 мл и проводят очистку.

2.6.1.3. **Зерно.** 10-20 г измельченного зерна экстрагируют 100-150 мл этилацетата при встряхивании в течение 1,5 часов. Далее определение проводится согласно пункта 2.6.1.2.

На пластинку "Силуфол" UV-254, предварительно разогретую в камере с ацетоном, в виде полосы наносят сконцентрированный экстракт, рядом наносят пятно стандартного раствора. Пластику хроматографируют в смеси бензол: этанол (11:1). Если грязь находится близко от места нанесения полосы пробы, то пластину тщательно вентилируют, затем хроматографируют повторно в той же смеси. Нельзя допускать перегрузки стартовой полосы. В случае, если экстракт сильно насыщенный, его необходимо нанести на несколько пластин.

Под УФ светом отмечают место расположения стандартного пятна и на том же уровне R_f , с некоторым запасом, отмечают зону пробы. Полосу с зоной пробы вырезают, измельчают ножницами и помещают в коническую колбу на 250 мл, заливают 100 мл ацетона и встряхивают в течение 1 часа. Раствор фильтруют через фильтр, предварительно промытый ацетоном. Экстракцию повторяют еще 2 раза с 50 мл ацетона в течение 30 минут. Объединенный экстракт упаривают, сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона и аликвоту вводят в хроматограф.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Определение проводят на хроматографе "Цвет-106" с термоионным детектором. Используют макрокапиллярную колонку с фазой E-301, толщина пленки 2 мкм, диаметром 0,6 мм, длиной 55 м. Температура испарителя - 270° С, температура колонки - 250° С. Расход газа через колонку - 30 мл/мин. Время удерживания - 2 мин. 45 сек. Рабочая шкала электрометра - $5 \cdot 10^{-19}$ А. Скорость движения ленты самописца - 600 мм/час. При работе на хроматографе "Цвет-106" с ДПР-1, используют колонку с фазой OV-210, на хроматоне N-AW-DMCS, диаметром 3 мм, длиной 1,5 м. Температурные режимы: испарителя -

270° С, колонки - 250° С, детектора - 270° С. Время удерживания - 3 мин. 35 сек.

2.6.3. Обработка результатов анализа.

Для количественного определения фенпикловила измеряют высоту пиков проб и стандартных растворов. Содержание препарата в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{M_{ст} \cdot H_{пр} \cdot V_k \cdot V_{ст}}{H_{ст} \cdot V_x \cdot M}$$

где: X - содержание фенпикловила в пробе, мг/кг или мг/л;

M_{ст} - содержание берета в стандартном растворе, мкг;

H_{ст} - высота пика стандартного раствора, мм;

H_{пр} - высота пика пробы, мм;

V_к - объем конечного экстракта, мл;

V_{ст} - объем стандартного раствора берета, введенный в хроматограф, мкл;

V_х - объем экстракта пробы, введенный в хроматограф, мкл;

M - навеска пробы в г или мл.

3. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо соблюдать требования техники безопасности, рекомендованные для работ с органическими растворителями, кислотами и сжатыми газами.

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. 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. Поликоназол-	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.