МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде

Сборник № 25

Москва
1997 г.

gost.e-ecolog.ru

Министерство сельского хозяйства
и продовольствия
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Я

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 25

Москва
Центр научно-технической информации,
пропаганды и рекламы
1997г.

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; Федорова Н.Е.- к.х.н., МНИИГ им.Эрисмана.

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 количеств пестицидов в продуктах питания, кормах и объектах окружающей среды.

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., председатель Госхимкомиссии тел. 207-63-90

Сборник подготовлен к изданию Российской республиканской станцией защиты растений Департамента химизации и защиты растений Минсельхозпрода РФ.

г.Раменское Московской обл., ул.Нефтегазосъемки 11/41 тел.(246) 3-09-52

СОДЕРЖАНИЕ:

1. Временные методические указания по определению остаточных количеств 2-метил-4-диметиламинометил- бензимидазол- 5 - ол- дигидрохлорида в воде, почве, зерне и зеленой массе кукурузы методом тонкослойной хроматографии.
29.07.91 г. № 6264-91 .....стр.5

2. Методические указания по измерению концентраций 2-амино-4,6 диметил-1,3-пиримидина в воде методом жидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6152-91 9

3. Временные методические указания по определению 2-амино-4-диметиламино-6-хлор - 1,3,5-триазина в воде хроматографическими методами.
29.07.91 г. № 6161-91 16

4. Временные методические указания по определению 2-амино-4-диметиламино-6- хлор-1,3,5-триазина в воздухе хроматографическими методами.
29.07.91 г. № 6159-91 21

5. Временные методические указания по определению остаточных количеств диметилового эфира аминофумаровой кислоты в воде, почве, яблоках, виноградном соке, эфирных маслах, рисе, картофеле методом газовой хроматографии.
29.07.91 г. № 6230-91 27

6. Методические указания по измерению концентрации диниконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6156-91 33

7. Методические указания по определению остаточных количеств N-окиси-2,6 - лутидина в воде, почве, зеленой массе люцерны методом тонкослойной хроматографии.
29.07.91 г. № 6179-91 36

8. Временные методические указания по измерению концентраций N-окиси-2,6-лутидина в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.
29.07.91 г. № 6178-91 40

9. Методические указания по измерению концентраций 2-метоксикарбонил-N-(4,6 - диметил-1,3-пиримидин-2-ил)-аминокарбонил-бензолсульфамида и его калиевой соли в воздухе рабочей зоны методом жидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6171-91 45

10. Временные методические указания по измерению концентраций карбамоил- метил-пиразола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.
29.07.91 г. № 6236-91 51

11. Методические указания по измерению концентраций павстима в воздухе рабочей зоны колориметрическим методом.
29.07.91 г. № 6277-91 54

12. Методические указания по измерению концентрации тебутиурона в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6199-91 57

13. Временные методические указания по измерению концентраций тефлубензурона в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами.
29.07.91 г. № 6234-91 61

14. Временные методические указания по измерению концентраций тиолона в воздухе рабочей зоны методами тонкослойной хроматографии и спектрофотометрии.
29.07.91 г. № 6168-91 65

15. Методические указания по измерению концентраций N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)-N' -(2,5-диметилфенил) сульфонилмочевина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.
29.07.91 г. № 6240-91 70

16. Временные методические указания по измерению концентраций флуфеноксурона в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами.
29.07.91 г. № 6235-91 73

17. Методические указания по измерению концентраций смеси фосфитов (промежуточные продукты синтеза препарата эфаль-М) в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом.
29.07.91 г. № 6266-91 77

18. Методические указания по измерению концентраций хлорсульфурона и его калиевой соли в воде методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6167-91 80

19. Методические указания по измерению концентраций хлорсульфурона и его калиевой соли в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6170-91 87

20. Методические указания по измерению концентраций экостима в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом.
29.07.91 г. № 6276-91 94

21. Методические указания по определению остаточных количеств эталфлуралина в семенах хлопчатника и хлопковом масле методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6244-91 97

Алфавитный указатель. 106

Утверждено
Минздравом Украины
"29" июля 1991 г.
№ 6266-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ СМЕСИ ФОСФИТОВ (ПРОМЕЖУТОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ СИНТЕЗА ПРЕПАРАТА ЭФАЛЬ-М) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.

1.Краткая характеристика продуктов.
Производитель:Россия.
Смесь фосфитов:
(1) моноэтилфосфит - 67,5%
$CH_3CH_2OP(OH)_2$ М.м.110,02

(2) фосфористая кислота - 32%
H_3PO_3 М.м. 82,02

(3) хлор-ионы - 0,5%

Смесь фосфитов - бесцветная жидкость, хорошо растворима в воде. Агрегатное состояние в воздухе при применении - аэрозоль.

2. Методика измерения концентраций смеси фосфитов (промежуточные продукты производства препарата Эфаль-М) в воздухе рабочей зоны.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на разложении фосфитов персульфатом аммония и последующем фотометрическом определении по фосфорно-молибденовому гетерополикомплексу. Оптическая плотность растворов измеряется на фотоэлектроколориметре КФК-2 с красным светофильтром (λ= 670 нм).

2.2. Реактивы и растворы.

Кислота аскорбиновая, х.ч., ГОСТ 4815-76, 4%-ный водный раствор, свежеприготовленный.
Аммоний молибденовокислый, х.ч., ГОСТ 3765-78, 2,5%-ный раствор в 10 N серной кислоте.
Мочевина, чда, ГОСТ 6691-77, 3%-ный водный раствор.
Аммоний надсернокислый (персульфат), ч., ГОСТ 20478-75, 0,5 М водный раствор, свежеприготовленный.
Изобутиловый спирт,чда, ГОСТ 6061-77.

2.3. Приборы и посуда.

Фотоэлектроколориметр КФК-2 или аналогичный с красным светофильтром.
Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76.
Делительные воронки емкостью 20-25 мл.

Разработчики: Письменная М.В., Алейнова А.П., УкрНИИГИНТОКС.

Пробирки мерные емкостью 10-20 мл на шлифах, ГОСТ 1770-74.
Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77.
Поглотитель Зайцева.
Пипетки на 1-10 мл с ценой деления 0,01 и 0,1 мл, ГОСТ 20292-74.
Колбы мерные емкостью 100, 250 мл, ГОСТ 1770-74.
Колбы конические емкостью 50, 100 мл, ГОСТ 10394-72.

2.4. Отбор проб воздуха.

Исследуемый воздух протягивают со скоростью 2 л/мин через поглотитель Зайцева, в который наливают 10 мл воды. Для определения 1/2 ОБУВ фосфитов достаточно отобрать 2 л воздуха. Срок хранения проб 2 суток.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартных растворов.

Основной стандартный раствор (ОСР-1) однозамещенного фосфорнокислого калия, содержащего 0,01 мг фосфора в 1 мл, готовят следующим образом: 0,2742 г однозамещенного фосфорнокислого калия растворяют в 250 мл дистиллированной воды, подкисленной несколькими каплями серной кислоты. 10 мл этого раствора вносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки водой (ОСР-2, 10 мкг/мл).

Рабочий стандартный раствор однозамещенного фосфорнокислого калия готовят (непосредственно перед употреблением) разведением ОСР-2. Для этого 20 мл ОСР-2 вносят в мерную колбу на 100 мл и доводят водой до метки. 1 мл этого раствора содержит 2 мкг фосфора.

2.5.2. Построение градуировочного графика.

Для построения градуировочного графика одновременно с пробами готовят серию стандартных растворов. В ряд мерных пробирок вносят различные объемы (см. таблицу) рабочего стандартного раствора однозамещенного фосфорнокислого калия.

Таблица.

Раствор	№ пробирки									
KH_2PO_4	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
(2 мкг/мл)		0,1	0,25	0,5	1,0	1,5	2,5	3	4	5
Вода	5	4,9	4,75	4,5	4,0	3,5	2,5	2	1	–
Содержание фосфора мкг/ в анализ. объеме (5 мл)	—	0,2	0,5	1,0	2,0	3,0	5,0	6	8	10
мкг/мл	—	0,04	0,1	0,2	0,4	0,6	1,0	1,25	1,6	2

В каждую пробирку приливают 2 мл 0,5 М раствора персульфата аммония в воде и нагревают на кипящей водяной бане 30 минут. Быстро охлаждают, приливают 2 мл 3%-ного раствора мочевины, перемешивают, помещают смесь на кипящую водяную баню на 5 мин., охлаждают, прибавляют 1 мл 2,5%-ного раствора молибдата аммония, перемешивают и прибавляют 1 мл 4%-ного раствора аскорбиновой кислоты, перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане 2 мин.

После охлаждения окрашенных растворов, для повышения оптической плотности полученного синего фосфорномолибденового гетерополикомплекса, в пробирки прибавляют по 3 мл изобутилового спирта. Отделяют в делительной воронке верхний спиртовый слой и переносят его в кювету для фотометрирования. Измерение проводят на фотоэлектро-

колориметре с красным светофильтром (λ=670 нм), используя кюветы с толщиной слоя 3мм. Раствор сравнения - пробирка № 1 (см. таблицу).

Строят график зависимости оптической плотности (Д) от содержания фосфора в анализируемом объеме (5 мл).

2.6. Описание определения.

Из поглотителя выливают воду в мерную пробирку, ополаскивают поглотитель водой, сливают ее в пробирку. Доводят объем воды в пробирке до 10 мл, перемешивают и отбирают для анализа фотометрическим методом 5 мл. 5 мл водного экстракта анализируют согласно п. 2.5.2. При измерении оптической плотности исследуемого раствора в качестве раствора сравнения используют пробирку № 1 (см.таблицу).

По величине оптической плотности находят, пользуясь градуировочным графиком содержание фосфора в исследуемой пробе.

Если окраска в исследуемой пробе интенсивнее окраски в последней (№10) пробирке шкалы, то строят дополнительно график зависимости оптической плотности от содержания фосфора (0, 10, 20, 30, 40, 50 мкг в анализируемом объеме), используя стандарт ОСР-2. В этом случае как для шкалы, так и для исследуемой пробы нет необходимости экстрагировать в изобутиловый спирт полученный фосфорномолибденовый гетерополикомплекс, так как окраска раствора достаточно интенсивна. Прямопропорциональная зависимость оптической плотности от концентрации наблюдается до 50 мкг фосфора в анализируемом объеме. При большем содержании фосфора в анализируемой пробе, для анализа из экстракта берут аликвоту менее 5 мл, доводят объем до 5 мл водой и анализируют как описано выше.

2.7. Обработка результатов анализа.

Учитывая, что определение смеси фосфитов проведено по общему фосфору, расчет результатов анализа осуществляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V_2}{V \cdot V_1}$$, где

X - содержание фосфора в воздухе, мг/м³ ;
A - содержание фосфора, найденное по градуировочному графику, мкг;
V_1 - объем водного экстракта пробы, взятый для фотометрического определения, мл;
V_2 - общий объем анализируемого водного экстракта (10 мл);
V - объем воздуха, отобраный для анализа, приведенный к нормальным условиям, л.

3. Техника безопасности.

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455-81 от 20.10.81.

Алфавитный указатель

	стр.
1. 2-Амино-4,6-диметил-1,3-пиримидин	- 9
2. 2-Амино-4-диметиламино-6-хлор-1,3,5-триазин	- 16,21
3. 2-Метил-4-диметиламинометил-бензимидазол-5-ол-дигидрохлорид	- 5
4. 2-Метоксикарбонил-N-(4,6-диметил-1,3-пиримидин-2ил)-аминокарбонил-бензолсульфамид	- 45
5. 2-Метоксикарбонил-N-(4,6-диметил-1,3-пиримидин-2ил)-аминокарбонил-бензолсульфамид калиевая соль	- 45
6. 5-окси-1,3-бензоксатиолон -2	- 65
7. N - (4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2ил)-N' -(2,5-диметилфенил)сульфонилмочевина	- 70
8. N-оксид-2,6-лутидина и янтарной кислоты комплекс	- 36,40
9. Амбиол	- 5
10. Аминопиримидин	- 9
11. Аминофумаровой кислоты диметиловый эфир	- 27
12. Анкор-5	- 45
13. Анкор-85	- 45
14.Грамекс,метаболит и полупродукт синтеза	- 16,21
15. Дигидроаспарагиновой кислоты диметиловый эфир	- 27
16. Диниконазол	- 33
17.1-Карбамоил-3(5)-метилпиразол	- 51
18. Каскад	- 73
19. Ленок	- 80,87
20. Люцис	- 36,40
21. ММП	- 51
22. Номолт	- 61
23. Павстим	- 54
24. Препарат-1	- 80,87
25. Соналан	- 97
26. Спайк	- 57
27. Суми-8	- 33
28. Тебутиурон	- 57
29. Тефлубензурон	- 61
30. Тиолон	- 65
31. Утнур	- 70
32. Флуфеноксурон	- 73
33. Фосфитов смесь	- 77
34. Фумар	- 27
35. Хардин	- 80,87
36. Хлорсульфурона калиевая соль	- 80,87
37. Экостим	- 94
38. Эталфлуралин	- 97
39. Эфаль-М,промежуточные продукты синтеза	- 77

gost.e-ecolog.ru