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

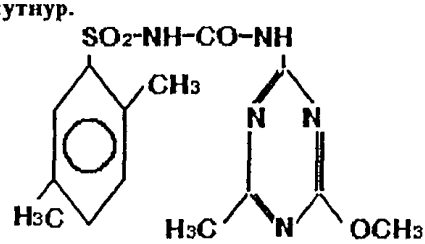
21. Методические указания по определению остаточных количеств эталфлуралина в семенах хлопчатника и хлопковом масле методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6244-91 97

Алфавитный указатель. 106

Утверждено
Министерством здравоохранения СССР
"29" июля 1991г.
№ 6240-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ N-(4-МЕТОКСИ-6-МЕТИЛ-1,3,5-ТРИАЗИН-2ИЛ)-N' -(2,5-ДИМЕТИЛФЕНИЛ) СУЛЬФОНИЛМОЧЕВИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

1. Краткая характеристика препарата.
Производитель:Россия
Торговое название:утнур.



Эмпирическая формула: $C_{14}H_{17}N_5SO_4$
Мол. масса: 351,4.

Действующее вещество: N-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2ил)-N'-(2,5-диметилфенил)сульфонил мочевина, белое кристаллическое вещество, температура плавления 161-163°С, не летуча. Растворимость (%мас.) в ацетоне-5-6, этаноле-2-3, хлороформе до 0,01.
В воздухе рабочей зоны находится в виде аэрозоля. ОБУВ утнура 0,5 мг/м³

2. Методика измерений концентраций утнура в воздухе рабочей зоны.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на хроматографировании утнура в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением препарата с помощью смеси растворов бромфенолового синего и азотнокислого серебра. Отбор проб производится с концентрированием на бумажный фильтр.

2.1.2. Избирательность методики.

Определению не мешают все полупродукты производства (2,5 - диметилбензолсульфонамид, 2,5 - диметилбензолсульфохлорид, 0 - дихлорбензол), а также аналог - хлорсульфурон.

2.1.3. Метрологическая характеристика.

Нижний предел измерения - 0,5 мкг в анализируемом объёме раствора.
Нижний предел измерения в воздухе - 0,01 мг/м³ (при отборе 50л).

Разработчики: И.И.Пиленкова, А.Д.Фатьянова (ВНИТИГ, г.УФА).

Диапазон измеряемых концентраций от 0,01 до 2 мг/м³
Граница суммарной погрешности не превышает ± 25%.

2.2. Приборы, аппаратура, посуда.

Аспирационное устройство .
Фильтродержатель ИРА-20 оп.
Хроматографическая камера типа СП-4, ГОСТ 25336-82Е.
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74.
Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-74.
Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82Е, вместимостью 100 мл.
Колбы Эрленмейера, ГОСТ 9337-70, вместимостью 50 мл.
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74Е, вместимостью 50, 100 и 500 мл.
Пипетки, ГОСТ 20292-74Е, различной вместимости.

2.3. Реактивы, растворы, материалы.

Утнур с содержанием основного вещества не менее 98%.
Ацетон, ГОСТ 2603-79, чда.
Гексан, ТУ 6-09-3375-78, ч.
Бромфеноловый синий, ТУ 6-09-1058-76.
Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277-75.
Кислота лимонная, ТУ 6-09-584-75, осч.
Подвижная фаза: гексан + ацетон = 2:1, по объёму.
Фильтры бумажные беззольные "Синяя лента", ТУ 6-09-1678-77.
Пластинки "Силуфол" размером 150х150 мм производства ЧССР.

2.4. Отбор проб воздуха.

Для определения аэрозоля утнура воздух со скоростью 8-10л/мин аспирируют через фильтр, помещённый в фильтродержатель.
Для измерения 1/2 ПДК следует отбирать 50 л воздуха.
Пробы можно хранить в течение недели.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление проявляющих реактивов.

Реактив для проявления: №1-смесь равных объёмов 0,4%-го водного раствора бромфенолового синего и 2%-го водного раствора азотнокислого серебра. Растворы в отдельности сохраняются в посуде тёмного стекла в течение 2-3 недель. Смесь растворов пригодна в течение 1-2дней.
№2- 4% раствор лимонной кислоты, сохраняется длительное время.

2.5.2. Приготовление стандартных растворов.

Основной стандартный раствор утнура с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением 0,1000 г утнура в ацетоне в мерной колбе вместимостью 100 мл. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.
Стандартные растворы утнура №1-4 с концентрацией 0,05; 0,10; 0,30; 0,50 мг/мл готовят в мерных колбах вместимостью 50 мл путём соответствующего разбавления основного раствора ацетоном.
Растворы устойчивы при хранении в холодильнике.

2.6. Описание определения.

Аэрозольный фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в колбу Эрленмейера и заливают небольшим количеством ацетона так, чтобы фильтр был полностью залит. Затем колбу встряхивают в течение 10 минут, ацетон сливают в грушевидную колбу. Операцию повторяют трижды. После этого колбу с экстрактом помещают в водяную баню при температуре 50-60°С и выпаривают экстракт в токе воздуха до объёма 0,1 мл.

На пластинке "силуфол" на расстоянии 15 мм от края намечают линию старта, на которую на растоянии 15 мм друг от друга наносят количественно анализируемую пробу и по 10 мкл стандартных растворов утнура №1-4 и основного стандартного раствора, что соответствует содержанию в стандартных пятнах 0,5; 1,0; 3,0; 5,0; 10,0 мкг утнура. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до хроматографии налита подвижная фаза в таком количестве, чтобы пластинка была погружена в него не более, чем на 0,5 см.

После того, как подвижная фаза поднимается на 10-12 см, пластинку поднимают и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу. Затем пластинку обрабатывают проявляющим реактивом №1, дают подсохнуть и для освещения фона обрабатывают реактивом №2. Утнур проявляется в виде синих пятен на жёлтом фоне с $R_f 0,3 \pm 0,05$. Окраска пятен устойчива.

Количественное определение проводят путём сравнения площади одинаковых по интенсивности окраски пятен пробы и стандартного раствора с помощью планиметра либо с помощью денсиметра "БИАН-170".

2.7. Обработка результатов анализа.

При использовании планиметра количество утнура "М" (в мкг) в анализируемом объёме пробы находят по формуле:

$$M = \frac{m \cdot Sx}{Sct.}$$

где:

m-содержание утнура в стандартном пятне, мкг;

Sст,Sх-площадь пятна стандарта и пробы соответственно, мм².

При использовании денсиметра содержание утнура в анализируемом объёме находят по отношению интегральных значений содержания вещества в пятнах пробы и стандартных.

Концентрации утнура "С" в воздухе (в мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{M \cdot б}{а \cdot у}$$

где:

М-количество утнура в анализируемом объёме пробы, мкг;

а-объём пробы, взятой для анализа, мл;

у-объём воздуха (в л), отобранный для анализа и приведённый к стандартным условиям;

б-общий объём пробы, мл.

3. Требования 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) санэпидучереждений системы МЗ СССР № 2255-81 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