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 1991 г.
№ 6199-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ТЕБУТИУРОНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

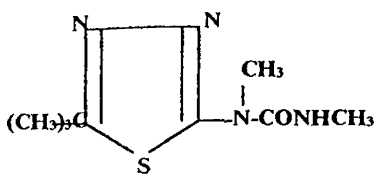
1. Краткая характеристика препарата.

Торговое название: Спайк.

Фирма производитель: Дау-Эланко (США).

Действующее вещество: тебутиурон - N -/5-трет-бутил-1,3,4 - тиадиазолил-2/-N_1 N^1 - диметилмочевина.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_9H_{16}N_4OS$.

Молекулярная масса: 228,3.

Белое кристаллическое вещество. Тпл 161,5-164° С.

Растворимость при 25° С (г/л): в воде - 2,3, в ацетоне - 70, в ацетонитриле - 60, в гексане - 6,1, в метаноле - 170, в метилцеллозольве - 60, в хлороформе - 250. Давление паров при 25° С - 2 x 10^{-6} мм рт.ст.

Выпускается в виде 80% смачивающегося порошка, среднетоксичен. $ЛД_{50}$ (мг/кг): для крыс 644, для мышей 579.

Применяется в качестве гербицида и арборицида.

В воздухе может находиться в виде паров и аэрозоля.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м^3 .

2. Методика измерения концентраций тебутиурона в воздухе рабочей зоны.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на газохроматографическом определении трифторуксусного производного тебутиурона с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Разработчики: Маслаков С.Е., Басова Ю.Г., Сабуров Г.Г., Крутикова Л.Н., Бороздина Л.К., Петрова Р.К., Ленинградский НИИ лесного хозяйства, Сергеев С.Г., г. Киев, ВНИИГИНТОКС.

Отбор проб проводится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента", этанол).

2.1.2. Избирательность метода.

Метод специфичен, другие гербициды и арборициды (например, раундап, глюфосинат, велпар) определению не мешают.

2.1.3. Метрологическая характеристика методики.

Предел измерения 0,1 нг в анализируемом объеме пробы.
Предел измерения в воздухе 0,017 мг/м³ (при отборе 60 л воздуха).
Диапазон измерения концентраций 0,017-0,830 мг/м³ .
Граница суммарной погрешности ± 21%.

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75.
Этанол 96%, ТУ 6-09-1710-77.
Хлороформ,хч, ТУ 6-09-4263-76.
Трифторуксусный ангидрид, ч, ТУ 6-09-4135-75.
Азот высокой чистоты, ТУ 6-16-40-1488.
Фильтры бумажные, беззольные, "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77.
Стандартные растворы тебутиурона в бензоле с содержанием 50 и 10 мкг/ мл. Хранение в холодильнике до трех месяцев.

2.3. Приборы и посуда.

Весы аналитические, ВЛР - 200 г, ТУ 25-06-1131-75.
Аспирационное устройство, модель 822, ТУ 64-1-862-77.
Газовый хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР) марки "Цвет", "Газохром" или аналогичный.
Фильтродержатели.
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-2917-74.
Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10696-75.
Микрошприцы МШ-10 М, ТУ 2.833.106.
Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 1.
Колбы мерные емкостью 50 и 100 мл, ГОСТ 1770-74.
Пипетки различной емкости, ГОСТ 20292-74.
Стеклянные палочки.
Колбы грушевидные емкостью 100 мл, ГОСТ 25336-82.
Стаканы химические емкостью 100 мл, ГОСТ 25336-82.
Колбы круглодонные, емкостью 50 мл, ГОСТ 25336-82.
Холодильник обратный, ГОСТ 25336-82.

2.4. Отбор проб воздуха.

Воздух, содержащий аэрозоль, со скоростью 2-3 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента". Отбирают 60 л воздуха. Пробы, отобранные на фильтр, можно хранить в холодильнике в закрытых бюксах в течение 10 дней.

Для улавливания паров воздух со скоростью 2 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных, погруженных в ледяную баню поглотителя, каждый из которых содержит 5 мл этилового спирта. Для анализа отбирают 60 л воздуха. Пробы можно хранить в закрытой таре в холодильнике в течение 10 дней.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартных растворов тебутиурона.

Стандартный раствор тебутиурона с содержанием 50 мкг/мл готовят растворением 5 мг тебутиурона в бензоле в мерной колбе на 100 мл.

Для приготовления стандартного раствора с концентрацией 10 мкг/мл в мерную колбу на 50 мл помещают 10 мл стандартного раствора с концентрацией 50 мкг/мл и доводят до метки бензолом.

2.5.2. Приготовление стандартных растворов трифторуксусного производного тебутиурона.

В круглодонные колбы емкостью 50 мл помещают 0,1; 0,2; 0,5; 1 мл стандартного раствора с концентрацией 10 мкг/ мл и 0,4; 1 мл стандартного раствора с концентрацией 50 мкг/мл. При необходимости добавляют бензол так, чтобы общий объем раствора составил 1 мл. Вносят 1 мл трифторуксусного ангидрида. Присоединяют обратный холодильник и проводят реакцию трифторацетилирования при 60° С в течение полутора часов. После окончания реакции выпаривают растворитель и избыток трифторуксусного ангидрида. Остаток растворяют в 1 мл бензола. 1 мкл полученного растовра вводят в испаритель хроматографа.

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и получение производного.

Фильтр из фильтродержателя переносят с помощью пинцета в химический стакан емкостью 100 мл и экстрагируют хлороформом трижды порциями по 15 мл по 2-3 мин. Экстракты сливают в отгонную колбу. Поглотительный раствор так же переливают из поглотителей в отгонную колбу. Поглотители промывают этанолом трижды порциями по 5 мл. Объединенный экстракт упаривают на вакуумном испарителе при температуре 40° С. Остаток растворяют в 1 мл бензола, добавляют 1 мл трифторуксусного ангидрида, присоединяют обратный холодильник и проводят реакцию трифторацетилирования при 60° С в течение полутора часов. Затем выпаривают растворитель и избыток трифторуксусного ангидрида, остаток растворяют в 1 мл бензола и 1 мкл полученного раствора вводят в испаритель хроматографа.

2.6.2. Условия хроматографирования.

Хроматографирование проводят при следующих условиях: газовый хроматограф, снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации и стеклянной колонкой (1200 х 4 мм), заполненной хромосорбом 750 (100 - 120 меш) с 3% ОУ-17. Температура термостата колонки 185° С, испарителя 200° С, детектора 250° С. Скорость потока газа-носителя (азота высокой чистоты) 60 мл/ мин. При данных условиях время удерживания производного тебутиурона составляет 7,0± 0,05 мин.

Второй вариант условий хроматографирования: стеклянная колонка (1800 х 2 мм), заполненная хроматоном N-AW-DMCS (0,2-0,25 мм) с 5% SE-30. Температура термостата колонки 220° С, испарителя 230° С. Скорость потока газа-носителя - азота высокой чистоты 60 мл /мин. Время удерживания производного тебутиурона при данных условиях составляет 9,12± 0,10 мин.

Скорость протяжки диаграммной ленты 0,25 см/мин. Линейность детектирования проверена в диапазоне 0,1-50 нг.

Объем раствора, вводимый в хроматограф 1 мкл.

2.7. Обработка результатов анализа.

Расчет концентрации препарата в воздухе (Х) в мг/м^3 производят по формуле:

$$X = \frac{G \cdot Snp}{Sct \cdot V_{20}}$$

где:

G - количество тебутиурона в 1 мл стандартного раствора трифторацетильного производного тебутиурона, мкг;

Snp, Sct - площадь хроматографического пика на хроматограмме исследуемого и стандартного растворов соответственно, мм² или мкв.с;

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

3. Требования безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсичными веществами.

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