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.
№ 6277-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПАВСТИМА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

1. Краткая характеристика препарата.

Павстим - стероидный гликозид растительного происхождения.Эмпирическая формула - $C_{56}H_{94}O_{29}$. Аморфный порошок от светло-коричневого до желтого цвета, растворим в воде (1:1). Слабо растворим в этаноле (1:100). Нерастворим в хлороформе, ацетоне.

Павстим - регулятор роста, рекомендуется для повышения всхожести, иммунитета к болезням, повышения раннего и общего урожая огурцов. Применение - предпосевное замачивание семян при норме расхода 1,6-2 г/кг.

Производитель:Молдова.

2. Методика измерения концентраций павстима в воздухе рабочей зоны колориметрическим методом.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на измерении оптической плотности продукта взаимодействия фурастонолового гликозида с п-диметиламинобензальдегидом при длине волны 490 нм после концентрирования препарата из воздуха.

Отбор проб производится с концентрированием (поглотитель Зайцева с изопропанолом).

2.1.2. Избирательность метода.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Предел измерения в анализируемом объеме фотометрическим методом - 30 мкг.
Предел измерения в воздухе - 30 мкг при отборе 100 л воздуха.
Диапазон измеряемых концентраций - 0,3-10 мкг/м^3 .
Граница суммарной погрешности: ± 15,5%.

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Изопропанол, хч., ТУ 6-09-402-87.
Метанол, хч., ГОСТ 6995-77.
Этанол ректификат, ГОСТ 3962-67.
Натрия сульфат безводный, ч, ГОСТ 4166-76.
П-диметиламинобензальдегид.
Соляная кислота конц., хч, ГОСТ 3118-77.

Разработчики: Кузнецова Е.М., Гиренко Д.Б., УкрНИИГИНТОКС, г. Киев.

2.3. Приборы и посуда.
Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77.
Фильтродержатели.
Поглотитель Зайцева.
Фотоэлектроколориметр КФК-2-УХЛ4.2 или аналогичный.
Ротационный испаритель любой марки с набором колб.
Водяная баня, ТУ 64-1-425-72.
Колбы конические на шлифе емкостью 50 мл, ГОСТ 1770-74.
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74.
Колбы грушевидные, ГОСТ 23932-79.
Воронки химические, ГОСТ 1770-74.
Пробирки мерные на шлифах, ГОСТ 1770-74, вместимостью 10 мл.
Пипетки, ГОСТ 1770-74, на 0,1, 1, 5, 10 мл.
Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 и 50 мл.

2.4. Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 5 л/мин в течение 20 мин аспирируют через поглотитель Зайцева, содержащий не менее 10 мл изопропанола, соединенный с фильтродержателем для увеличения площади аспирирования. Отобранные пробы воздуха хранят в холодильнике не более 5 дней.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Стандартный раствор павстима в 70% этаноле, содержащий 200 мкг/мл вещества.
Стандартный раствор павстима, содержащий 200 мкг/мл вещества готовят растворением 20 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл 70%-го этанола. Хранить в холодильнике. Растворы годны к употреблению в течение 10 дней.

2.5.2. Приготовление реактива Эрлиха.

1,0 г п-диметиламинобензальдегида растворяют в мерной колбе на 100 мл в смеси метанол: соляная кислота, конц. (66: 34, об/об).

2.5.3. Построение калибровочного графика.

Содержание павстима определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят серию растворов павстима в 70%-ном этаноле, содержащих 0, 40, 80, 100, 150 и 200 мкг/мл (см. Табл).

Таблица

№ пробирки	№1	№2	№3	№4	№5	№6
Кол-во стандарта (200 мкг/мл), мл	0	0,20	0,40	0,50	0,75	1,00
Кол-во 70% этанола, мл	1,00	0,80	0,60	0,50	0,25	0
Реактив Эрлиха, мл	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Метанол, мл	3,80	3,80	3,80	3,80	3,80	3,80
Кол-во препарата, мкг/мл	0	40	80	100	150	200

Цветную реакцию проводят следующим образом: 1 мл раствора каждой концентрации помещают в грушевидную колбу объемом 50 мл, отгоняют жидкость до конца. К сухому остатку прибавляют 0,2 мл реактива Эрлиха. Смесь выдерживают при температуре 65° С на водяной бане в течение 5 мин., затем прибавляют 3,8 мл метанола, перемешивают и измеряют оптическую плотность на приборе КФК-2-УХЛ 4.2 (или аналогичном) при λ= 490 нм в кюветах с толщиной слоя 10 мм. Раствор сравнения - пробирка №1 (см.табл).

Строят график зависимости оптической плотности (Д) от содержания павстима в анализируемом объеме (4 мл).

2.6. Описание определения.

Изопропанол из поглотителя Зайцева количественно переносят в колбу для отгонки растворителей и отгоняют растворитель под вакуумом до объема 0,2-0,3 мл при температуре не выше 70° С. К сухому остатку прибавляют 0,2 мл реактива Эрлиха. Смесь выдерживают при температуре 65° С на водяной бане в течение 5 мин до появления розового окрашивания. Затем объем пробы доводят до 4 мл метанолом, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на фотоколориметре при длине волны 490 нм.

2.7. Обработка результатов анализа.

Содержание павстима в воздухе рассчитывают по формуле:

$$X = A / V, \text{ где}$$

X - содержание препарата в пробе, мкг/л (мг/м^3);
A - количество препарата, найденное по калибрровочному графику, мкг;
V - объем пробы воздуха, приведенный к стандартным условиям, л.

3. Требования безопасности.

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР" № 2255-81 от 20.10.81 г.

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