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

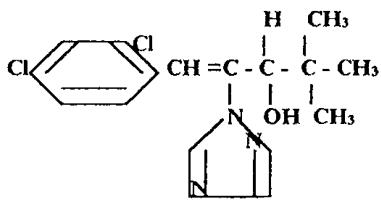
21. Методические указания по определению остаточных количеств эталфлуралина в семенах хлопчатника и хлопковом масле методом газожидкостной хроматографии.
29.07.91 г. № 6244-91 97

Алфавитный указатель. 106

Утверждено
Министерством здравоохранения СССР
"29" июля 1991 г.
№ 6156-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ДИНИКОНАЗОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

1. Краткая характеристика препарата.
Торговое наименование: Суми-8.
Фирма-производитель: Сумитомо (Япония).
Действующее вещество: диниконазол
(Е)-1-(2,4 - дихлорфенил - 4,4- диметил-2 (1,2,4 - триазол-1-ил)-1- пентен -3-ол
Относится к группе триазолов.
Эмпирическая формула: $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O$.



Молекулярная масса: 326,05.
Белое кристаллическое вещество без запаха, Тпл 134-136° С. Растворим в гексане, ацетоне, хлороформе, ацетонитриле, метаноле. Растворимость в воде при 25° С - 4,01%. Устойчив к действию тепла, солнечного света, влаги.
В воздухе рабочей зоны может находиться в виде аэрозоля.

Краткая токсикологическая характеристика:
Умеренно токсичен для теплокровных.
Острая пероральная токсичность:
$ЛД_{50}$ для крыс - 639 мг/кг.
Острая дермальная токсичность:
$ЛД_{50}$ для крыс - более 5000 мг/кг.
ОБУВ в воздухе рабочей зоны 0,01 мг/м³.
ПДК в воздухе населенных мест 0,005 мг/м³.

Область применения препарата.
Суми-8 - системный триазольный фунгицид и протравитель семян с широким спектром действия, обладающий как защитными, так и лечебными свойствами. Используется для опрыскивания в период вегетации посевов зерновых культур против мучнистой росы, бурой и желтой ржавчины, 50-125 г д.в./га.
Протравление семян зерновых культур диниконазолом при норме расхода 10 - 100 г д.в./т уничтожает возбудителей головневых заболеваний и полосатой пятнистости.

Разработчики: Гиренко Д.Б., Морару Л.Е., УкрНИИГИНТОКС, г. Киев.

2. Методика измерения концентраций диниконазола в воздухе рабочей зоны.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на концентрировании диниконазола из воздуха на фильтр "синяя лента" с последующим измерением концентрации вещества в растворе с помощью газо-жидкостной хроматографии.

2.1.2. Избирательность методики.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

2.1.3. Метрологическая характеристика.

Предел измерения в анализируемом объеме - 2 нг.
Предел измерения в воздухе 0,005-0,01 мг/м³ (при отборе 60 л).
Диапазон измеряемых концентраций 0,01 - 0,15 мг/м³ .
Граница суммарной погрешности ± 20,3%.

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Азот особой чистоты газообразный, ГОСТ 9293-74.
Водород.
Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.
Хроматон N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30.
Натрий сульфат безводный, чда., ГОСТ 4166-76.
Фильтры беззольные, "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77.

2.3. Приборы и посуда.

Электроаспиратор, ТУ 64-1-862-77.
Фильтродержатель.
Ротационный испаритель с набором колб (типа ИР-1), ТУ 26-11-917-77.
Посуда стеклянная лабораторная, ГОСТ 1770-74.
Хроматограф с термоионным детектором (типа Цвет, Кристалл или другой).
Колонка стеклянная 1000 х 3 мм.
Микрошприц на 10 мкл, МШ-10, ТУ 283-3-106.
Аппарат для встряхивания, ТУ 64-21-1081-73.

2.4. Отбор проб.

Исследуемый воздух со скоростью 5 л в минуту аспирируют через фильтр, помещенный в фильтродержатель в течение 20 мин. Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы. Хранят пробы не более 2-х суток.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление стандартного раствора.

Стандартный раствор, содержащий 100 мкг/мл диниконазола, готовят растворением 10 мг вещества в мерной колбе на 100 мл в ацетоне. Хранят в холодильнике не более 6 месяцев.

2.6. Описание определения.

Фильтр переносят в коническую колбу, заливают 15-20 мл ацетона и встряхивают в течение 20 мин. Экстракцию повторяют еще раз. Ацетон сушат безводным сульфатом натрия, концентрируют до 1 мл и вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования.
Хроматограф с ТИД.
Колонка стеклянная 1000 х 3 мм.
Носитель - хроматон N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм).
Неподвижная фаза - 5% SE-30.
Температура колонки - 210° С.
Температура испарителя - 230° С.
Расходы газов : азот - 30 мл/мин
водород - 10 мл/мин
воздух - 150 мл/мин.
Вводимый объем 3-4 мкл.
Рабочая шкала электрометра 64 . 10^{-10} а .
Скорость протяжки ленты самописца 240 мм/час.
Время удерживания при данных условиях - 3 мин. 7 сек.
Количественный расчет ведут методом абсолютной калибровки.

2.7. Обработка результатов анализа.

Концентрацию диниконазола в воздухе (X) в мг/м^3 определяют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot h_{пр} \cdot V_{ст} \cdot V_{общ}}{h_{ст} \cdot V_{пр} \cdot V_{20}} \cdot$$

где:
C - концентрация диниконазола в стандартном растворе, мкг/мл;
$h_{пр}$ - высота пика пробы, мм;
$h_{ст}$ - высота пика стандартного раствора, мм;
$V_{пр}$ - объем пробы, введенный в хроматограф, мкл;
$V_{ст}$ - объем стандартного раствора,введенный в хроматограф, мкл;
$V_{общ}$ - общий объем пробы, мл;
V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям.

3. Требования безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсическими 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