Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

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

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

Сборник № 22
Часть 2-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

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

Редакционная коллегия:

Новикова К.Ф.-начальник сектора ННХСЗР; Калинин В.А.-к.с.н.,профессор,зав.кафедры ТСХА; Гиренко Д.Б.-к.х.н.,зав.аналитической лаборатории УКР ВНИИГИНТОКС; Борисов Г.С.-зав. КТЛ РРСТАЗР; Устинова Т.Н.-ведущий специалист КТЛ РРСТАЗР.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

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., заместитель председателя Госхимкомиссии -
тел. 207-63-90

Сборник подготовлен к изданию Российской республиканской станцией защиты растений "Главхимзащиты" МСХ РФ
г.Раменское Московской обл., ул.Нефтегазосъемки 11/41 тел.(246) 3-09-52

ОГЛАВЛЕНИЕ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПЕСТИЦИДОВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций стр. бифентрина (тальстара) в воздухе рабочей зоны.

№ 6220-91, 29.07.1991.....4.

2. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бромпропилата (неорона) в воздухе.

№ 6182-91, 29.07.1991.....10.

3. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций гексафлюмурона (сонета) в воздухе рабочей зоны.

№ 6219-91, 29.07.1991.....15.

4. Методические указания по измерению концентраций глуфосината аммония (баста) в воздухе рабочей зоны.

№ 6190-91, 29.07.1991.....20.

5. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дифентиурона (пегаса) в воздухе рабочей зоны.

№ 6254-91, 29.07.1991.....28.

6. Временные методические указания по измерению концентраций димето-морфа (акробата) в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии.

№ 6192-91, 29.07.1991.....34.

7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций дифеноконазола (скора) в воздухе рабочей зоны.

№ 6155-91, 29.07.1991.....41.

8. Методические указания по измерению концентраций дифлюбензурона (димилина) в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.

№ 6268-91, 27.07.1991.....45.

9. Временные методические указания по газохроматографическому измерению

концентраций имазапира (арсенала) в воздухе рабочей зоны.
№ 6239-91, 29.07.1991.....51.
10. Методические указания по измерению концентраций имидоклоприда в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.
№ 6272-91, 29.07.1991.....56
11. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций квинклорака (фацета) в воздухе рабочей зоны.
№ 6187-91, 29.07.1991.....62.
12. Методические указания по фотометрическому определению кумафурила (фумарана) в воздухе рабочей зоны.
№ 6217-92, 29.07.1991.....67.
13. Методические указания по измерению концентраций пенконазола (топаза) в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами.
№ 6124-91, 29.07.1991.....71.
14. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций пиразосульфурон-этила (сириуса) в воздухе рабочей зоны.
№ 6221-91, 29.07.1991.....77.
15. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций санмайта в воздухе рабочей зоны.
№ 6205-91, 29.07.1991.....81.
16. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций титуса в воздухе рабочей зоны.
№ 6185-91, 29.-7.1991.....87.
17. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций феноксикарба (инсегара) в воздухе рабочей зоны.
№ 6201-91, 29.07.1991.....91.
18. Методические указания по измерению концентраций феноксипроп-этила (фуроре-супер) в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами.
№ 6144-91, 29.07.1991.....97.

19. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций фуратиокарба (промета) в воздухе рабочей зоны.
№ 6203-91, 29.07.1991.....105.
20. Методические указания по измерению концентраций хлорфлуазурона (эйм) в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами.
№ 6218-91, 29.07.1991.....112.
21. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций ципроконазола (альто) в воздухе рабочей зоны.
№ 6180-91, 29.07.1991.....117.
22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций этамона в воздухе рабочей зоны.
№ 6163-91, 29.07.1991.....123.
23. Методические указания по измерению концентраций этофумесата (нортрона) в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.
№ 6278-91, 29.07.1991.....130.
24. Предметный указатель .....134.

УТВЕРЖДЕНО

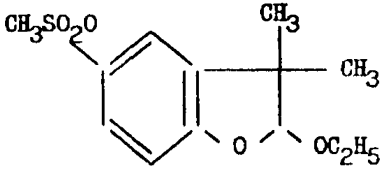
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

" 29 " июля 1991г.

№ 6278-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭТОФУМЕСАТА (НОРТРОНА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

Этофумесат (нортрон, трамат, НЦ 8438) -2-этокси-2,3-дигидро-3,3-диметил-5-бензофуранил-метан-сульфонат.



$C_{13}H_{18}O_5S$

М.м. 286,4

Белое кристаллическое вещество. Температура плавления 71°С. Хорошо растворим в ацетоне, бензоле, хлороформе, гексане, этаноле. Растворимость в воде - 0,01% (25°С).

Применяется на посевах сахарной свеклы. В воздухе может находиться в виде аэрозоля. ОБУВ в воздухе рабочей зоны 0,1 мг/м^3.

1. Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения в тонком слое силикагеля с последующим УФ-разложением препарата и обнаружением зон локализации раствором дифениламина.

Отбор проб производится с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента", пенополиуретановая прокладка).

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 5 мкг.

Предел измерения в воздухе - 0,05 мг/м^3 (при отборе 100л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций - 0,05-0,2 мг/м^3.

Разработчики: Литвин И.П., Гиренко Д.Б., ВНИИГИНТОКС, Киев.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности - не превышает $\pm$ 25%

2.Приборы,аппаратура,посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха,ТУ 64-1862-77.

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей ИР-1М, (любого типа) с набором колб.

Облучатель ртутно-кварцевый,ТУ 64-1-1618-72.

Воронки химические диаметром 6 см,ГОСТ 25336-82.

Посуда мерная,ГОСТ 1770-74.

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

3. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, ч., ГОСТ 2601-79.

Н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.

Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76.

Пластинки "силуфол" (либо силикагель $ЛС_{5/40}$ + 13% гипса).

Фильтры бумажные беззольные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77.

Подвижная фаза - гексан-ацетон 2:1.

Проявляющий реагент: 1) 10%-ный раствор дифениламина в ацетоне;
2) метиловый желтый - 0,1 г растворяют в 100 мл смеси этанол-вода (3:1).

Пенополиуретановая прокладка - диаметр 5-7 см (по размеру фильтродержателя),толщина - 1,5-2 см.

Предварительная подготовка прокладки - подготовленные по размеру прокладки помещают в стакан,заливают ацетоном на 24 часа,затем сливают

ацетон,отжимают и высушивают на воздухе.Прокладки можно использовать несколько раз.

Стандартный раствор нортрона - 200 мкг/мл в ацетоне.Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

4.Отбор проб воздуха

Через фильтр (или пенополиуретановую прокладку),плотно закрепленный в фильтродержателе,воздух объемным расходом 5 л/мин аспирируют.Для измерения ОБУВ достаточно отобрать 100 л воздуха.Пробы необходимо анализировать не позднее 3-х дней после отбора.

5.Проведение измерения

Бумажный фильтр (или пенополиуретановую прокладку) помещают в коническую колбу и заливают 50 мл гексана на 30 мин.Экстракцию повторяют дважды.Обьединенный гексановый экстракт сливают в колбу для отгонки растворителя.Отгоняют растворитель под вакуумом до обьема 0,2-0,3 мл при температуре бани 50^0С.

Подготовленную пробу количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так,чтобы диаметр пятна не превышал 1 см.Центр пятна должен быть на расстоянии 2-х см от нижнего края пластинки.Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими порциями ацетона,который также наносят в центр пятна.Справа и слева от пробы наносят серию стандартных растворов,содержащих 5,10,15,20 мкг препарата.Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру,содержащую смесь растворителей гексан-ацетон 2:1.После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя.После этого пластинку подвергают УФ-облучению в течение 20 мин.После облучения пластин-

ку можно обработать одним из проявляющих реактивов:

1)обработать 1%-м раствором дифениламина в ацетоне,поставить под УФ-облучение на 10 мин.Этофумесат (нортрон) проявляется в виде пятна сине-зеленого цвета;

2)обработать пластинку 0,1%-м раствором метилового желтого.Этофумесат (нортрон) проявляется в виде пятна красного цвета на желтом фоне.

Величина $R_f=0,42^{\pm}0,05$.

Количественное определение пестицида проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади пятна пробы и стандартного раствора.Прямолинейная зависимость между площадью пятна и содержанием препарата в пятне соблюдается в интервале 5-20 мкг.

6.Расчет концентрации

Концентрацию препарата (X) в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X=\frac{G}{V_{20}}\text{ ,где}$$

G-количество препарата,найденное в хроматографируемом объеме,мкг;

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

7.Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями,токсическими веществами и ртутно-кварцевыми приборами.

Предметный указатель

Альто см.ципроконазол.

Арсенал см.имазапир.

Баста см.глуфосинат аммоний.

Беномил 89.

Бенсульфурон-метил 5.

Бифенат см.бифентрин.

Бифентрин 9,4(2).

БМК 90.

Бромистый п-трифенилфосфоний метилбензальдегид см.азоксофор.

Бромпропилат 10(2).

Галакон см.флюзифоп-бутил.

Гексафлюмурон 16,15(2).

Глуфосинат аммоний 24,33,20(2).

Диафентиурон 46,28(2).

Диметоморф 53,34(2).

Диммилин см.дифлюбензурон.

Дифеноконазол 59,41(2).

Дифлюбензурон 45(2).

Имазапир 65,51(2).

Имидозалинон см.имазапир.

Имидоклоприд 72,56(2).

Инсегар см.феноксикарб.

Карбарил 78.

Карбофуран 89.

Квинклорак 83,62(2).

Комби препарат 89.

Консалт см.гексафлумурон.

Кумафурил 100,67(2).

Куратер см.карбофуран.

Лондакс см.бензсульфурон-метил.

4-Метилентрифенил фосфоний бромид-4-нитродифенилазометин см.азоксофор.

Неорон см.бромпропилат.

Нортрон см.этофумесат.

Онизид см.флюзифоп бутил.

Пегас см.диафентиурон.

Пенконазол 71(2).

Пиразосульфурон-этил 104,77(2).

Потейтин 109.

Промет см.фуратиокарб.

Пума-супер см.феноксипроп-этил.

Санмайт 116,81(2).

Сириус см.пиразосульфурон-этил.

Скор см.дифеноконазол.

Сонет см.гексафлюмурон.

Суми-альфа см.эсфенвалерат.

Тальстар см.бифентрин.

Тирам 89.

Титус 123,128,87(2).

ТМТД см.тирам 89.

Топаз см.пенконазол.

Трамат см.этофумесат.

Узген см.беномил.

Фацет см.квинклорак.

Феноксикарб 152,91(2).

Феноксапроп-этил 159,170,97(2).

Флюзифоп 175.

Флюзифоп-бутил 175.

Фосфит алюминия 202,211.

Фузилат см.флюзифоп-бутил.

Фумаран см.кумафурил.

Фунгицид 1991 см.беномил.

Фундазол см.беномил.

Фуратиокарб 188,105(2).

Фурадан-300 см.препарат "Комби".

Фуроре см.феноксапроп-этил.

Фуроре-супер см.феноксапроп-этил.

Хлорфлуазурон 112(2).

Ципроконазол 195,117(2).

ЦГА 112913 см.хлорфлюазурон.

ЦМЕ-51 см.диметоморф.

Чаппер см.имазапир.

Эйм см.хлорфлюазурон.

Этамон 123(2).

Этофумесат 130(2)

Эфаль 202,211.

CGA 71818 см.пенконазол.

CGA 106630 см.диафентиурон.

CGA 112913 см.хлорфлюазурон.

DOWCO 473 см.гексафлюмурон.

FMC 54800 см.бифентрин.

NC-11 см.пиразосульфурон.

OMS 3031 см.гексафлюмурон.

XKD 473 см.гексафлюмурон.

XOE 039866 см.глюфосинат аммония.

XOE 046360 см.феноксапроп-этил.

gost.e-ecolog.ru