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.

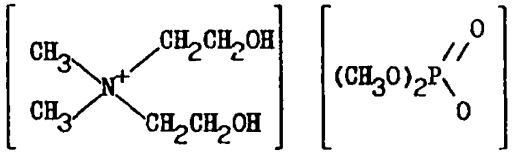
9. Временные методические указания по газохроматографическому измерению

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 1991 г.
№ 6163-91

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭТАМОНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м.259,2

Этамон- новый отечественный препарат,рекомендуемый в качестве регулятора роста растений свеклы,картофеля,гороха,сои.Действующее вещество препарата диметилфосфорнокислый диметил бис(оксиетил) аммоний.

В чистом виде прозрачная жидкость.Очень хорошо растворяется в воде. Получают и применяют только в водных растворах.В кристаллическом состоянии не существует.Нерастворим в неполярных растворителях,плохо растворим в полярных.

Препарат малотоксичен,$ЛД_{50}$ для белых мышей.
Не обладает раздражающим действием на кожу и слизистую оболочку глаз.

Совершенно нелетуч.В воздухе рабочей зоны может быть лишь в виде аэрозоля.

ОБУВ этамона в воздухе рабочей зоны 1,0 мг/м$^3$.

---

Разработчики:Т.В.Алдошина.К.Ф.Новикова,ВНИИХСЗР,Москва.

*1.* Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением термоионного детектора после получения бутильного производного диметилфосфорной кислоты.

Отбор проб с концентрированием на стеклянном пористом фильтре.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,2 нг.

Нижний предел измерения в воздухе 0,50 мг/м$^3$ (при отборе 50 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,5-30 мг/м$^3$.

Измерению не мешают никакие другие пестициды и полупродукты получения пестицидов, кроме диметилового эфира фосфорной кислоты.

Суммарная погрешность не превышает $\pm$25%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб около одного часа.

**2.** Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф Цвет 500 М с термоионным детектором или аналогичный.

Стеклянная колонка, длиной 1 м, внутренним диаметром 3,0 мм.

Аспирационное устройство с ротаметром для измерения расхода воздуха, ТУ 64-1862-77 или аналогичное.

Ротационный вакуумный испаритель с набором колб, ТУ 25-11-917-76 или аналогичный.

Стеклянные пористые фильтры, пор 160, ГОСТ 25336-82.

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, вместимостью 100, 250 мл.

Конические колбы с пробирками на шлифе, ГОСТ 25336-82, вместимостью 250 мл.

Круглодонные колбы, ГОСТ 25336-82, вместимостью 250 мл.

Пипетки с делениями, ГОСТ 20292-74, на 10, 5, 1 и 0,1 мл.

Градуированные пробирки с пробками на шлифе, ГОСТ 1770-74, вмести-

мостью 10 мл.

Колбы плоскодонные,ГОСТ 25336-82,вместимостью 100 мл.

Микрошприц МШ-1,ГОСТ 20292-74 или аналогичный.

Делительные воронки,ГОСТ 25336-82,вместимостью 100 мл.

Секундомер.

Воронка Бюхнера,ГОСТ 9147-80.

3. Реактивы,растворы и материалы

Этамон,хч.,водный раствор с содержанием основного вещества 50%.

Стандартный раствор этамона в этиловом спирте с содержанием 100 мкг/мл(раствор 1),6 мкг/мл(раствор 2),1 мкг/мл (раствор 3) и 0,1 мкг/мл (раствор 4).

Стандартный раствор № 1 этамона готовят растворением 20 мг 50% водного раствора этамона в мерных колбах вместимостью 100 мл.Стандартные растворы 2, 3 и 4 готовят соответствующим разведением раствора № 1 в мерных колбах вместимостью 100 мл в этиловом спирте.

Стандартные растворы 1, 2, 3 и 4 этамона стабильны при хранении в холодильнике в течение 3-х месяцев.

Спирт этиловый,ректификат,ГОСТ 5962-67 и подкисленный.В 150 мл этилового спирта добавляют 1 мл 0,1 н HCl.

Диэтиловый эфир,фармак.ГОСТ 6265-74.

Гидроксид калия,хч.,ГОСТ 24363-80,40%-ный водный раствор.

Гироксид натрия,хч.,ГОСТ 4328-77.

Хлороводородная кислота,хч.,ГОСТ 3118-77,концентрированная и 0,1 н раствор.

Мочевина,хч.,ГОСТ 6691-77.

Бутиламин солянокислый,хч.

Серная кислота,осч.,ГОСТ 14262-78.

Нитрит натрия,хч.,ГОСТ 4197-74.

Хлорид натрия,ГОСТ 4233-77.

Насадка хроматон N-AW-DMCS (0,250-0,315 мм) с 15% Reoplex 400,готовый товарный носитель.

Диазобутан в этиловом эфире.

4. Получение диазобутана.Растворяют 16,4 г солянокислого бутиламина и 30 г мочевины в 40 мл воды и кипятят с обратным холодильником в течение 10 часов.После охлаждения добавляют в раствор 11,1 г нитрита натрия.Охлаждают реакционную массу до $-10^0$С при помощи бани,содержащей лед с NaCl и медленно при постоянном перемешивании,добавляют 60 г льда и 11 г концентрированной серной кислоты.Полученные кристаллы нитрозобутилмочевины отфильтровывают на воронке Бюхнера,остаток на фильтре промывают ледяной дистиллированной водой,а затем сушат.Нитрозобутилмочевину хранят в холодильнике в темной склянке.

В коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 15 мл охлажденного 40%-ного раствора КОН и 50 мл диэтилового эфира.Смесь охлаждают на бане, содержащей смесь льда и NaCl до $5^0$С и добавляют небольшими порциями 3 г нитрозобутилмочевины.Реакционную массу в течение 30 мин периодически встряхивают,не допуская повышения температуры выше $5^0$С.Эфирный раствор полученного диазобутана сливают в сухую плоскодонную колбу вместимостью 250 мл.Оставшуюся в колбе щелочь дважды промывают при непрерывном встряхивании в течение 2-х - 3-х мин диэтиловым эфиром,порциями по 50 мл и эфирные растворы также переносят в колбу с диазобутаном.Раствор диазобутана хранят в склянке с притертой пробкой в морозильной камере.

Азот,ос.ч.,из баллона с редуктором,ГОСТ 9293-73.

Водород из баллона с редуктором,ГОСТ 3022-85 или получаемый из генератора водорода.

Воздух из баллона с редуктором по ГОСТ 9-010-80 или нагнетаемый ко-

мпрессором.

*5.* Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через стеклянный пористый фильтр.Для измерения 0,5 ПДК следует отобрать 50 л воздуха.

Пробы,отобранные на фильтр должны быть проанализированы в течение двух дней.

**6.** Подготовка к измерению

Хроматографическую колонку заполняют готовой товарной насадкой 15% реоплекса 400 на хроматоне N-AW-DMCS (0,250-0,315 мм) с подсоединением слабого вакуума.Достаточная плотность набивки обеспечивается равномерной загрузкой и непрерывным постукиванием по колонке.Колонку кондиционируют при скорости азота 50 мл/мин в режиме программирования температуры от 50 до 200$^0$С со скоростью нагрева 2$^0$/мин,а затем в изометрическом режиме при 200$^0$С в течение 6-8 час без подсоединения колонки к детектору.Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

**7.** Проведение измерения

Стеклянный пористый фильтр помещают в градуированную пробирку вместимостью 25 мл и смывают этамон с фильтра 20 мл подкисленного этилового спирта.Содержимое пробирки доводят подкисленным этиловым спиртом точно до 25 мл.Пробирку закрывают пробкой на шлифе и ее содержимое аккуратно перемешивают.В таком виде проба может храниться в холодильнике в течение двух недель.

Из полученного раствора пипеткой отбирают 1 мл и переносят в плоскодонную колбу вместимостью 100 мл,добавляют 10 мл свежеприготовленного диазобутана и реакционную массу выдерживают в течение 10 мин при периодическом перемешивании содержимого колбы.

Полученный раствор количественно,с помощью гексана переносят в делительную воронку емкостью 100 мл,а затем дважды промывают 0,1 н HCl,порциями по 10 мл.Водную фазу отбрасывают,а органическую сливают в круглодонную колбу вместимостью 50 мл,сушат над безводным сульфатом натрия (1-2 г),а затем декантируют в грушевидную колбочку вместимостью 50 мл.Трижды промывая остаток сульфата натрия гексаном общим объемом 5 мл.Объединенный раствор концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 2-3 мл,остаток количественно с помощью гексана переносят в градуированную пробирку вместимостью 10 мл и доводят ее содержимое гексаном точно до 10 мл.Пробирку закрывают пробкой на шлифе и ее содержимое аккуратно перемешивают.

В хроматограф вводят 2 мкл полученного раствора.Ввод проб осуществляется микрошприцем через самоуплотняющуюся мембрану испарителя хроматографа.Скорость ввода и объем вводимых проб и стандартов должны быть постоянными.

Условия хроматографирования стандартных растворов и анализируемых проб

Насадка колонки хроматон N-AW-DMCS (0,250-0,315 мм) с 15% Reoplex.

Колонка длиной 1 м,внутренним диаметром 3 мм.

| | |
|---|---|
| Температура термостата колонки | $160^0$C. |
| Температура испарителя | $180^0$C. |
| Температура детектора | $250^0$C. |
| Скорость потока газа-носителя,азота | 35 мл/мин. |
| Скорость потока водорода | 20-22 мл/мин. |
| Скорость потока воздуха | 400 мл/мин. |
| Скорость движения диаграммной ленты | 240 х 10 мм/час. |
| Рабочая шкала электрометра | $3,2.10^{-10}$A. |
| Абсолютное время удерживания бутилового | |

| | |
|---|---|
| эфира диметилфосфорной кислоты | 3 мин 45 с. |
| Объем вводимой пробы | 2 мкл. |
| Линейный диапазон определения | 0,2-12 нг. |

В тех же условиях хроматографируют стандартный раствор № 3.Если при введении в хроматограф получаются слишком большой или очень маленький пик,то в хроматограф вводят 2 мкл стандартного раствора № 2 или № 4 соответственно.

Количественное определение содержания этамона проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков.

8. Расчет концентрации

Концентрацию этамона в воздухе (С) в мг/м$^3$ вычисляют по формуле:

$$C=\frac{G.\ H_{рп}.V}{H_{ст}.V_1.V_{20}}\ ,\text{где}$$

G-содержание этамона в стандарте,нг;

$H_{ст}$-высота пика стандарта,мм;

$H_{рп}$-высота пика рабочей пробы;

V-общий объем раствора,мл;

$V_1$-обьем раствора,вводимый в хроматограф,мкл;

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

9. Требования безопасности

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

## 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