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

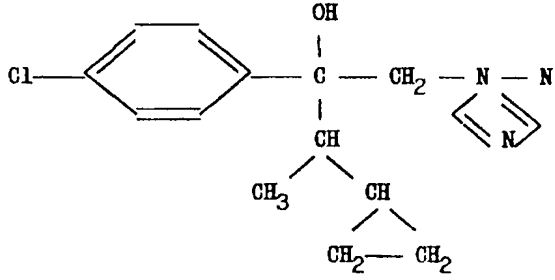
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

" 29 " июля 1991г.

№ 6180-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЦИПРОКОНАЗОЛА (АЛЬТО) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Ципроконазол (альто) - 2-(4-хлорфенил)-3-циклопропил) -1-(1Н-1, 2,4- триазол-1-ил) бутон-2 ол.



$C_{15}H_{18}ClNO$

М.м. 291,5

Растворим в хлороформе, ацетоне, метаноле, хлористом метилене. ОБУВ альто в воздухе рабочей зоны 0,7 мг/м^3.

1. Характеристика метода

Определение основано на хроматографическом определении (ГЖХ,ТСХ) препарата после концентрирования из воздуха.

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

Предел измерения в анализируемом объеме пробы: 20 нг (ГЖХ)-1 мкг (ТСХ).

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

Предел измерения в воздухе: 0,2 мг/м^3 (ГЖХ), 0,3 мг/м^3 (ТСХ) (при отборе 100 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,2-6,0 мг/м^3 (ГЖХ), 0,3-3,0 мг/м^3 (ТСХ).

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm$ 18,5%.

2. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.

Гексан, х., ТУ 6-09-3375-78.

Натрий сульфат безводный чда., ГОСТ 4166-76.

Хлороформ чда., ГОСТ 20015-74.

Стандартный раствор ципроконазола в ацетоне концентрации 100 мкг/мл. Готовят растворением 10 мг препарата в 100 мл ацетона. Срок хранения до 3 месяцев. Для ГЖХ готовят стандартные растворы последовательным разведением исходного раствора. Срок хранения до 5 дней.

К методу ГЖХ

Насадка для колонки - Хроматон N-AW с 5% SE-30.

К методу ТСХ

Серебро азотнокислое, чда., ГОСТ 1277-75.

Пластинки "силуфол" (ЧССР).

Бромфеноловый синий, чда., ТУ 6-09-1058-76.

Подвижная фаза - хлороформ-ацетон 9:1.

Проявляющий реактив - раствор бромфенолового синего. 0,05 г бром-фенолового синего растворяют в 10 мл ацетона, доводят до 100 мл 0,5% водноацетоновым (1 часть воды + 3 части ацетона) раствором азотнокислого серебра.

3. Приборы, аппаратура и посуда

Электроаспиратор, ТУ 64-1-862-77.

Бумажные фильтры "синяя лента".

Фильтродержатели.

Ротационный испаритель с набором колб (типа ИР-1), ТУ 26-11-917-76.

Водяная баня, ТУ 64-1-2850-76.

Посуда стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770-74, ГОСТ 25336-82, ГОСТ 20292-74.

К методу ГЖХ

Хроматограф с термоионным детектором (типа Цвет, Кристалл-2000 или другой).

Колонка стеклянная длина 1 м, диаметр 3 мм.

Микрошприц на 10 мкл, МШ-10.

К методу ТСХ

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

4. Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтры "синяя лента" и дрексель, заполненный 100 мл хлороформа в течение 20 мин. Дрексель целесообразно поместить в емкость с охлаждающей смесью (лед-соль).

Пробы хранятся в закрытых склянках до 3-х дней.

5.Проведение измерения

Фильтр переносят в коническую колбу, заливают 10-15 мл ацетона и оставляют на 1 час. Экстракцию повторяют дважды. Ацетон сушат безводным сульфатом натрия, концентрируют до объема ~0,2-0,3 мл, досуха удаляют растворитель на воздухе.

Хлороформ из дрекселя переносят в колбу для отгонки растворителей и концентрируют до объема ~ 0,2-0,3 мл. Досуха удаляют растворитель на воздухе. Сухой остаток количественно переносят с помощью ацетона в колбу, где находится экстракт пробы из фильтра. Объединенный экстракт доупаривают досуха, остаток растворяют в 3 мкл ацетона и далее хроматографируют. Параллельно в хроматограф вводят по 3 мкл стандартных растворов, содержащих 20, 30, 50, 100, 600нг ципроконазола.

Метод ГЖХ

Хроматограф с термоионным детектором (ТИД).

Колонка длиной 1 м,диаметром- 3 мм.

Носитель Хроматон N-AW с 5% SE-30.

Температура колонки - 210^{0}С.

Температура испарителя - 230^{0}С.

Расходы газов:азот - 3--32,водород 11-13,воздух 100-150 мл/мин.

Рабочая шкала электрометра - 32.10^{-10}.

Объем вводимой пробы - 3 мкл.

Время удерживания - 1 пик- 2,8 мин;II-5,6 мин.

Количественный расчет ведут методом соотношения со стандартом путем сравнения высоты пика пробы с высотой пика соответствующего стандартного раствора,высота пика которого наиболее близка пику рабочей пробы.

6 Расчет концентрации

Концентрацию ципроконазола (альто) в воздухе (X) в мг/м^{3}определяют

по формуле (по сумме двух пиков):

$$X=\frac{C.H_{рп}.V_{общ}}{h_{ст}.V_1.V_{20}}$$,где

С-количество стандарта ципроконазола,введенного в хроматограф,нг;

$H_{рп}$-высота пика рабочей пробы,мм;

$h_{ст}$-высота пика стандартного раствора,мм;

$V_{пр}$-объем пробы,введенный в хроматограф,мкл;

$V_{общ}$-общий объем рабочей пробы,мл;

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

Метод ТСХ

Аликвотную часть рабочей пробы (0,1 мл) с помощью микропипетки наносят на хроматографическую пластинку так,чтобы диаметр пятна не превышал 1 см.Центр пятна должен быть на расстоянии 2 см от нижнего края пластинки.Справа и слева от пробы с помощью микропипетки наносят по 0,1 мл серии стандартов,содержащих 1, 2, 3...10 мкг препарата.Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру,в которую за 30 мин до хроматографирования залита смесь хлороформ-ацетон (1:1).После развития хроматограммы,пластинку вынимают и оставляют на несколько минут для испарения растворителя,затем пластинку обрабатывают из пульверизатора раствором бромфенолового синего.После высушивания пластинку обрабатывают для удаления фона 2%-ным раствором лимонной (уксусной) кислоты.Ципроконазол (альто) проявляется в виде 2-х пятен ярко-голубого цвета на светло-желтом фоне.Величина R_f^1 = 0,45, R_f^2 =0,60.Линейный диапазон определения 1-10 мкг.

Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона 10 мкг, то к рабочему раствору пипеткой добавляют дополнительное количество ацетона и анализируют более разбавленный раствор.

Количественное определение пестицида проводят путем сравнения интенсивности (по сумме) окраски и площади пятен пробы и стандартных растворов.

7. Расчет концентрации

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

$$X = \frac{A \cdot V}{V_1 \cdot V_{20}}$$, где

A-количество препарата, найденное в пробе, мкг;

V-общий объем рабочей пробы, мл;

V_1-объем аликвоты, нанесенный на хроматографическую пластинку, мл;

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

8. 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