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

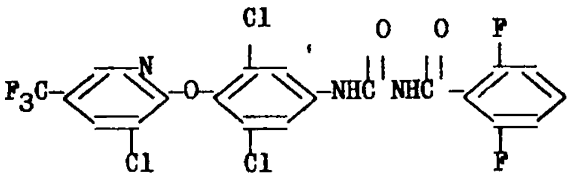
концентраций имазапира (арсенала) в воздухе рабочей зоны.
№ 6239-91, 29.07.1991.....51.
10. Методические указания по измерению концентраций имидоклоприда в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.
№ 6272-91, 29.07.1991.....56
11. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 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 ЗДРАВО-
ОХРАНЕНИЯ СССР
29 июля 1991г.
№ 6218-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ХЛОРФЛУАЗУРОНА (ЭЙМ) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

1. Краткая характеристика препарата:



$C_{20}H_9Cl_3F_5N_3O_3$
М.м.540,66

Хлорфлуазурон(ЭЙМ(ЦГА 112913):действующее начало-4-(3-хлор-5-трифлуорометил-2-пиридинил-окси)-3,5-дихлорфенил-аминокарбонил-2,6-дифторбензамид)- белый кристаллический порошок без запаха.Температура плавления с разложением 228^{0}С.Растворимость в воде при 20^{0}С не более 10 мг/л, слабо растворяется в гексане,хлористом метилене, бензоле, хорошо растворим в ацетонитриле.

ЭЙМ эффективен против гусениц,чешуекрылых и личинок жесткокрылых. Рекомендуется как средство защиты хлопчатника, овощных культур и картофеля.

Кишечное действие препарата более выраженно,чем контактное.ЭЙМ малотоксичен для млекопитающихся. Острая оральная токсичность $ЛД_{50}$ для мышей выше 7000 мг/кг,острая дермальная токсичность $ЛД_{50}$ для крыс 2000 мг/кг.

Агрегатное состояние- аэрозоль.

ОБУВ эйма в воздухе рабочей зоны 0,25 мг/м^3

Разработчики:Перцовский А.Л., Марусич Н.И.,Левошук Н.П., БелНИСГИ, Минск

2.Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения методом жидкостной хроматографии с УФ-детектором при 250 нм или газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов.

Отбор проб с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента").

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 2 нг.

Предел измерения в воздухе -0,01 мг/м^3 (ЖХ), 0,1мг/м^3(ГЖХ) при отборе 10 л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций 0,01-1 мл/м^3(ЖХ), 0,1-1,0мг/м^3 (ГЖХ).

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности измерения $\pm$15%.

3.Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.

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

Фильтры бумажные"синяя лента", ТУ 6-09-7678-77.

Стандартный раствор ЭЙМ в ацетонитриле с концентрацией 100 мкг/мл.

Рабочие стандартные растворы ЭЙМ -10,0(а);1,0(б):0,1(в) мкг/мл готовят разведением основного стандартного раствора(ОСР) ацетонитрилом:

а) 1мл ОСР до 10 мл ацетонитрилом;

б)1 мл раствора "а"до 10 мл ацетонитрилом;

в) 1 мл раствора"б" до 10 мл ацетонитрилом;

Рабочие стандартные растворы "а"и"б" хранят в холодильнике не более 1 месяца, ратвор "в" не более 5 дней.

К методу ЖХ

Силасорб C_{18} 5 мкм.

Водный раствор HCl-0,1%.

Ацетонитрил, х.ч., ТУ 6-09-35-87.

К методу ГЖХ

Азот газообразный,ГОСТ 9293-74.

Хроматон-N-супер (0,125-0,160 мм),с 3% OV-210.

4.Приборы, аппаратура, посуда

Жидкостный хроматограф советского производства "Милихром" со спектрофотометрическим детектором или газовый хроматограф с детектором по захвату электронов.

Прибор для отгонки растворителей (ротационный вакуумный испаритель типа ИР-1М, ТУ 25-11-917-76.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 50,100 мл.

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

Колбы грушевидные,ОКШ 50-14/23ТО,ГОСТ 25336-82,вместимостью 30 мл.

Колонка стеклянная хроматографическая длиной 1 м, диаметр 3 мм.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, на 1,5,10 мл.

Микрошприц на 10 мкл, МШ-10, ТУ Е-2. 833.024.

5.Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 1л/мин аспирируют в течение 10 минут через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента".

Срок хранения проб в холодильнике не более 3 дней.

6.Проведение измерения

Бумажный фильтр,содержащий аэрозоль,помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона.Экстрагируют дважды.Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия и сливают в колбу для отгонки растворителя, упаривают досуха. Остаток растворяют в 1мл ацетонитрила и хроматографируют.

Метод ВЭЖХ

Хроматограф жидкостной "Милихром".

Длина волны 254 нм.

Микроколонка 65 х 2.

Насадка колонки Силасорб C_{18}, 5 мкм (ЧФСР).

Элюент: ацетонитрил + водный раствор HCl (0,1%) в объемном соотношении 70:30.

Скорость элюирования 200 мкл/мин.

Поддиапазон чувствительности 0,2 А.

Вводимый объем 20 мкл.

Минимально детектируемое количество 2 нг.

Метод ГЖХ

Носитель - хроматон-N-супер (0,125-0,160 мм).

Неподвижная фаза 3% OV-210.

Колонка стеклянная 1 м.

Скорость газа-носителя (азота) 50 мл/мин.

Температура колонки 220^{0}С.

Температура испарителя 250^{0}С.

Температура детектора 230^{0}С.

Вводимый объем 2 мкл.

Линейный диапазон детектирования 2-20 нг.

Минимально детектируемое количество 2 нг.

При хроматографировании в прибор вводят последовательно по 2 мкл серии стандартных растворов, содержащих 2,5,10,20 нг препарата, а затем такой же объем пробы.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом путем сравнения высоты пика рабочей пробы с высотой пика соответствующего стандартного раствора, высота которого наиболее близка высоте пика рабочей пробы.

7.Расчет концентрации

Расчет результатов анализа проводят по следующей формуле:

$$X=\frac{C \cdot H \cdot V_1}{H_{ст} \cdot V \cdot V_2}$$,где

X-содержание ЭЙМ в пробе,мг/м^3;

C-количество препарата в хроматографируемом объеме стандартного раствора,нг;

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

H-высота пика пробы,мм;

V_1-общий объем анализируемого экстракта,мл;

V-хроматографируемый объем пробы,мкл;

V_2-объем воздуха,отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям,л.

8.Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования при работе в химических лабораториях с органическими растворителями и токсическими 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