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.

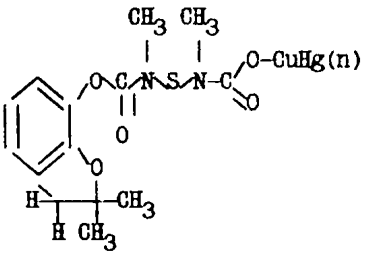
19. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций фуратиокарба (промета) в воздухе рабочей зоны.
№ 6203-91, 29.07.1991.....105.
20. Методические указания по измерению концентраций хлорфлуазурона (эйм) в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами.
№ 6218-91, 29.07.1991.....112.
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.
№6203-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФУРАТИОКАРБА(ПРОМЕТА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Краткая характеристика препарата

Фуратиокарб (промет)-
О-п-бутил-О-(2,2-диметил-2,3-дигидробензофуран-7-ил)-N,N-диметил-N,N-тиодикарбомат



$C_{18}H_{26}N_2O_5$

М.м.382,47

Фуратиокарб(промет)-кристалическое вещество. Растворим в метаноле, изопропаноле, ацетоне, циклогексане, митиленхлориде, толуоле, гексане, в воде 10 мг/л. Летучесть при 20^0-$6,3.10^{-7}$мм рт. ст.Применяется в качестве исектицида для обработки семян.В воздухе рабочей зоны может присутствовать в виде аэрозоля.

ОБВУ промета в воздухе рабочей зоны 0,05 мг/$м^3$.

Характеристика метода

Разработчики:Мурашко С.В., ВНИИГИНТОКС, Киев

Метод основан на извлечении промета из анализируемого объекта органическим растворителем, затем проводят гидролиз при pH-11и продукт гидролиза определяют методом реакционной газожидкостной хроматографии в виде производного динитро-бензола с использованием детектора по захвату электронов(ДЭЗ),а также в тонком слое силикагеля с последующим применением для обнаружения зон локализации препарата проявляющего реагента.

Отбор проб производится с концентрированием (фильтр "синяя лента")

Предел измерения в анализируемом объеме пробы-0,02нг(ГЖХ),1мкг (ТСХ)

Предел измерения в воздухе - 0,001мг/м^3 (ГЖХ), 0,025 мг/м^3 (ТСХ) при отборе 100л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций - 0,001-0,05мг/м^3(ГЖХ),0,25-0,125 мг/м^3(ТСХ).

Граница суммарной погрешности измерения - 18,4% (ГЖХ), 19%(ТСХ).

2.Реактивы и материалы

Ацетон,ос.ч.,ТУ 6-09-3513-86.

Гексан,ч.,ТУ 6-09-3375-78.

2,4-динитрофторбензол.

$Na_2HPO_4.12H_2O$,ч.,ГОСТ 4132-76.

NaOH,хч.,ГОСТ 4328-77.

Азот в баллоне,особой чистоты,ГОСТ 9293-74.

Неподвижная фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS.

Основной стандартный раствор (ОСР) промета с концентрацией 100 мкг/мл готовят взятием навески 10 мг (0,0100 г) х.ч. и растворением в ацетоне в мерной колбе емкостью 100 мл.Хранить в холодильнике в течение 6-и месяцев.

Рабочие стандартные растворы с содержанием 10 мкг/мл,1 мкг/мл

готовят соответствующим разбавлением ОСР ацетоном.

2,4-Динитрофторбензол в ацетоне,1% раствор.

Буферный раствор - pH=11 готовят следующим образом:50 мл раствора 0,05 М двузамещенного фосфата и 4,1 мл 0,1 М раствора NaOH в мерной колбе по 100 мл.

К методу ТСХ

Марганцевокислый калий,х.ч.,ГОСТ 20490-75.

Соляная кислота,ч.,ГОСТ 3118-67.

1% раствор О-толидина в ацетоне (проявляющий реагент).

3.Приборы,аппаратура,посуда

Аспирационное устройство,ТУ 64-1-862-77.

Фильтродержатели.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой.

Ротационный испаритель типа ИР-1М,ТУ 25-11-917-76.

Колбы грушевидные (круглодонные),ГОСТ 25336-82,емкостью 100 мл, 50 мл,ОКП 500-29150-14.

Пробирки мерные на шлифах,ГОСТ 1770-74,емкостью 5 и 10 мл.

Аппарат для встряхивания,ТУ 25-11-917-79.

Колбы Бунзена,ГОСТ 25336-82.

Воронка Бюхнера,ГОСТ 9147-80.

Колбы конические,ГОСТ 25336-82,емкостью 250 мл.

Делительные воронки на шлифах,ГОСТ 25336-82,на 100 мл.

Пипетки,ГОСТ 1770-74,на 0,1, 0,2, 1,0, 5,0, 10 мл.

Микрошприц на 10 мкл,МШ-10,ТУ Е-2833.024.

Секундомер СД Спр. 1.2000,ГОСТ 5072-79.

К методу ТСХ

Пластинки для хроматографии "силуфол",(ЧССР,Хемапол).

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82,или аналогичная.

Камера для хлорирования.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 19391-63.

4.Отбор проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 5 л/мин протягивают через бумажный обеззоленный фильтр ("синяя лента",диаметр 5-6 см),помещенный в фильтродержатель.Для анализа отбирают 100 л воздуха.Срок хранения отобранных проб в холодильнике - 5 суток.

5.Проведение измерения

Бумажный фильтр,содержащий аэрозоль,помещают в коническую колбу и заливают 50 мл ацетона или метанола.Экстрагируют в течение ~ 3 часов.Экстракцию повторяют дважды (т.е. 2 х 1,5 часа) и упаривают в вакууме водоструйного насоса при температуре воды в бане 40^0С до объема ~ 1,0 мл,а затем при комнатной температуре полностью удаляют растворитель. Далее проводят определение ГЖХ и ТСХ.

6.Метод газожидкостной хроматографии

К сухому остатку,полученному по п.5,прибавляют 15 мл буферного раствора pH=11.Колбочку закрывают притертой пробкой и проводят гидролиз в течение 60 мин на водяной бане при температуре 60^0С.Затем колбу быстро охлаждают в ледяной бане.К реакционной смеси прибавляют 0,5 мл 1%-ного раствора 2,4-динитрофторбензола в ацетоне,закрывают пробкой и нагревают содержимое колбы на водяной бане при 60^0С втечение 30 мин.Спустя 30 мин колбу с реакционной смесью охлаждают в ледяной бане, прибавляют 5 мл гексана и экстрагируют фуротиокарб в виде 2,4-динитропроизводного бензола.Экстракцию повторяют дважды.Раствор гексана (15 мл) используют для определения фуротиокарба (промета) методом ГЖХ с ДЭЗ.

Одновременно с рабочей пробой получают производные из серии стандартных растворов,содержащих 0,02;0,05;0,1 и 1 нг.В хроматограф вводят по 3 мкл рабочей пробы и стандартов.

7.Условия хроматографирования

Газовый хроматограф серии "Цвет" с ДЭЗ.

Колонка хроматографическая стеклянная 1 м,внутренний диаметр 3,5 мм.

Насадка 5% SE-30 на Хроматоне N-AW-DMCS.

Температура колонки - 215^{0}C.

Температура испарителя - 250^{0}C.

Температура детектора - 260^{0}C.

Газ-носитель с расходом 65-70 мл/мин.

Вводимый объем - 3 мкл.

Шкала множителя - 20.10^{-12}.

Скорость диаграммной ленты - 240 мм/час.

Время удерживания - 4,0 мин.

Предел обнаружения - 0,02 нг.

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

8.Расчет концентрации

Расчет результатов анализа проводят по формуле:

$$X=\frac{C \cdot H_2 \cdot V_1}{H_1 \cdot V_2 \cdot V_{20}}$$,где

X-содержание фуратиокарба (промета) в анализируемой пробе воздуха, мг/м^3;

C-количество стандарта раствора фуратиокарба (в виде производного 2,4-динитробензола),введенного в хроматограф,нг;

H_1-высота пика стандартного раствора,мм;

H_2-высота пика пробы,мм;

V_1-общий объем пробы в виде производного 2,4-динитроденэола,мл;

V_2-обьем рабочей пробы и стандартного раствора в виде производного 2,4-динитробензола,введенного в хроматограф,мкл;

V_{20}-обьем пробы воздуха в л,приведенный к стандартным условиям.

9.Метод ТСХ

К сухому остатку,полученному в п.5,пипеткой добавляют 0,5 мл гексана.Колбочку закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно обмывают растворителем.На пластинку "силуфол" с помощью микропипетки наносят 0,2 мл полученного раствора.Справа и слева от рабочей пробы таким же образом наносят по 0,2 мл из серии стандартных растворов фуратиокарба,содержащих 1,2,3...5 мкг в хроматографируемом обьеме.Хроматограмму развивают в системе гексан:ацетон (3:2).После высушивания пластину помещают на 1-2 мин в камеру с хлором,после чего пластинку оставляют на воздухе до исчезновения запаха хлора,а затем обрабатывают из пульверизатора 1%-ным раствором о-толидина в ацетоне.Фуратиокарб (промет) проявляется на хроматограмме в виде коричневых пятен на белом фоне с $R_f=0,57\pm0,5$.Линейный диапазон детектирования 1-5 мкг.

Количественное определение проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен рабочей пробы и серии стандартов.

10.Расчет концентрации

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

$$X = \frac{C \cdot V}{V_1 \cdot V_{20}} \text{ мг/м}^3 \text{, где}$$

C–количество фуратиокарба, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

V–общий объем пробы в мл;

V_1–объем аликвоты рабочей пробы, нанесенной на пластинку, мл;

V_2–объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, мл.

11. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования при работе в химических лабораториях.

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