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.

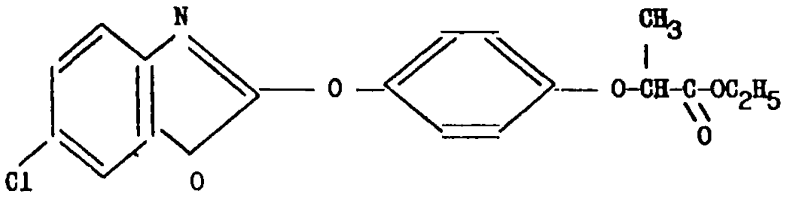
УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВО-
ОХРАНЕНИЯ СССР
„ 29„ июля. 1991 г.
№ 6144-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФЕНОКСАПРОП-ЭТИЛА (ФУРОРЕ-СУПЕР)В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

1.Краткая характеристика препарата.

Фуроре-супер - пума-супер.Хое 046360.

Химическое название: (D+)-этил-(4-(6-хлор-2-бензоксазолилокси)феноксн)-пропионат.



$C_{18}H_{16}ClNO_5$

М.м.361,8

Бесцветное кристаллическое вещество,температура плавления 84,5°С, растворимость в воде 0,7 мг/л,растворим в этаноле,н-гексане,циклогексане, легко растворим в ацетоне,толуоле,этилацетате.Давление паров при 20°С $5,3.10^{-9}$гПа;при 25°С $1,4.10^{-8}$гПа, летучесть фуроре при 20°С $7,8.10^{-5}$мг/м^3,

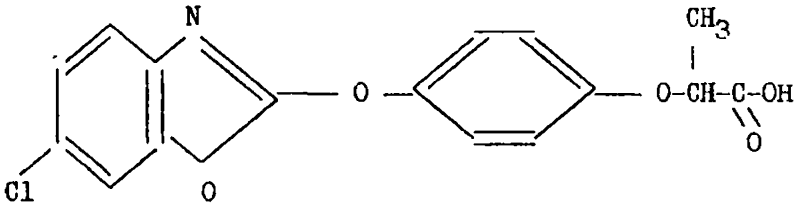
---

Разработчики:Письменная М.В.,Алейнова А.П.,ВНИИГИНТОКС,г.Киев.

при 25°С 2.10^{-4} мг/м^3. При применении препарат может находиться в воздухе рабочей зоны в виде аэрозоля.

ОБУВ фуроре-супер в воздухе рабочей зоны 0,06 мг/м^3.

Основной метаболит фуроре- (D+) 2(-(4-(6-хлор-2бензоксазолилокси) -фенокси-пропионовая кислота (ХОЕ 088406)



$C_{16}H_{12}ClNO_5$

М.м.333,7

Характеристика метода

Определение основано на анализе препарата методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с детектором по захвату электронов (ДЭЗ или ДПР) или на хроматографировании в тонком слое (ТСХ) пластинок "силуфол".

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтре "синяя лента".

Предел измерения в анализируемом объеме пробы методом ГЖХ -2,5нг, методом ТСХ- 0,2 мкг.

Предел измерения в воздухе (при отборе 50 л воздуха) ГЖХ - 0,015 мг/м^3, ТСХ - 0,03 мг/м^3.

Диапазон измеряемых концентраций 0,015-0,6 мг/м^3(ГЖХ) и 0,03- - 0,15 мг/м^3(ТСХ).

Рекомендуемые условия ГЖХ и ТСХ позволяют избирательно определять феноксипроп-этил в присутствии пестицидов других групп.

Граница суммарной погрешности измерения в воздухе методом ГЖХ- $\pm$ 16,4%, методом ТСХ - $\pm$ 19%.

2. Реактивы, растворы, материалы

Общие для ТСХ и ГЖХ:

Фильтры "синяя лента".

Ацетон,чда, ТУ 6-09-3313-86.

Н-Гексан, х.ч., ТУ 6-09-5375-78.

Натрий сернокислый безводный, чда, ГОСТ 4166-76.

Феноксипроп-этил (98%).

Основной стандартный раствор феноксипроп-этила (ОСР): 10мг феноксипроп-этила растворяют в 100 мл ацетона. (100 мкг/мл). Хранить в холодильнике не более 3-х месяцев.

Рабочие стандартные растворы феноксипроп-этила 0,5-20 мкг/мл готовят разведением ОСР ацетоном. Хранить в холодильнике не более 2-х недель.

К методу ГЖХ:

Неподвижная фаза 3% SP-2100 или 5% SE-30 на инертоне-N-супер.

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74 в баллоне с редуктором.

Сжатый воздух, ГОСТ 9010-80.

К методу ТСХ:

Стандартные пластинки "силуфол", Хемапол, Чехословакия или отечественные пластинки "армсорб".

Аммиак, чда, ГОСТ 3760-79, 25%-ный раствор.

Бромфеноловый синий, ТУ-6-09-3719-83.

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277-81.

Кислота лимонная, ГОСТ 3652-74, 2% водный раствор (уксусная ледяная кислота, хч, ГОСТ 18270-72, 10% водный раствор) 2,6-дибром-N-хлорхинонимин, ч., ТУ 6-09-06-951-79.

Едкое кали.

Дистиллированная вода.

Проявляющие реагенты:

1. Реагент на основе бромфенолового синего (БФС) в 10 мл ацетона растворяют 0,05 г БФС и доводят до 100 мл 1%-ным раствором нитрата серебра в водном ацетоне (ацетон-вода 3:1). Хранят в темной склянке.

Через 5 мин. после опрыскивания хроматограмму обрабатывают 2% раствором лимонной или 10% раствором уксусной кислоты.

2. Реагент на основе 2,6-дибром-N-хлорхинонимина: пластинку после хроматографирования нагревают в течение 10 мин при 150°С, а затем опрыскивают свежеприготовленным 0,5%-ным раствором 2,6-дибром-N-хлорхинонимина в н-гексане и сразу же опрыскивают 0,5%-ным водным раствором едкого кали.

3. Приборы, аппаратура, посуда

Общие для ТСХ и ГЖХ:

Электроаспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-1-862-82.

Фильтродержатели, диаметр 6-8 см.

Весы аналитические ВЛА-200.

Ротационный вакуумный испаритель типа ИР-1М, ТУ-20-11-917-74 или аналогичный.

Колбы конические широкогорлые или стаканы емкостью 100 мл, ГОСТ 10394-72.

Воронки химические, ГОСТ 8613-75.

Колбы грушевидные емк. 25, 50 мл, ГОСТ 10394-72.

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

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Пипетки мерные, ГОСТ 20292-74.

К методу ГЖХ:

Газовый хроматограф серии "Цвет" или аналогичный с ДЭЗ (ДПР).

Пробирки мерные емк. 5,10 мл, ГОСТ 1770-74.

Микрошприцы на 10 мкл.

Колонка стеклянная длина 1 м, диаметр 3,5 мм.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

К методу ТСХ:

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82,или аналогичная.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82.

Камера для опрыскивания - колпак для насосов с кнопкой диаметром 160-200 мм, высотой 220 мм, ТУ 25-11-1022-75.

4. Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 2 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 25 минут. Отобранные пробы могут храниться в холодильнике не более 2-х суток.

5. Проведение измерения

Бумажный фильтр вынимают из фильтродержателя, измельчают ножницами на кусочки размером ~1 см., помещают в колбу или стакан и заливают 10 мл ацетона. Оставляют на 15 мин, периодически встряхивая, и сливают экстракт в колбу для отгонки растворителей. Затем экстрагируют из фильтра новой порцией ацетона. Обьединенные ацетоновые экстракты концентрируют до ~0,3 мл на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не более 45°, а затем остаток упаривают досуха при комнатной температуре и растворяют точно в 1,5 мл н-гексана.

6. Метод ГЖХ

Подготовка хроматографических колонок:

Стеклянные хроматографические колонки заполняют насадкой по стандартной методике. Колонку кондиционируют 4 часа, повышая температуру от 50 до 220°С со скоростью 1°/мин. Колонку тренируют стандартным раствором

феноксипроп-этила с концентрацией 100 мкг/мл до получения сходимых высот пик

Условия ГЖХ:

Измерение проводят на хроматографе с ДЭЗ (ДПР).

Колонка стеклянная, длина 1м, диаметр 3,5 мм.

1. Фаза 5% SE -30 на инертоне-N-супер (0,200-0,240 мм).

   Температура колонки 210°С, испарителя 250°С, детектора 280°С.

   Время удерживания 3 мин 05 сек.

2. Фаза 3% SP-2100 на инертоне-N- супер, (0,16-0,20 мм).

   Температура колонки 230°С, испарителя 250°С, детектора 280°С.

   Время удерживания 3 мин 28 сек.

   Скорость продувочного газа (ДПР) азота 150 мл/мин.

   Рабочая шкала электрометра 2.10^{-12}.

   Скорость диаграммной ленты 240 мм/час.

   Обьем вводимой пробы 5 мкл.

   Линейный диапазон детектирования 2,5-100 нг.

Хроматографирование пробы проводят трижды, измеряют высоту пиков и вычисляют среднее значение высоты пиков.

Количественное определение препарата в анализируемой пробе проводят с помощью градуировачного графика.

Построение градуировочного графика: в хроматограф вводят по 5 мкл рабочих стандартных растворов с концентрацией 0,5; 1; 2; 5; 10; 20 мкг/мл.

График строят в координатах содержание феноксипроп-этила (нг)- высота пика (мм).

График проверяют в день работы по 2-3 точкам.

Расчет концентрации

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

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

G- количество препарата, найденное по графику в анализируемом объеме пробы, нг.

V- общий объем пробы, мл.

V_1-хроматографируемый объем пробы, мкл.

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

7. Метод ТСХ

Подготовка пластинок "силуфол" при использовании реагента на основе БФС: пластинку помещают в хроматографическую камеру с 25%-ным раствором водного аммиака. После прохождения раствора через всю длину пластинки, последнюю вынимают из камеры и высушивают при комнатной температуре в течение 24 часов.

Проведение ТСХ анализа

Аликвотную часть раствора (0,2 мл) микропипеткой наносят на хроматографическую пластинку. Справа и слева от пробы наносят рабочие стандартные растворы феноксипропатила (0,2-1,0 мкг). Пластинку помещают в камеру для хроматографирования, в которую за 30 мин до хроматографирования,наливают смесь растворителей н-гексан-ацетон (3:1).После того как подвижная фаза поднимется на 10 см,пластинку вынимают из камеры,дают растворителю испариться и обрабатывают либо проявляющим реагентом N 1(на основе БФС),либо реагентом N 2(на основе 2,6-дибром-N-хлорхинонимина).Фуроре и его кислотное производное проявляется обоими реагентами в виде голубых пятен. R_f- фуроре 0,5,R_f кислотного производного фуроре 0,3.

Реагент N2 специфичнее и чувствительнее реагента N1.
Предел обнаружения феноксипроп-этила на хроматограмме реагентом N1 1мкг, реагентом N2- 0,2 мкг.

Количество препарата в пробе определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятна пробы и стандарта.

Пропорциональная зависимость между концентрацией и площадью пятна соблюдается в интервале 0,2-1,0 мкг.

8. Расчет концентрации

Концентрацию фуроре в воздухе X мг/м^3 рассчитывают по формуле:

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

G - количество препарата в пробе, найденное на пластинке, мкг;

V- общий обьем рабочей пробы, мл;

V_1-обьем аликвоты, нанесенной на пластинку, мл;

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

9. Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы Минздрава СССР" № 2255-81 от 20.01.81.

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