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.

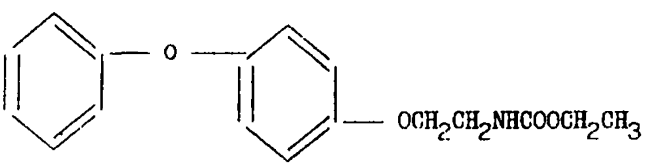
№ 6201-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФЕНОКСИКАРБА (ИНСЕГАРА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1.Краткая характеристика препарата

Химическое название- феноксикарб (инсегар),-

- этил -2-(4-феноксифенокси) этилкарбамат.



М.м. 301,3

$C_{17}H_{19}NO_4$

Феноксикарб (инсегар) - кристаллическое вещество, Тпл 53-54^{o}С. Растворим в большинстве органических растворителей, в гексане 5 г/л, в воде при 20^{o}С 6 ppm. Не гидролизуется в водном растворе при pH 3,7 и 9 при 35^{o}С.

Давление пара при 25^{o}С - 1,7.10^{-5}Па (1,3.10^{-7}мм рт.ст.)

Выпускается в виде порошка, содержащего 25% с.п.

ОБУВ инсегара в воздухе рабочей зоны 0,0005 мг/м^{3}.

Характеристика метода

Метод основан на извлечении феноксикарба (инсегара) из исследуемого обьекта органическим растворителем и последующим определением методом реакционной газожидкостной хроматографии в виде ацильного производного или методом тонкослойной хроматографии.

Разработчики: Мурашко С.В., Щербакова И.П., ВНИИГИИТОКС, Киев.

Отбор проб производится с концентрированием (фильтр "синяя лента"). Предел измерения в анализируемом объеме пробы- 0,2 нг.(ГЖХ);0,2мкг (ТСХ) Предел измерения в воздухе- 0,0002 мг/м^3 (ГЖХ), 0,002 мг/м^3 (ТСХ). Диапазон измеряемых концентраций -0,0002 - 0,01 мг/м^3 (ГЖХ), 0,002-0,01 мг/м^3 (ТСХ).

Определению не мешает рогор.

Граница суммарной погрешности измерения - $\pm$ 12,5%.

2. Реактивы, растворы,материалы

Ацетон, ос.ч.,ТУ 6-09-3513-86.

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-09-4263-76.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-78.

Пиридин, ч., ГОСТ 13647-78.

Трифторуксусный ангидрид, ТУ 6-09-4135-75.

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

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

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

Уголь активированный марки ОУ-"А".

Для тонкослойной хроматографии подвижная фаза:гексан-этил-ацетат: уксусная кислота (66:33:1).

Проявляющий реактив 1% раствор о-толидина в ацетоне.

Основной стандартный раствор (ОСР) феноксикарба (инсегара) 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 2-х месяцев.

Рабочие стандартные растворы с содержанием 10 мкг/мл, 1 мкг/л готовят соответствующим разбавлением ОСР ацетоном. Хранить в холодильнике в течение 2-х месяцев.

3. Приборы и 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 ОКШ 500-29/50-14.

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

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

Колба Бунзена, ГОСТ 25336-82.

Воронка Бюхнера, ГОСТ 9147-80.

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

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 0,1; 0,2; 1; 5; 10мл.

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

Секундомер СД Спр 1.2000, ГОСТ 5072-79.

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 100л 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. Экстрагируют в течение ~ 30 минут. Экстракцию повторяют дважды, отфильтровывают. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия. Высушенный экстракт упаривают с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема ~ 0,5 мл при определении методом ТСХ и досуха при определении ГЖХ.

6.Метод ГЖХ

К сухому остатку прибавляют 100 мкл трифторуксусного ангидрида, 20 мкл сухого пиридина. Реакционную смесь выдерживают в течение ~ 40мин, затем к ней прибавляют 1 мл бензола и 5 мл дистиллированной воды, встряхивают в течение 2-х минут. После разделения фаз проводят хроматографический анализ бензольного верхнего слоя.

Условия хроматографирования

Газовый хроматограф серии Цвет с Д 3.

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

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

Температура колонки - 220°С.

Температура испарителя -250°С.

Температура детектора - 270°С.

Газ-носитель-азот с расходом 65-70 мл/мин.

Вводимый сбъем -10 мкл.

Шкала множителя - 20.10^{12}.

Скорость диаграммной ленты - 600 мм/час.

Время удерживания - 2,20 мин.

Предел обнаружения - 0,2 нг.

Количественную оценку проводят методом соотношения со стандартом, по высоте пика.

Расчет концентрации

Расчет результатов анализа проводят по формуле:

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

X - содержание инсегара в анализируемой пробе, мг/м^3.

C - количество стандартного раствора для ГЖХ, вводимого в хроматограф,нг.

H_1- высота пика стандартного раствора для ГЖХ,вводимого в хроматограф,нг

H_2- высота пика пробы, мм.

V_1- общий обьем ацилированой пробы, мл.

V_2- обьем ацилированной пробы, введенной в хроматограф, мкл.

V_{20}- обьем пробы воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям.

2.Метод тонкослойной хроматографии

Пробу, сконцентрированную до 0,5 мл количественно переносят на пластинку "Силуфол". Параллельно наносят серию стандартных растворов с содержанием 0,3; 0,5; 1,0 мкг действующего вещества феноксикарба инсегара. Хроматографируют в камере в системе растворителей гексан: этил ацетат : уксусная кислота (66:33:1). После высушивания пластинку помещают на 1-2 сек в камеру с хлором, затем обрабатывают раствором о-толидина в ацетоне. Феноксикарб (инсегар) проявляется в виде голубых пятен на белом фоне. При нагревании пластинки в сушильном шкафу 60-80° в течение 20 мин цвет пятен изменяется. Коричневые пятна на горчичном фоне. R_f-0,42 $\pm$ 0,04.

Расчет концентрации

Концентрацию феноксикарба (инсегара) в исследуемой пробе вычисляют по формуле:

$$X=\frac{A}{V_{20}}$$ мг/кг (мг/л), где

A- количество препарата, найденное на хроматограмме при сравнении со стандартом, мкг.

V_{20}-обьем пробы воздуха в л., отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям.

8.Техника безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических систем МЗ СССР № 2455-81 от 20.10.81.

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