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.

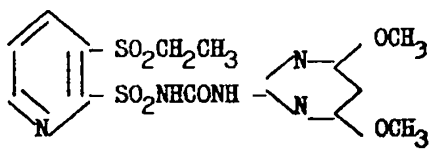
9. Временные методические указания по газохроматографическому измерению

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.
№ 6135-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ТИТУСА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.



$C_{14}H_{17}S_2N_5O_7$
М.м 431

Титус - N [(4,6- диметоксипиримидин- 2ил) аминокарбонил]-3 -(этил-сульфонил)-2- пиридинсульфамид -применяется как гербицид для ячменя.

Титус представляет собой белое кристаллическое вещество, не имеющее запаха; растворимое в хлороформе, хлористом метилене, ацетоне,ацетонитриле ОБУВ титуса в воздухе рабочей зоны 1,5 мг/м^3.

1.Характеристика метода

Метод основан на определении титуса газожидкостным методом после концентрирования из воздуха.

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

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 9 нг.

Предел измерения в воздухе 0,02 мг/м^3(при отборе 100 л).

Диапазон измеряемых концентраций 0,02-1 мг/м^3.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Разработчики: Кошарновская Е.А. Гиренко Д.Б. ВНИИГИНТОКС, Киев

Граница суммарной погрешности $\pm$20%.

2.Реактивы,растворы,материалы

Титус (фирма "Дипон")

Хлороформ, ГОСТ 20015-74.

Ацетон, ос.ч. 9-5 ТУ 6-09-3513-86.

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

Пиридин, ч., ГОСТ 13647-78.

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Основной стандартный раствор титуса содержащий 100мкг/мл, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в хлороформе.Раствор хранят в холодильнике не более месяца. Рабочие растворы титуса 2-10 мкг/мл готовят из основного раствора разведением. Хранят растворы в холодильнике не более 5 дней.

3.Приборы,аппаратура,посуда

Электрораспиратор для отбора проб, ТУ 64-1-862-77.

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Воронки химические, ГОСТ 25336-82.

Колбы конические,ГОСТ 25336-82, вместимостью 50,100мл.

Колбы грушевидные,ГОСТ 25336-82.

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Хроматограф с детектором по захвоту электронов(тип "Цвет", газохром или др.).

Микрошприцы на 10 мкл.

Колонки стеклянные хроматографические, длина 1 м, внутренним диаметром =3 мм.

4.Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течении 20 минут.Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы. Пробы хранят в холодильнике не более 2-х суток.

5.Проведение измерения

Бумажный фильтр из фильтродержателя переносят в коническую колбу и заливают 20 мл хлороформа.Встряхивают 30 мин. Экстракцию повторяют дважды. Объединяют хлороформный экстракт, сушат безводным сульфатом натрия и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель до объема 0,1-0,2 мл при температуре водянной бани не выше 40^0С. Удаляют остаток растворителя на воздухе. К сухому остатку пробы приливают 50 мкл трифторуксусного ангидрида и 10 мкл пиридина. Выдерживают приготовленный раствор в течение 30 мин после чего добавляют 1 мл хлороформа и 5 мл дистиллированной воды. Интенсивно встряхивают в течение 2 мин. Водную фазу отбрасывают, хлороформную - упаривают досуха; сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона. После чего 4 мкл ацетонового раствора вводят в хроматограф.

Одновременно с пробой готовят и фторируют трифторуксусным ангидридом контрольную пробу и стандартные растворы титуса с концентрацией 10мкг/мл, 5мкг/мл, 3мкг/мл.

6.Условия для хроматографирования

Хроматограф с ДЗЗ.

Колонка стеклянная, длина 1 м,d=3мм.

Носитель - хроматон N-AW (0,16-20мм) с 5% ХЕ-60.

Температура испарителя -250^0С, детектора-250^0С,колонки -180^0С.

Скорость газа-носителя -55 мл/мин (через колонки);150 мл/мин (на продувку).

Вводимый объем -- 4 мкл.

Время удерживания фторопроизводного титуса -первый пик -7 мин 48с

второй пик -27 мин

Минимально детектируемое количество 9 нг

7.Расчет концентрации

Расчет концентрации препарата (мг/м^3)в воздухе проводят по формуле: $X = \frac{A \cdot V_1 \cdot S_{пр}}{S_{ст} \cdot V \cdot V_{20}}$,где

путем сравнения рассчитываемого пика с пиком, полученным при введении известного количества стандартного вещества при условии, что пики близки по величине и определение ведется в диапазоне линейности детектора.

А- количество стандартного препарата, введенного в хроматограф,нг;

$S_{пр.}$- площадь пика в исследуемом растворе, мм^2;

Sст.- площадь пика стандартного раствора препарата,мм^2;

V_1- объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл;

V - общий объем анализируемого экстракта,мл;

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

8.Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности производственной санитарии, противоэпидемического режима в лабораториях (отделениях, отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР" № 2255-81 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