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

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

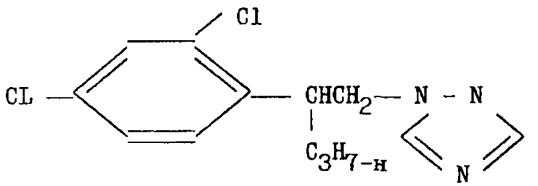
" 29 " июля 1991 г.

№ 6124-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПЕНКОНАЗОЛА (ТОПАЗА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

1. Краткая характеристика препарата

Пенконазол (топаз,CGA 71818) -1-/2-(2,4-дихлорфенил) пентил/ -1H-1,2,4- триазол). Белый кристаллический порошок, $T_{пл.}$ 60°С. Растворимость в воде 70 мг/л, растворим в большинстве органических растворителей. Предложен в качестве фугицида защитного и искореняющего действия для борьбы с мучнистой росой, паршой, ржавчиной, септориозом, гнилью и др. в сельском хозяйстве. $ЛД_{50}$ для крыс 2125 мг/кг.



$C_{13}H_{15}Cl_2N_3$

М.м. 284,19

ОБУВ пенконазола (топаза) в воздухе рабочей зоны 1,65 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на определении топаза хроматографическими методами (ГЖХ, ТСХ) после концентрирования из воздуха.

Отбор проб производится с концентрированием на бумажном фильтре "синяя лента".

Предел измерения в анализируемом объеме методом ГЖХ - 0,1 нг.Предел измерения ТСХ - 2 мкг.

Разработчики:Гиренко Д.Б.,Морару А.Е.,ВНИИГИНТОКС,Киев.Петрова Т.М., Блинова Т.Ф.,ВИЗР,Ленинград.

Предел измерения в воздухе 0,0025 мг/м^3 ГЖХ и 0,5 мг/м^3 ТСХ (при отборе 100 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,0025-0,25 мг/м^3 ГЖХ,0,5-2,5 мг/м^3 ТСХ.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm$19,5%.

2.Реактивы,растворы,материалы

Для ГЖХ

Азот особой чистоты газообразный,ГОСТ 9293-74.

Ацетон,х.ч.,ГОСТ 2601-79.

Хроматон N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30.

Натрий сульфат безводный,чда,ГОСТ 4166-76.

Фильтры бумажные "синяя лента",ТУ 6-09-1676-77.

Стандартный раствор топаза,содержащий 100 мкг/мл вещества,готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе в 100 мл ацетона.Хранят в холодильнике не более 2-х месяцев.

Для ТСХ

Ацетон,ч.,ГОСТ 2601-79.

Гексан,х.ч.,ТУ 6-09-33-75-78.

Хлороформ,ч.,ГОСТ 20015-74.

Бромфеноловый синий,ч.,ТУ 6-09-3719-83.

Лимонная кислота,осч.,6-4 ТУ 6-09-584-75,2%-ный раствор.

Уксусная кислота,чда.,ГОСТ 61-75,5%-ный раствор.

Нитрат серебра,ч.,ГОСТ 1277-75.

Пластинки "Силуфол" (Хемапол ЧССР).

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

Подвижная фаза ацетон-хлороформ 1:9.

Проявляющий реактив.Раствор А:50 мг бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона.Раствор Б:500 мл нитрата серебра растворяют в 20 мл воды и прибавляют 60 мл ацетона.Растворы А и Б сливают в мерную колбу на 100 мл и доводят ацетоном до метки.

3.Приборы,аппаратура и посуда

Газовый хроматограф типа "Цвет",("Кристалл") с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Электроаспиратор, ТУ 64-1-862-77.

Фильтродержатели.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Ротационный испаритель с набором колб (типа ИР-1),ТУ 26-11-917-76, или аналогичный.

Посуда стеклянная лабораторная по ГОСТ 1770-74,ГОСТ 25336-82,ГОСТ 20292-74.

Колонки стеклянные 1000 х 3 мм.

Микрошприц на 10 мкл,МШ-10,ТУ 283-3-108.

4.Отбор проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 5 л в минуту аспирируют через фильтр "синяя лента",помещенный в фильтродержатель в течение 20 мин.Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы (хранят в холодильнике не более 2-х месяцев).

5.Проведение измерения

Фильтр переносят в коническую колбу,заливают 15-20 мл ацетона и встряхивают в течение 20 мин.Экстракцию повторяют еще раз.С помощью ротационного вакуумного испарителя полностью отгоняют ацетон.К сухому оста

тку пипеткой добавляют 5 мл ацетона.Колбу закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно обмывают растворителем.2 мкл полученного раствора вводят в хроматограф,а 0,2 мл с помощью микропипетки наносят на ТСХ пластинку.

Метод ГЖХ

Условия хроматографирования

Хроматограф с ДПР.

Носитель Хроматон N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30.

Температура колонки - $240^{O}C$

испарителя - $260^{O}C$

детектора - $260^{O}C$.

Скорость газа-носителя (азота) - 40 мл/мин.Длина колонки 1000 х 3 м

Время удерживания 1 мин.35 с.

Объем вводимой пробы 2 мкл.

Линейный диапазон детектирования 0,1-10 нг.

6.Расчет концентрации

Концентрацию топаза в воздухе определяют по формуле:

$$X=\frac{C \cdot h_{пр} \cdot V_{ст} \cdot V_{общ}}{h_{ст} \cdot V_{пр} \cdot V_{20}}$$, где

$V_{ст}$-объем стандартного раствора,введенного в хроматограф,мкл;

С-концентрация топаза в стандартном растворе,мкг/мл;

$h_{ст}$-высота пика стандарта,мм;

$h_{пр}$-высота пика пробы,мм;

$V_{пр}$-объем пробы,введенный в хроматограф,мкл;

$V_{общ}$-общий объем пробы,мл;

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

ловиям,л.

Метод ТСХ

Для определения концентрации пенконазола в воздухе методом тонкослойной хроматографии поступают следующим образом:0,2 мл полученного раствора с помощью микропипетки на 0,2 мл или микрошприца на 100 мкл наносят на хроматографическую пластинку так,чтобы диаметр пятна не превышал 1см.Центр пятна должен быть на расстоянии 2-х см от нижнего края пластинки.Справа и слева от пробы таким же образом наносят серию стандартных растворов топаза,содержащих 2 мкг;5 мкг;10 мкг препарата.

Пластинку хроматографируют в системе хлороформ:ацетон (9:1).После хроматографирования пластинку высушивают на воздухе,после чего обрабатывают из пульверизатора проявляющим реактивом БФС.

После высушивания пластинку обесцвечивают 2%-ным раствором лимонной или 5%-ным раствором уксусной кислоты.Топаз проявляется в виде пятна ярко-голубого цвета на желтом фоне с R_f 0,45±0,05.

Расчет концентрации

Концентрацию топаза в воздухе вычисляют по формуле:

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

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

V-общий объем раствора,мл;

V_1-объем аликвоты,нанесенный на пластинку,мл;

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

6.Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями,токсичными 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