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

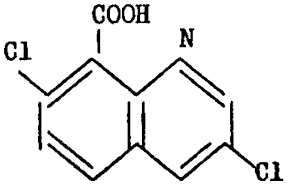
" 29 " июля 1991 г.

№ 6187-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ КВИНКЛОРАКА (ФАЦЕТА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.

1.Краткая характеристика препарата

Квинклорак (фацет)-химическое название 3,7-дихлор-8-хинальдиновая кислота



М.м. 242,1

$C_{10}H_5Cl_2NO_2$

Твердое вещество слегка желтоватого цвета, Тпл.269°С.

Давление паров при 20°С < 1.10^{-7} mbar = $0,9 \cdot 10^{-7}$ мм рт.ст.

Растворимость в 100 г растворителя при 20°С

H_2O - $6,2.10^{-3}$

этиловый спирт - 0,2

ацетонитрил - 0,1

ацетон - 0,2

этилацетат - 0,1

$ЛД_{50}$ для крыс = 2680 мг/кг.

В воздухе рабочей зоны может находиться в виде аэрозоля.

ОБУВ квинклорака (фацета) в воздухе рабочей зоны 1 мг/$м^3$.

2. Характеристика метода

Метод основан на извлечении квинклорака из пробы органическим растворителем с последующим определением методом газожидкостной хроматографии в виде метилпроизводного.

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

Отбор проб воздуха производится с концентрированием (бумажные беззольные фильтры "синяя лента").

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1 нг.

Предел измерения в воздухе (при отборе 100л воздуха) -0,05 мг/м^3.

Диапазон измеряемых концентраций 0.05 мг/м^3- 6 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности измерения $\pm$ 16,4%.

3. Реактивы, растворы и материалы

Ацетон, ос.ч., ТУ 6-09-3513-86.

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-09-4263-76.

Метанол, х.ч., ГОСТ 6995-77.

Кали едкое, ч., ГОСТ 9285-78.

Гидразин гидрат, чда.

Диэтиловый эфир, х.ч., ГОСТ 6262-79.

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

Неподвижная фаза 3% OV-17 на хроматоне N AW-DMCS (0,16-0,20 мм).

Фацет (ВАСФ) -250 мг/л (эмульсия).

Фильтры бумажные обеззоленные ("синяя лента"), ТУ 6-09-1678-77).

Основной стандартный раствор (ОСР) фацет с концетрацией 100 мг/мл готовят взятием навески 40 мг (0,040г) эмульсии, содержащей 250 мг/л фацета и растворением в ацетоне в мерной колбе емкостью 100 мл. Хранить в холодильнике 2 месяца.

Рабочие стандартные растворы с содержанием 2 мкг/мл 1 мкг/мл, 0,5 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением ОСР ацетоном. Хранить в холодильнике.

4. Приборы, аппаратура и посуда

Газовый хроматограф серии "Цвет" с детектором ДПР.

Колонка стеклянная длиной 1 м, диаметром 3,5 мм.

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

Колбы грушевидные(круглодонные) емкостью 500 мл,250 мл,100 мл 50 мл ОКШ 500-29/50-14,ГОСТ 10384-72.

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

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

Аппарат для встряхивания.

Колбы конические,ГОСТ 25336-82, вместимостью 250 мл, 100 мл.

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

Микрошприц на 10 мкл, МШ-10, ТУ SE-2.833.024.

Прибор для получения диазометана (рис.1), посуда по ГОСТ 25336-82:

- колба круглодонная трехгорлая, емкостью 500 мл на шлифах (реакционный сосуд);
- холодильник Либиха на шлифах;
- делительная воронка на шлифах;
- П-образный переходник на шлифах;
- капилляр.

5. Отбор проб воздуха

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

6. Проведение измерения

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, помещают в коническую колбу и заливают 50 мл ацетона. Экстрагируют в течение 1 часа. Экстракцию повторяют дважды, отфильтровывают. Объединенный экстракт упаривают в вакууме водоструйного насоса досуха. К сухому остатку прибавляют 2 мл

эфирного раствора диазометана, выдерживают 20 минут при необходимости прибавляют еще 2 мл эфирного раствора диазометана. Эфир упаривают, остаток растворяют в 10 мл ацетона и хроматографируют.

7. Подготовка к измерению

Работа с диазометаном должна проводиться в вытяжном шкафу вследствие его токсичности и раздражающего действия. При работе использовать индивидуальные средства защиты: перчатки, очки.

В реактор, снабженный обратным холодильником, капельной воронкой, газоотводной трубкой и трубкой для подачи азоты (см. рис.1) помещают 6 г едкого кали, 3 мл метанола и 3 мл гидразин гидрата. Через смесь продувают азот с расходом -100 мл/мин и прикапывают хлороформ из капельной воронки со скоростью 1 капля за 1-2 с. Получаемый указанным способом диазометаном насыщают диэтиловый эфир.

После окончания реакции прекращают прикапывать хлороформ,отключают азот,остатки в реакционной колбе заливают водой,тщательно промывают водой все остальные части прибора.

8.Условия хроматографирования

Газовый хроматограф серии "Цвет" с детектором ДИР.

Колонка хроматографическая стеклянная длиной 1 м,диаметром 3,5 мм.

Неподвижная фаза 3% OV-17 на хроматоне N-AW-DMCS.

Температура колонки - 190^{0}C.

Температура испарителя - 250^{0}C.

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

Вводимый объем - 2 мкл.

Шкала множителя - 20.10^{-12}.

Скорость диаграммной ленты - 240^{0}C.

Время удерживания - 6,5 мин.

Предел определения - 1 нг.

9.Расчет концентрации

Количественную оценку проводят методом соотношения со стандартом по высоте пика.

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

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

C-количество препарата в стандартном растворе,введенном в хроматограф, мкг;

H_1-высота пика препарата в стандартном растворе,мм;

H_2-высота пика препарата в анализируемом растворе,мм;

V-обьем раствора пробы,введенный в хроматограф,мл;

V_1-общий обьем раствора пробы,мл;

V_2-обьем раствора стандарта,введенный в хроматограф,мл;

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

10.Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими 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