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.

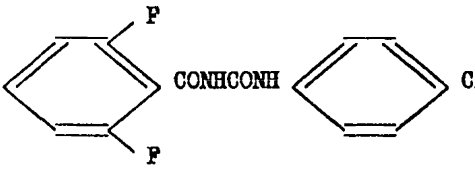
9. Временные методические указания по газохроматографическому измерению

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.
№ 6268-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИФЛЮБЕНЗУРОНА (ДИМИЛИНА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ



$C_{14}H_9ClF_2N_2O_2$

М.м.310,7

Дифлюбензурон (димилин). Химическое название N-(2,6-дифторбензил)-N-(4-хлорфенил)мочевина.

В чистом виде кристаллы белого цвета с Т.пл.230-232^{0}С. Давление паров при 20^{0}С 0,013 мПа ($9{,}8 \cdot 10^{-8}$мм рт.ст.)

Растворимость в воде при 20^{0}С 0,1 мг/л, растворимость в неполярных растворителях при 25^{0}С < 10 г/л, в ацетоне - 6,5 г/л, диметилформамиде 104 г/л, диоксане - 20 г/л.

В воздухе рабочей зоны может находиться только в виде аэрозоля.

Препарат малотоксичен. $ЛД_{50}$ орально для мышей >4640 мг/кг, для кроликов > 2000 мг/кг. Не раздражает слизистую.

Применяется в качестве инсектицида на яблонях, цитрусовых, овощах.

ОБУВ димилина в воздухе рабочей зоны 3 мг/м^3.

Разработчики: Т.В. Алдошина, К.Ф. Новикова, ВНИИХСЗР, Москва.

1. Характеристика метода

Метод основан на хроматографическом выделении дифлюбензурона (димилина) в тонком слое сорбента с последующим обнаружением после разложения в УФ-свете до п-хлоранилина, диазотировании последнего нитритом натрия и азосочетания полученного диазосочетания с α-нафтолом.

Отбор проб проводится с концентрированием на стеклянных пористых фильтрах типа воронок Шотта.

Нижний предел измерения димилина 1 мкг в хроматографируемой пробе. Нижний предел измерения в воздухе 1,5 мг/м^3 (при отборе 200 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 1,5-15 мг/м^3.

Измерению не мешают хлорорганические, фосфорорганические пестициды, симм-триазиновые гербициды и др.

Суммарная погрешность не превышает $\pm$ 25%.

Время выполнения измерения, включая отбор пробы воздуха, около одного часа.

2. Приборы, аппаратура, посуда

Хроматографическая камера с пришлифованной крышкой, по ГОСТ 25336-82, или аналогичная.

Аспирационное устройство по ТУ 64-1862-77 или аналогичное.

Стеклянные пористые фильтры типа воронок Шотта, ГОСТ 25336-82, пор 160.

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 мл.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 25336-82.

Градуированные пробирки с пробками на шлифах, ГОСТ 1770-74, вместимостью 15 и 10 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 10, 1, 0,1 мл с делениями.

Микрошприц, ГОСТ 20292-74., на 100 мкл.

Лампа УФ-света,медицинская,МРТУ 42-1618-61 или аналогичная.

3. Реактивы,растворы,материалы

Стандартные растворы дифлюбензурона в ацетоне с содержанием 1000 мкг/мл (раствор 1) и 100 мкг/мл (раствор 2).

Стандартный раствор 1 готовят растворением 0,1 г дифлюбензурона в ацетоне в мерной колбе вместимостью 100 мл.Для приготовления стандартного раствора 2 из раствора 1 пипеткой отбирают 10 мл,переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки ацетоном.Стандартные растворы 1 и 2 стабильны при хранении в холодильнике в течение 6 месяцев.

Ацетон,осч,ГОСТ 2603-79.

н-Гексан,чда,ТУ 6-09-3375-78.

Этилацетат,хч.,ГОСТ 22300-76.

Бензол,хч.,ГОСТ 5955-75.

Хлороводородная кислота,HCl,чда,ГОСТ 3118-74,концентрированная.

Нитрит натрия,Na_2NO_3,ГОСТ 4197-74.

α-Нафтол,чда,ГОСТ 5838-79.

Гидроксид калия,КОН,чда,ГОСТ 24363-80.

Проявляющий реагент.Раствор А.Растворяют 1,5 г нитрита натрия в смеси 46 мл дистиллированной воды и 4 мл концентрированной HCl.

Раствор Б.Растворяют 2,8 г КОН в 50 мл дистиллированной воды и прибавляют 0,3 г α-нафтола.Растворы А и Б готовят перед использованием.

Пластинки силуфол ЧССР или сорбфил (Sorbfil),ТУ 2611-17-89,ПКБ Пластмаш ИВС,АН СССР,г.Краснодар.

4. Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через стеклянный пористый фильтр.Для измерения 0,5 ОБУВ следует отобрать 200 л воздуха.Срок хранения проб не более 7 дней.

5. Подготовка к измерению

Хроматографическую камеру за один час до начала хроматографирования заполняют смесью подвижных растворителей гексан: ацетон (2:1) или бензол: этилацетат (6:1) для насыщения камеры парами подвижных растворителей. Объем подвижных растворителей должен по высоте находиться не выше, чем на 0,7–1,0 см от уровня дна камеры.

6. Проведение измерения

Стеклянный пористый фильтр помещают в градуированную пробирку вместимостью 15 мл и смывают дифлюбензурон с фильтра ацетоном, отбирая в пробирку точно 15 мл. Пробирку закрывают пробкой на шлифе и ее содержимое перемешивают. Аликвотную часть раствора с помощью микрошприца (50 мкл) или микропипетки (0,05 мл) наносят на хроматографическую пластинку силуфол или сорбфил. Справа и слева от рабочей пробы таким же образом наносят серию стандартных растворов дифлюбензурона с содержанием 1,2,3,4,5,...,10 мкг. Серию стандартных растворов готовят в градуированных пробирках с пробками на шлифе вместимостью 10 мл, согласно таблице 1.

Таблица 1

Шкала стандартов

	Номер стандарта						
	1	2	3	4	5	...	10
Стандартный р-р 1(1000мкг/мл),мл	–	–	–	–	1	...	2
Стандартный р-р 2(100 мкг/мл),мл	2	4	6	8	–	...	–
Добавлено гексана ,мл	8	6	4	2	9	...	8

Концентрация дифлюбензурона в полученном растворе, мкг/мл	20	40	60	80	100	200
Содержимое дифлюбензурона в хроматографируемой пробе, мкг	1	2	3	4	5	10

Хроматограмму развивают в системе гексан:ацетон (2:1) или бензол: этилацетат (6:1). После развития хроматограмму на 15 мин помещают под лампу УФ света, а затем последовательно обрабатывают из пульверизатора проявляющим раствором А и Б. Дифлюбензурон проявляется на хроматограммах в виде красных пятен на бледно-желтом фоне с R_f $0,40 \pm 0,05$ в первой системе подвижных растворителей и R_f $0,35 \pm 0,05$ -во второй. Линейный диапазон определения 1-10 мкг. Пятна стабильны в течение длительного времени (месяцев).

Количественное измерение содержания дифлюбензурона в пробе проводят путем сравнения интенсивности окраски и площади пятен пробы и того стандарта, площадь и интенсивность окраски которого наиболее близка площади и интенсивности окраски рабочей пробы.

7. Обработка результатов анализа и расчет концентрации

Концентрацию дифлюбензурона в воздухе С ($мг/м^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{а \cdot в}{б \cdot V_{20}} \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

а-содержание дифлюбензурона в мкг, найденное в хроматографируемой пробе;
в-общий объем пробы, мл;
б-объем пробы, взятой для хроматографирования, мл;

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

8. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и 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