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.

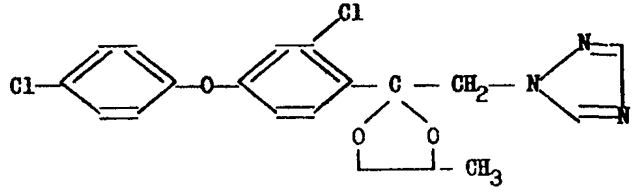
19. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций фуратиокарба (промета) в воздухе рабочей зоны.
№ 6203-91, 29.07.1991.....105.
20. Методические указания по измерению концентраций хлорфлуазурона (эйм) в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами.
№ 6218-91, 29.07.1991.....112.
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.
№ 6155-91

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИФЕНОКОНАЗОЛА (СКОРА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

## 1.Краткая характеристика препарата

Дифеноконазол (скор)-1- 2-/4-хлорфенокси)-2-хлорфенил-(4-метил-1,3-диоксолан-2-ил)-метил/)-1Н-1,2,4-триазол




$C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$
М.м.406,27

Белое кристаллическое вещество.Растворим в гексане,ацетоне,хлороформе,ацетонитриле,метаноле.

Препарат используется в качестве инсектицида для обработки овощных и садовых культур.

---

Разработчики:Гиренко Д.Б.,Морару Л.Е.,ВНИИГИНТОКС,Киев.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны 1 мг/м$^3$.

Характеристика метода

Метод основан на определении скора хроматографическими методами (ГЖХ) после концентрирования из воздуха.

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

Предел измерения в анализируемом объеме 10 нг.

Предел измерения в воздухе 0,5 мг/м$^3$ (при отборе 100 л).

Диапазон измеряемых концентраций 0,5-5,0 мг/м$^3$.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm$ 22,3%.

2. Реактивы,растворы, материалы

Азот особой чистоты газообразный, ГОСТ 9293-74.

Водород, ГОСТ 3022-88 из баллона с редуктором или из генератора водорода.

Воздух,ГОСТ 9010-80 из баллона с редуктором или получаемый из компрессора.

Ацетон,х.ч.,ГОСТ 2603-79.

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 6-09-1678-77.

Стандартный раствор дифеноконазола,содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе в 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 6 месяцев.

3.Приборы,аппаратура и посуда

Хроматограф с термоионным детектором или детектором постоянной ско-

рости рекомбинации электронов (типа Цвет,Кристалл или другой).

Колонка стеклянная 1000 х 3 мм.

Электроаспиратор,ТУ 64-1-862-77.

Фильтродержатели.

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

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

Микрошприц на 10 мкл;МШ-10 ТУ 283-3-106.

Аппарат для встряхивания,ТУ 64-21-1081-73.

4.Отбор проб воздуха

Исследуемый воздух со скоростью 5л в минуту аспирируют через фильтр "синяя лента",помещенный в фильтродержатель в течение 20 мин.Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы.(Хранят пробы 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.Ацетон сушат безводным сульфатом натрия,с помощью ротационного вакуумного испарителя полностью удаляют растворитель.К сухому остатку пипеткой добавляют 10 мл ацетона.

6.Условия хроматографирования

Хроматограф с ТИД.

Колонка стеклянная 1000 х 3 мм.

Носитель - Хроматон N-AW-DMCS (0,16-0,20 мм).

Неподвижная фаза - 5% SE-30.

Для ТИД

Температура колонки 250$^{0}$С.

Температура испарителя $270^{0}$С.

Расходы газов:азот - 30 мл/мин;водород 10-11 мл/мин,воздух 100-150 мл/мин.

Рабочая шкала электрометра $32.10^{-10}$.

Объем вводимой пробы- 2 мкл.

Время удерживания 5 мин 2 с.

Для ДЭЗ.

Температура колонки $260^{0}$С.

Температура детектора $270^{0}$С.

Температура испарителя $270^{0}$С.

Расход шкала электрометра $20.10^{-12}$.

Объем вводимой пробы - 5 мкл.

Время удерживания 4 мин 36 с.

Количественный расчет ведут методом соотношения со стандартом.

Концентрацию дифеноконазола (скора) в воздухе определяют по формуле:

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

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

$h_{пр}$-высота пика пробы,мм;

$h_{ст}$-высота пика стандартного раствора,мм;

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

$V_{общ}$-общий объем пробы,мл;

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

7.Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые требования безопасности при работе с органическими растворителями,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