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.

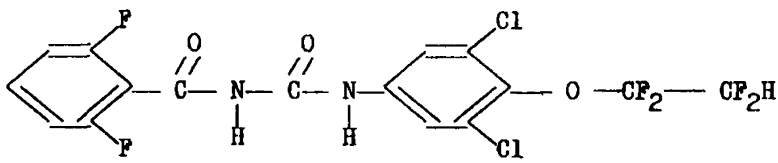
9. Временные методические указания по газохроматографическому измерению

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 ЗДРА-
ВООХРАНЕНИЯ СССР
"29" июля 1991 г.
№ 6219-91.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ГЕКСАФЛЮМУРОНА (СОНЕТА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



$C_{16}H_8Cl_2F_6N_2O_3$
М.м.461

Гексафлюмурон (сонет,консалт,ХКД 473,OMS 3031,ДМWCO 473),химическое название N-(3,5-дихлор-4-(1,1,2,2-тетрафторэтоксифенил)амино)-карбонил-2,6-дифторбензамид-порошок белого цвета без запаха,температура плавления 202-206^{0}С,упругость пара 5,87.10^{-9}Па,298^{0}К (44,03.10^{-10}мм рт.ст.), летучесть паров 1,09.10^{-6}мг/м^3,растворимость (г/л при 18^{0}С) в воде 2,7.10^{-5},ацетоне >100,толуоле 6,4,метаноле 11,3,ксилоле 5,2,дихлорметане 14,6,этилацетате >100,пропаноле 3.

В воздухе рабочей зоны может находиться в виде аэрозоля.

ПДК гексафлюмурона (сонета) в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м^3.

Разработчики:Полякова С.А.,Беспаленко С.И.,ВНИИГИНТОКС,Киев.

1.Характеристика метода

Определение основано на хроматографическом определении сонета с помощью детектора постоянной скорости рекомбинации.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтре "синяя лента".

Предел измерения 3 нг/в пробе.

Предел измерения в воздухе 0,25 мг/м^3 (при отборе 20 л).

Диапазон измеряемых концентраций 0,25-5,0 мг/м^3.

Определению не мешают α, γ, β изомеры ГХЦГ.

Граница суммарной погрешности не превышает $\pm$15%.

2.Приборы и посуда

Газовый хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации (возможно использование другого прибора с одним из вариантов электронно-захватного детектора).

Вытяжной шкаф.

Холодильник.

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

Воронки конические диаметр 3 и 5 см,ГОСТ 25336-82.

Колбы конические с притертой пробкой,ГОСТ 25336-82,на 100 мл.

Пипетки,ГОСТ 20292-74Е,на 0,1;1; 5 мл.

Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74,на 10 и 50 мл.

Колбы круглодонные на шлифе,ГОСТ 25336-82,вместимостью 50 мл.

Пробирки мерные- цена деления 0,1 мл,ГОСТ 1770-74.

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74,вместимостью 10, 25 мл.

Микрошприц на 10 мкл,МШ-10,ТУ SE-2.833.0.24.

3. Реактивы и материалы

Этанол, 96%, ТУ 6-09-17-10-77.

Хлорид натрия, ч.,ГОСТ 4233-77.

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

Фаза неподвижная: трифторпропилметилсиликоновый каучук QF-I(OV-210).

Носитель инертный: Инертон-Супер, 0,125-0,160мм.

Азот газообразный о.с.ч.,Гост 9293-74.

Основной стандартный раствор (ОСР) гексафлюмурона с концентрацией 100 мкг/мл готовят взятием навески 5 мг (0,005 г) х.ч. вещества, перенесением в мерную колбу объемом 50 мл прибавлением 10 мл ацетона и доведением н-гексаном до метки. Устойчив при хранении в течение 3-х месяцев.

Рабочий стандартный раствор "а" гексафлюмурона (РСР "а") готовят внесением 2,5 мл ОСР в мерную колбу емкостью 25 мл и доведением н-гексаном до метки. Концентрация гексафлюмурона 10 мкг/мл.

Рабочий стандартный раствор "б" гексафлюмурона готовят внесением 1 мл РСР "а" в мерную колбу емкостью 10 мл и доведением н-гексаном до метки. Концентрация гексафлюмурона 1 мкг/мл. Растворы устойчивы в холодильнике в течение 10 дней.

4. Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин последовательно аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" и для насыщения паров через склянку Дрекселя, содержащую 100 мл этилового спирта.

Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 20 л воздуха. Длительность хранения пробы в холодильнике не более 2-х суток.

Подготовка к измерению:

-для приготовления 20г. набивки, содержащей 10% QF-1 на Инертоне-Супер (0,125-0,160 мм) взвешивают в бюксе 2 г жидкой фазы QF-1 (OV-210), которые растворяют в 40 мл ацетона.

Полученную смесь выливают в круглодонную колбу на шлифе емкостью 500 мл, содержащую 18 г носителя. Тщательно перемешивают, оставляют на ночь, закрыв плотно пробкой. Затем осторожно упаривают на ротационном испарителе до исчезновения запаха ацетона. Затем помещают в сушильный

шкаф на 2-3 часа при $t=100\pm5^{o}C$.

Стеклянную хроматографическую колонку, предварительно промывают хромовой смесью, дистиллированной водой, этанолом и затем диэтиловым эфиром, высушенную досуха и содержащую прокладку из стекловаты, наполненную набивкой, устанавливают в термостат колонок и, не присоединяя к детектору, термостатируют в течение 12-18 часов при 200-220°С и слабом потоке газа-носителя. После продувки колонку присоединяют к детектору.

5.Проведение измерения

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль помещают в коническую колбу и заливают 20 мл этилового спирта и встряхивают в течение 20 минут. Экстрагируют дважды. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия и сливают в колбу для отгонки растворителя, туда же сливают этиловый спирт из поглотителя. Отгоняют растворитель под вакуумом досуха. Остаток в колбе растворяют в 5 мл гексана и определяют ГЖХ.

6.Условия хроматографирования

Хроматограф марки "Цвет" с детектором по захвату электронов.

Колонка стеклянная спиральная, длина 1 м, диаметр 3 мм, заполненная фазой 10% QF-1 на Инертоне-Супер (0,125-0,16мм)(OV-210).

Рабочая шкала электрометра $20\cdot10^{-12}$А.

Скорость протяжки диаграммной ленты 240 мм/час.

Расход газа-носителя азота 60 мл/мин.

Температура термостата колонки 150°С.

Температура испарителя 170°С.

Температура термостата детектора 200°С.

Вводимый обьем 3 мкл.

Нижний предел измерения 3 нг.

Время удерживания: при указанных условиях препарат дает два пика: I-$t_{уд.}$=4,7мин; II-$t_{уд.}$=11,5мин.

Для количественного определения измеряют площадь двух пиков в пробе и в стандарте (пики должны быть близки по величине).

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом. Для этого до и после анализа проб вводят в хроматограф по 3 мкл рабочих стандартов "б" и вычисляют среднее арифметическое из 5 определений. Если при введении в хроматограф аликвотной части (3 мкл) конечного экстракта пробы получают слишком большие пики, пробу разбавляют н-гексаном.

Обработку результатов анализа проводят по следующей формуле:

$$X = \frac{A \cdot У_1 \cdot S_{пр.}}{S_{ст.} \cdot У \cdot У_{20}}$$, где

А- количество препарата во введенном в хроматограф стандартном растворе, нг;

$S_{ст.}$- площадь или высота пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, $мм^2$(мм).

$S_{пр.}$-плащадь или высота пика препарата в исследуемом растворе пробы, $мм^2$(мм).

$У_1$- общий обьем пробы, мл.

У - обьем экстракта, введенного в хроматограф, мкл.

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

6. Техника 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