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

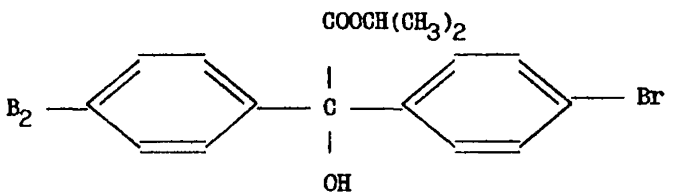
"29" июля 1991г.

№ 6182-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ БРОМПРОПИЛАТА (НЕОРОНА) В ВОЗДУХЕ

Краткая характеристика препарата

Бромпропилат (неорон) - изопропиловый эфир 4,4- дибромбензиловой кислоты: бромпропилат применяется в качестве инсекто-акарицида в садах и на хлопчатнике.



$C_{17}H_{16}O_3Br_2$

М.м. 428,12

Технический препарат - твердое вещество кремового цвета. Давление паров $5,5 \cdot 10^{-7}$ мм.рт.ст. Т пл. 77^0 С. Растворимость в воде 1 г/л при 20^0С. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Стабилен при высокой температуре. Нестоек в кислой и щелочной среде; в нейтральной сохраняется более 3-х лет.Технический препарат содержит 93% действующего вещества.Выпускается в форме 25-50% концентрата эмульсии.

Относится к малотоксичным соединениям $ЛД_{50}$ для крыс 1,5-5 г/кг. Резко выражены кумулятивные свойства.

В воздухе рабочей зоны может находиться в виде аэрозоля.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны 0,4 мг/$м^3$.

Разработчики:Демченко В.Ф.,Давидюк Е.И.,ВНИИГИНТОКС,Киев.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением детектора по захвату электронов (ДЭЗ).

Отбор проб производится с концентрированием на бумажных фильтрах "синяя лента" и гексане.

Нижний предел измерения в хроматографируемой пробе 0,3 нг.

Нижний предел измерения в воздухе 0,05 мг/м^3 (при отборе 15 л воздуха).

Измерению не мешают ХОП (ДДТ,ГХЦГ) и ФОП.Может мешать метоксихлор.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm$20%.

Приборы,аппаратура,посуда

Хроматограф серии "Цвет" с детектором по захвату электронов (постоянной скорости рекомбинации).

Колонки хроматографические стеклянные,1 м х 3 мм и 2 м х 3 мм.

Аппарат для встряхивания АВУ-6с,ТУ 64-1-2451-78.

Баня водяная,ТУ 64-1-2850-76.

Весы аналитические типа ВЛР 200,ГОСТ 2440-80.

Испаритель ротационный ИР-1М,ТУ 25-11-917-76.

Установка компрессорная,ТУ 64-1-2985-78.

Электроаспиратор.

Воронки конические,ГОСТ 25336-82.

Колбы конические,ГОСТ 25336-82.

Колбы грушевидные на шлифе,ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74.

Микропипетки,ГОСТ 20292-74,вместимостью 0,1 мл.

Микрошприц типа МШ-10,ТУ 583-833-024.

Пипетки мерные,ГОСТ 20292-74.

Склянки Дрекселя,ГОСТ 25336-82.

Фильтродержатели.

Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74.

Реактивы и растворы

Азот (особой чистоты),ГОСТ 9293-74.

н-Гексан,ч.,ГОСТ 6-09-3375-78.

Натрия сульфат безводный,х.ч.(прокаленный),ГОСТ 4166-76.

Фильтры обеззоленные "синяя лента",ТУ 6-09-1678-86.

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

Хроматон N-AW-HMDS (0,16-0,20 мм) с 1,5% OV-17 и 1,95% QF-1.

Стандартный раствор бромпропилата (неорона) в н-гексане с массовой долей 1 мкг/мл.

Отбор пробы воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин в течение 15 мин пропускают через последовательно соединенную систему фильтродержатель с фильтром "синяя лента"-дрексельная склянка с 100 мл н-гексана - электроаспиратор.Подготовка проб,отобранных на фильтр и н-гексан (из аэрозоля и паровой фазы воздуха) проводятся раздельно.Отобранные образцы,помещенные в герметичную стеклянную посуду (бюксы,пробирки со шлифом или др.) при необходимости могут сохраняться в холодильнике в течение месяца.

Проведение измерения

Препарат из фильтров извлекают н-гексаном.Фильтр помещают в коническую колбу вместимостью на 100 мл,заливают 50 мл н-гексана и встряхивают в течение 15 мин.Гексановый экстракт фильтруют через воронку с

прокаленным сульфатом натрия в грушевидную колбу со шлифом вместимостью на 250 мл.Фильтр промывают еще 10 мл н-гексана и присоединяют к экстракту.

Поглотительный раствор н-гексана,содержащий препарат,переносят в ту же грушевидную колбу.Посуду,в которой содержался поглотительный раствор,ополаскивают 10 мл н-гексана и присоединяют его к основной части экстракта в выпарительной колбе.Объединенный раствор упаривают на ротационном испарителе при 50-60^{0}С досуха.К сухому остатку пипеткой добавляют 5 мл гексана.Колбу закрывают пробкой на шлифе и ее стенки обмывают растворителем.В хроматограф вводят 2 мкл полученного раствора.

Условия хроматографирования стандартных растворов и анализируемых проб

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

Колонка длиной 1 м,внутренний диаметр 3 мм.

Температура термостата колонки 195^{0}С.

Температура испарителя 210^{0}С.

Температура детектора 240^{0}С.

Скорость потока газа-носителя,азота 50 мл/мин.

Скорость движения диаграммной ленты 240 мм/час.

Рабочая шкала электрометра 20.10^{-12}А.

Абсолютное время удерживания бромпропилата 5 мин.10 сек.

Объем вводимой пробы 2 мкл.

Нижний предел детектирования 0,3 нг.

Для идентификации выходных сигналов бромпропилата и определения его концентраций в анализируемой пробе используют стандартный раствор бромпропилата с массовой долей химически чистого вещества в н-гексане 1 мкг/мл.Минимально детектируемое количество препарата 0,3 нг.Время

удерживания - 5 мин 10 с.

Идентификация бромпропилата на неподвижной фазе с 5% SE-30 может быть затруднена при наличии в воздухе примесей метоксихлора, поскольку его время удерживания достаточно близко к неорону (5 мин 25 с). Поэтому для селективного разделения и надежности идентификации этих соединений, их анализ можно проводить на неподвижной фазе с 1,5% OV-17 и 1,95% QF-1 (колонка 2 м х 3 мм). Время удерживания бромпропилата при этом варианте хроматографического анализа в тех же условиях рабочего режима составляет 24 мин 40 с, метоксихлора - 30 мин 02 с. Нижний предел обнаружения бромпропилата в паровой фазе и аэрозоле воздуха 0,05 мг/м^3.

Расчет концентрации

Расчет содержания бромпропилата в паровой фазе и аэрозоле воздуха проводится раздельно по формуле:

$$X \text{ мг/м}^3 = \frac{A \cdot h_2 \cdot V}{h_1 \cdot V_1 \cdot V_{20}}$$, где

A-концентрация бромпропилата, введенная в хроматограф из стандартного раствора, нг;

h_1-высота выходного сигнала стандарта, мм;

h_2-высота выходного сигнала пробы, мм;

V-объем раствора пробы, используемый для анализа, мл;

V_1-объем пробы, введенный в хроматограф, мкл;

V_{20}-объем отобранной пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, л.

Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, электрооборудованием, 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