

**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.**

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками

Редакционная коллегия:

Нсвикова 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 КОНЦЕНТРАЦИИ ПЕСТИЦИДОВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций стр. бифентрина (тальстар) в воздухе рабочей зоны.
№ 6220-91, 29.07.1991.....4.
2. Методические указания по газохроматографическому измерению концен- траций бромпропилата (неорона) в воздухе.
№ 6182-91, 29.07.1991.....10.
3. Методические указания по газохроматографическому измерению кон- центраций гексафлмурона (сонета) в воздухе рабочей зоны.
№ 6219-91, 29.07.1991.....15.
4. Методические указания по измерению концентраций глүфосината 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 дифенокназола (скора) в воздухе рабочей зоны.
№ 6155-91, 29.07.1991.....41.
8. Методические указания по измерению концентраций дифлюбензурона (ди- милина) в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.
№ 6268-91, 27.07.1991.....45.
9. Временные методические указания по газохроматографическому измерению

- концентраций имазашира (арсенала) в воздухе рабочей зоны.
 № 6239-91, 29.07.1991.....51.
10. Методические указания по измерению концентраций имидаклоприда 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 пирazosульфурон-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 фурагиокарба (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 (норт-рона) в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией. | № 6278-91, 29.07.1991.....130. |
| 24. Предметный указатель |134. |

УТВЕРЖДЕНО

МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

29 ИЮЛЯ 1991Г.

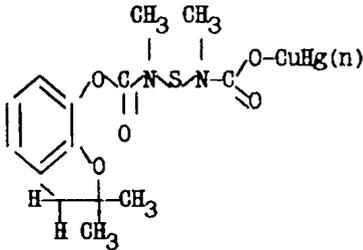
№6203-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
ФУРАТИОКАРБА (ПРОМЕТА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Краткая характеристика препарата

Фуратиокарб (промет)-

0-п-бутил-0-(2,2-диметил-2,3-дигидробензофуран-7-ил)-N,N-диметил-N,N-тетрадикарбонат



$C_{18}H_{26}N_2O_5$

М.м. 382,47

Фуратиокарб (промет)-кристаллическое вещество. Растворим в метаноле, изопропаноле, ацетоне, циклогексане, дихлорэтане, толуоле, гексане, в воде 10 мг/л. Летучесть при 20°-6,3·10⁻⁷ мм рт. ст. Применяется в качестве инсектицида для обработки семян. В воздухе рабочей зоны может присутствовать в виде аэрозоля.

ОБВУ промета в воздухе рабочей зоны 0,05 мг/м³.

Характеристика метода

Разработчики: Мурашко С.В., ВНИИГИНТОКС, Киев

Метод основан на извлечении промета из анализируемого объекта органическим растворителем, затем проводят гидролиз при pH=11и продукт гидролиза определяют методом реакционной газожидкостной хроматографии в виде производного динитро-бензола с использованием детектора по захвату электронов (ДЭЭ), а также в тонком слое силикагеля с последующим применением для обнаружения зон локализации препарата проявляющего реагента.

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

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,02нг (ГЖХ), 1мкг (ТСХ)

Предел измерения в воздухе - 0,001мг/м³ (ГЖХ), 0,025 мг/м³ (ТСХ)

при отборе 100л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций - 0,001-0,05мг/м³ (ГЖХ), 0,25-0,125 мг/м³ (ТСХ).

Граница суммарной погрешности измерения - 18,4% (ГЖХ), 19%(ТСХ).

2. Реактивы и материалы

Ацетон, ос.ч., ТУ 6-09-3513-86.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.

2,4-динитрофторбензол.

Na₂HPO₄·12H₂O, ч., ГОСТ 4132-76.

NaOH, хч., ГОСТ 4328-77.

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

Неподвижная фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS.

Основной стандартный раствор (ОСР) промета с концентрацией 100 мкг/мл готовят взятием навески 10 мг (0,0100 г) х.ч. и растворением в ацетоне в мерной колбе емкостью 100 мл. Хранить в холодильнике в течение 6-и месяцев.

Рабочие стандартные растворы с содержанием 10 мкг/мл, 1 мкг/мл

готовят соответствующим разбавлением ОСР ацетоном.

2,4-Динитрофторбензол в ацетоне, 1% раствор.

Буферный раствор - pH=11 готовят следующим образом: 50 мл раствора 0,05 М двузамещенного фосфата и 4,1 мл 0,1 М раствора NaOH в мерной колбе по 100 мл.

К методу ТСХ

Марганцевокислый калий, х.ч., ГОСТ 20490-75.

Соляная кислота, ч., ГОСТ 3118-67.

1% раствор 0-толдиана в ацетоне (проявляющий реагент).

3. Приборы, аппаратура, посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77.

Фильтродержатели.

Поглотительные приборы с користой пластинкой.

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

Колбы грушевидные (круглодонные), ГОСТ 25336-82, емкостью 100 мл, 50 мл, ОКШ 500-29150-14.

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

Аппарат для встряхивания, ТУ 25-11-917-79.

Колбы Бунзена, ГОСТ 25336-82.

Воронка Бюхнера, ГОСТ 9147-80.

Колбы конические, ГОСТ 25336-82, емкостью 250 мл.

Делительные воронки на шлифах, ГОСТ 25336-82, на 100 мл.

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

Микрошприц на 10 мкл, МШ-10, ТУ Е-2833.024.

Секундомер СД Спр. 1.2000, ГОСТ 5072-79.

К методу ТСХ

Пластинки для хроматографии "силуфо-л", (ЧССР, Хемапол).

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82, или аналогичная.

Камера для хлорирования.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 19391-63.

4. Отбор проб воздуха

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

5. Проведение измерения

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, помещают в коническую колбу и заливают 50 мл ацетона или метанола. Экстрагируют в течение ~ 3 часов. Экстракции повторяют дважды (т.е. 2 x 1,5 часа) и упаривают в вакууме водоструйного насоса при температуре воды в бане 40⁰С до объема ~ 1,0 мл, а затем при комнатной температуре полностью удаляют растворитель. Далее проводят определение ГЖК и ТСХ.

6. Метод газожидкостной хроматографии

К сухому остатку, полученному по п.5, прибавляют 15 мл буферного раствора pH=11. Колбочку закрывают притертой пробкой и проводят гидролиз в течение 60 мин на водяной бане при температуре 60⁰С. Затем колбу быстро охлаждают в ледяной бане. К реакционной смеси прибавляют 0,5 мл 1%-ного раствора 2,4-динитрофторбензола в ацетоне, закрывают пробкой и нагревают содержимое колбы на водяной бане при 60⁰С в течение 30 мин. Спустя 30 мин колбу с реакционной смесью охлаждают в ледяной бане, прибавляют 5 мл гексана и экстрагируют фуроттикарб в виде 2,4-динитропроизводного бензола. Экстракцию повторяют дважды. Раствор гексана (15 мл) используют для определения фуроттикарба (промета) методом ГЖК с ДЭЗ.

Одновременно с рабочей пробой получают производные из серии стандартных растворов, содержащих 0,02; 0,05; 0,1 и 1 нг. В хроматограф вводят по 3 мкл рабочей пробы и стандартов.

7. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф серии "Цвет" с ДЭЗ.

Колонка хроматографическая стеклянная 1 м, внутренний диаметр 3,5 мм.

Насадка 5% SE-30 на Хроматоне N-AW-DMCS.

Температура колонки - 215⁰С.

Температура испарителя - 250⁰С.

Температура детектора - 260⁰С.

Газ-носитель с расходом 65-70 мл/мин.

Вводимый объем - 3 мкл.

Шкала множителя - 20.10⁻¹².

Скорость диаграммной ленты - 240 мм/час.

Время удерживания - 4,0 мин.

Предел обнаружения - 0,02 нг.

Количественную оценку проводят методом соотношения со стандартом путем сравнения высоты пика пробы с высотой пика соответствующего стандартного раствора, высота пика которого наиболее близка высоте пика рабочей пробы.

8. Расчет концентрации

Расчет результатов анализа проводят по формуле:

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

X-содержание фуратиокарба (промета) в анализируемой пробе воздуха, мг/м³;

C-количество стандарта раствора фуратиокарба (в виде производного 2,4-динитробензола), введенного в хроматограф, мг;

H₁-высота пика стандартного раствора, мм;

H₂-высота пика пробы, мм;

V₁-общий объем пробы в виде производного 2,4-динитродензола, мл;

V₂-объем рабочей пробы и стандартного раствора в виде производного 2,4-динитробензола, введенного в хроматограф, мкл;

V₂₀-объем пробы воздуха в л, приведенный к стандартным условиям.

9. Метод ТСХ

К сухому остатку, полученному в п.5, пипеткой добавляют 0,5 мл гексана. Колбочку закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно обмывают растворителем. На пластинку "силуфол" с помощью микропипетки наносят 0,2 мл полученного раствора. Справа и слева от рабочей пробы таким же образом наносят по 0,2 мл из серии стандартных растворов фуратиокарба, содержащих 1, 2, 3...5 мкг в хроматографируемом объеме. Хроматограмму развивают в системе гексан:ацетон (3:2). После высушивания пластинку помещают на 1-2 мин в камеру с хлором, после чего пластинку оставляют на воздухе до исчезновения запаха хлора, а затем обрабатывают из пульверизатора 1%-ным раствором о-толидина в ацетоне. Фуратиокарб (промет) проявляется на хроматограмме в виде коричневых пятен на белом фоне с $R_f = 0,57 \pm 0,5$. Линейный диапазон детектирования 1-5 мкг.

Количественное определение проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен рабочей пробы и серии стандартов.

10. Расчет концентрации

Концентрацию фуратиокарба в воздухе (X) в мг/м³ вычисляют по формуле:

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

C—количество фуратиокарба, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

V—общий объем пробы в мл;

V₁—объем аликвоты рабочей пробы, нанесенной на пластинку, мл;

V₂—объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, мл.

11. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования при работе в химических лабораториях.

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.флэзифоп-бутил.
- Гексафлумурон 16,15(2).
- Глуфосинат аммоний 24,33,20(2).
- Диафентиурон 46,28(2).
- Диметоморф 53,34(2).
- Димиллин 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-нитродифенилазаметин см.азо-ксофор.
Неорон см.бромпропилат.
Нортрон см.этофумесат.
Онизид см.флказифоп бутил.
Пегас см.диафентиурон.
Пенконазол 71(2).
Пирасосульфурон-этил 104,77(2).
Потейтин 109.
Промет см.фуратиокарб.
Цума-супер см.феноксипроп-этил.
Санмайт 116,81(2).
Сириус см.пирасосульфурон-этил.
Скор см.дифенокназол.
Сонет см.гексафлмурон.
Суми-альфа см.эсфенвалерат.
Тальстар см.бифентрин.
Тирам 89.
Титус 123,128,87(2).
ТМГД см.тирам 89.
Топаз см.пенконазол.
Трамат см.этофумесат.
Узген см.беномил.
Фацет см.квинкслорак.
Феноксикарб 152,91(2).
Феноксапроп-этил 159,170,97(2).
Флказифоп 175.

Флэзифоп-бутил 175.
Фосфит алюминия 202,211.
Фузилат см. флэзифоп-бутил.
Фумаран см. кумафурил.
Фунгицид 1991 см. беномил.
Фундазол см. беномил.
Фурагиокарб 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. хлорфлуазурон.
ЦМЕ-51 см. диметоморф.
Чаптер см. ямазапир.
Эйм см. хлорфлуазурон.
Этамон 123(2).
Этофумесат 130(2)
Эфаль 202,211.
CGA 71818 см. пенконазол.
CGA 106630 см. диафентиурон.
CGA 112913 см. хлорфлуазурон.
DOWCO 473 см. гексафлмурон.
FMC 54800 см. бифентрин.
NC-11 см. пирazosульфурон.
OMS 3031 см. гексафлмурон.
XKD 473 см. гексафлмурон.
XOE 039866 см. глюфосинат аммония.
XOE 046360 см. феноксапроп-этил.