

**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 указатель134.

УТВЕРЖДЕНО

Министерством здравоохранения СССР

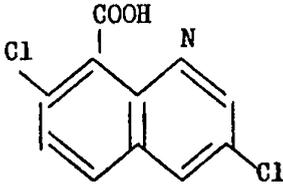
" 29 " июля 1991 г.

№ 6187-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ
КВИНКЛОРАКА (ФАЦЕТА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.

1. Краткая характеристика препарата

Квинклорак (фацет) — химическое название 3,7-дихлор-8-хинальдиновая кислота:



М.м. 242,1

$C_{10}H_5Cl_2NO_2$

Твердое вещество слегка желтоватого цвета, $T_{пл.} 269^{\circ}C$.

Давление паров при $20^{\circ}C < 1 \cdot 10^{-7}$ мбар = $0,9 \cdot 10^{-7}$ мм рт.ст.

Растворимость в 100 г растворителя при $20^{\circ}C$

H_2O — $6,2 \cdot 10^{-3}$

этиловый спирт — 0,2

ацетонитрил — 0,1

ацетон — 0,2

этилацетат — 0,1

LD_{50} для крыс = 2680 мг/кг.

В воздухе рабочей зоны может находиться в виде аэрозоля.

ОБУВ квинклорака (фацета) в воздухе рабочей зоны 1 мг/м^3 .

2. Характеристика метода

Метод основан на извлечении квинклорака из пробы органическим растворителем с последующим определением методом газожидкостной хроматографии в виде метилпроизводного.

Разработчики: Мурашко С.В., Щербакова И.П., Киев

Отбор проб воздуха производится с концентрированием (бумажные беззолые фильтры "синяя лента").

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1 нг.

Предел измерения в воздухе (при отборе 100л воздуха) $-0,05 \text{ мг/м}^3$.

Диапазон измеряемых концентраций $0,05 \text{ мг/м}^3 - 6 \text{ мг/м}^3$.

Граница суммарной погрешности измерения $\pm 16,4\%$.

3. Реактивы, растворы и материалы

Ацетон, ос.ч., ТУ 6-09-3513-86.

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-09-4263-76.

Метанол, х.ч., ГОСТ 6995-77.

Кали едкое, ч., ГОСТ 9285-78.

Гидразин гидрат, чда.

Диэтиловый эфир, х.ч., ГОСТ 6262-79.

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

Неподвижная фаза 3% OV-17 на хроматоне N AW-DMCS (0,16-0,20 мм).

Фацет (ВАСФ) -250 мг/л (эмульсия).

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

Основной стандартный раствор (ОСР) фацет с концентрацией 100 мг/мл готовят взятием навески 40 мг (0,040г) эмульсии, содержащей 250 мг/л фацета и растворением в ацетоне в мерной колбе емкостью 100 мл. Хранить в холодильнике 2 месяца.

Рабочие стандартные растворы с содержанием 2 мкг/мл 1 мкг/мл, 0,5 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением ОСР ацетоном. Хранить в холодильнике.

4. Приборы, аппаратура и посуда

Газовый хроматограф серии "Цвет" с детектором ДПР.

Колонка стеклянная длиной 1 м, диаметром 3,5 мм.

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

Колбы грушевидные (круглодонные) емкостью 500 мл, 250 мл, 100 мл
50 мл ОКШ 500-29/50-14, ГОСТ 10384-72.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 50, 100 мл.

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

Аппарат для встряхивания.

Колбы конические, ГОСТ 25336-82, вместимостью 250 мл, 100 мл.

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

Микрошприц на 10 мкл, МШ-10, ТУ СБ-2.833.024.

Прибор для получения диазометана (рис.1), посуда по ГОСТ 25336-82:

- колба круглодонная трехгорлая, емкостью 500 мл на шлифах (реакци-
онный сосуд);

- холодильник Либиха на шлифах;

- делительная воронка на шлифах;

- П-образный переходник на шлифах;

- капилляр.

5. Отбор проб воздуха

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

6. Проведение измерения

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, помещают в коническую колбу
и закрывают 50 мл ацетона. Экстрагируют в течение 1 часа. Экстракцию пов-
торяют дважды, отфильтровывают. Объединенный экстракт упаривают в ва-
кууме водоструйного насоса досуха. К сухому остатку прибавляют 2 мл

эфирного раствора диазометана, выдерживают 20 минут при необходимости прибавляют еще 2 мл эфирного раствора диазометана. Эфир упаривают, остаток растворяют в 10 мл ацетона и хроматографируют.

7. Подготовка к измерению

Работа с диазометаном должна проводиться в вытяжном шкафу вследствие его токсичности и раздражающего действия. При работе использовать индивидуальные средства защиты: перчатки, очки.

В реактор, снабженный обратным холодильником, капельной воронкой, газоотводной трубкой и трубкой для подачи азота (см. рис.1) помещают 6 г едкого кали, 3 мл метанола и 3 мл гидразин гидрата. Через смесь продувают азот с расходом -100 мл/мин и прикапывают хлороформ из капельной воронки со скоростью 1 капля за 1-2 с. Получаемый указанным способом диазометаном насыщают диэтиловый эфир.

После окончания реакции прекращают прикапывать хлороформ, отключают азот, остатки в реакционной колбе заливают водой, тщательно промывают водой все остальные части прибора.

8. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф серии "Цвет" с детектором ДПР.

Колонка хроматографическая стеклянная длиной 1 м, диаметром 3,5 мм.

Неподвижная фаза 3% OV-17 на хроматоне N-AW-DMCS.

Температура колонки - 190⁰С.

Температура испарителя - 250⁰С.

Газ-носитель - азот с расходом 65-70 мл/мин.

Вводимый объем - 2 мкл.

Шкала множителя - 20.10⁻¹².

Скорость диаграммной ленты - 240⁰С.

Время удерживания - 6.5 мин.

Предел определения - 1 нг.

9. Расчет концентрации

Количественную оценку проводят методом соотношения со стандартом по высоте пика.

Концентрацию препарата в $\text{мг}/\text{м}^3$ (X) в воздухе вычисляют по формуле:

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

C - количество препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

H_1 - высота пика препарата в стандартном растворе, мм;

H_2 - высота пика препарата в анализируемом растворе, мм;

V - объем раствора пробы, введенный в хроматограф, мл;

V_1 - общий объем раствора пробы, мл;

V_2 - объем раствора стандарта, введенный в хроматограф, мл;

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

10. Требования 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.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-нитродифенилазаметан 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.