

**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 (ли- 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.

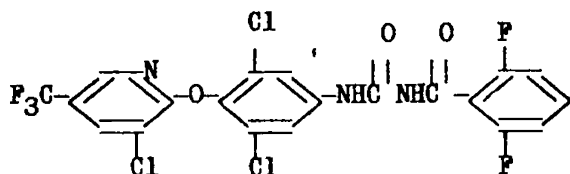
№ 6144-91, 29.07.1991.....97.

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 1991г.
 № 6218-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ХЛОРФЛУАЗУРОНА (ЭИМ) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

1. Краткая характеристика препарата:



$C_{20}H_9Cl_3F_5N_3O_3$
 М.м. 540,66

Хлорфлуазурон (ЭИМ (ЦГА 112913)): действующее начало - 4-(3-хлор-5-трифлуорометил-2-пиридинил-окси)-3,5-дихлорфенил-аминокарбонил-2,6-дифторбензамид) - белый кристаллический порошок без запаха. Температура плавления с разложением $228^{\circ}C$. Растворимость в воде при $20^{\circ}C$ не более 10 мг/л, слабо растворяется в гексане, хлористом метиле, бензоле, хорошо растворим в ацетонитриле.

ЭИМ эффективен против гусениц, чешуекрылых и личинок жесткокрылых. Рекомендуется как средство защиты хлопчатника, овощных культур и картофеля.

Кишечное действие препарата более выражено, чем контактное. ЭИМ малотоксичен для млекопитающих. Острая оральная токсичность LD_{50} для мышей выше 7000 мг/кг, острая дермальная токсичность LD_{50} для крыс 2000 мг/кг.

Агрегатное состояние - аэрозоль.

ОБУВ в/ма в воздухе рабочей зоны 0,25 мг/м³

Разработчики: Перцовский А.Л., Марусич Н.И., Левашук Н.П., БелНИСГИ, Минск

2. Характеристика метода

Определение основано на хроматографировании анализируемого соединения методом жидкостной хроматографии с УФ-детектором при 250 нм или газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов.

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

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 2 нг.

Предел измерения в воздухе $-0,01 \text{ мг/м}^3$ (ЖХ), $0,1 \text{ мг/м}^3$ (ГЖХ) при отборе 10 л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций $0,01-1 \text{ мг/м}^3$ (ЖХ), $0,1-1,0 \text{ мг/м}^3$ (ГЖХ).

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности измерения $\pm 15\%$.

3. Реактивы, растворы, материалы

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79.

Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76.

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-7678-77.

Стандартный раствор ЭЙМ в ацетонитриле с концентрацией 100 мкг/мл.

Рабочие стандартные растворы ЭЙМ -10,0(а);1,0(б);0,1(в) мкг/мл готовят разведением основного стандартного раствора (ОСР) ацетонитрилом:

- а) 1мл ОСР до 10 мл ацетонитрилом;
- б) 1 мл раствора "а" до 10 мл ацетонитрилом;
- в) 1 мл раствора "б" до 10 мл ацетонитрилом;

Рабочие стандартные растворы "а" и "б" хранят в холодильнике не более 1 месяца, раствор "в" не более 5 дней.

К методу ЖХ

Силасорб C_{18} 5 мкм.

Водный раствор HCl-0,1%.

Ацетонитрил, х.ч., ТУ 6-09-39^{3/}87.

К методу ГЖХ

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74.

Хроматон-N-супер (0,125-0,160 мм), с 3% OV-210.

4. Приборы, аппаратура, посуда

Жидкостный хроматограф советского производства "Миллихром" со спектрофотометрическим детектором или газовый хроматограф с детектором по захвату электронов.

Прибор для отгонки растворителей (ротационный вакуумный испаритель типа ИР-1М, ТУ 25-11-917-76.

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

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

Колбы грушевидные, ОКШ 50-14/23ТО, ГОСТ 25336-82, вместимостью 30 мл.

Колонка стеклянная хроматографическая длиной 1 м, диаметр 3 мм.

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

Микрошприц на 10 мкл, МШ-10, ТУ Е-2. 833.024.

5. Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют в течение 10 минут через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента".

Срок хранения проб в холодильнике не более 3 дней.

6. Проведение измерения

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона. Экстрагируют дважды. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия и сливают в колбу для отгонки растворителя, упаривают досуха. Остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила и хроматографируют.

Метод ВЭЖХ

Хроматограф жидкостной "Миллихром".

Длина волны 254 нм.

Микроколонка 65 x 2.

Насадка колонки Силасорб С₁₈, 5 мкм (ЧФСР).

Элюент: ацетонитрил + водный раствор HCl (0,1%) в объемном соотношении 70:30.

Скорость элюирования 200 мкл/мин.

Поддиапазон чувствительности 0,2 А.

Вводимый объем 20 мкл.

Минимально детектируемое количество 2 нг.

Метод ГЖХ

Носитель - хроматон-N-супер (0,125-0,160 мм).

Неподвижная фаза 3% OV-210.

Колонка стеклянная 1 м.

Скорость газа-носителя (азота) 50 мл/мин.

Температура колонки 220⁰С.

Температура испарителя 250⁰С.

Температура детектора 230⁰С.

Вводимый объем 2 мкл.

Линейный диапазон детектирования 2-20 нг.

Минимально детектируемое количество 2 нг.

При хроматографировании в прибор вводят последовательно по 2 мкл серии стандартных растворов, содержащих 2,5,10,20 нг препарата, а затем такой же объем пробы.

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

7. Расчет концентрации

Расчет результатов анализа проводят по следующей формуле:

$$X = \frac{C \cdot H \cdot V_1}{H_{ст} \cdot V \cdot V_2}, \text{ где}$$

X—содержание ЭИМ в пробе, мг/м³;

C—количество препарата в хроматографируемом объеме стандартного раствора, нг;

H_{ст}—высота пика стандартного раствора, мм;

H—высота пика пробы, мм;

V₁—общий объем анализируемого экстракта, мл;

V—хроматографируемый объем пробы, мкл;

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

8. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования при работе в химических лабораториях 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-нитродифенилазаметин см.азо-ксофор.
Неорон см.бромпропилат.
Нортрон см.этофумесат.
Онизид см.флвизиФоп бутил.
Пегас см.диафентиурон.
Пенконазол 71(2).
Пиразосульфурон-этил 104,77(2).
Потейтин 109.
Промет см.фуратиокарб.
Цума-супер см.феноксипроп-этил.
Санмайт 116,81(2).
Сириус см.пиразосульфурон-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).
ФлвизиФоп 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. гексафлормурон.
FMC 54800 см. бифентрин.
NC-11 см. пирazosульфурон.
OMS 3031 см. гексафлормурон.
XKD 473 см. гексафлормурон.
XOE 039866 см. глюфосинат аммония.
XOE 046360 см. феноксапроп-этил.