ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XIУ-я

Москва - 1984

gost.e-ecolog.ru

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР.

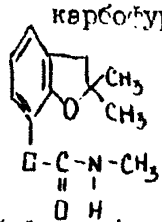
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А.Калинина (секретарь), М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Хохолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"Утверждаю"
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И.Звиченко
"24" августа 1983 г.
№ 2870-83

Методические указания по хроматографическому измерению концентраций карбофурана в воздухе рабочей зоны



М.м. 221,3

Карбофуран (синоним - фуradан, действующее начало - 2,3-дигидро-2,2-диметил-7-бензофуранил N-метилкарбамат) - белое кристаллическое вещество с Т.пл. 150-152°С, в 100г воды растворяется 70мг. Растворимость при 25°С % масс.: в ацетоне - 15, ацетонитриле - 14, хлористом метилене - 12, этаноле - 4. Упругость пара 2.10^{-5}мм рт.ст. при 33°С. Выпускается в виде 75%-ного смачивающегося порошка, 5- и 10%-ных гранулированных препаратов. При применении может находится в воздухе в виде паров. $ЛД_{50}$(по д.в.) крысы самцы - 18,8мг/кг.

1.Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании карбофурана в тонком слое силикагеля с последующим обнаружении зоны локализации препарата по реакции азосочетания продуктов щелочного гидролиза с п-нитрофенилдиазонием.

2. Отбор проб проводился с концентрированием(активированный уголь).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-0,5мкг.

4. Предел измерения в воздухе-0,025мг/м^3(при отборе 20л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,025-1,0мг/м^3.

6. Определению не мешают другие карбаматы и метаболиты карбофурана.

7. Граница суммарной погрешности измерения-$\pm$13-14%.

8. Предельно допустимая концентрация карбофурана в воздухе рабочей зоны – 0,05мг/м^3.

II. Реактивы, растворы и материалы

Карбофуран, х.ч.(фирма ФМС или полученный очисткой технического препарата).

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Этилацетат, ч.д.а., ГОСТ 22300-76

Спирт этиловый, 96%-ный, ГОСТ 5963-67

Эфир диэтиловый (медицинский для наркоза), ГОСТ 6265-74

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-09-4263-76

Кислота соляная конц., х.ч., ГОСТ 3118-77, 0,1N раствор

п-нитроанилин, ч.д.а., ТУ 6-09-258-77

Натрий азотистокислый, х.ч., ГОСТ 4197-74, 0,5%-ный раствор

Кали едкое, техн, ГОСТ 9285-78

Уголь активированный марки БАУ или КСТ, ГОСТ 611 752. Для одной пробы достаточно около 1,0г сорбента.

Вата медицинская обезжиренная

Подвижная фаза: бензол-этилацетат (13:7)

Проявляющий реактив №1. 15%-ный раствор едкого кали в спиртово-водном растворе (15г едкого калия растворяют в смеси 60мл этанола и 40мл воды).

Проявляющий реактив №2. 1) 0,02%-ный раствор п-нитроанилина в 0,1N соляной кислоте. 2) 0,5%-ный раствор азотистокислого натрия. Непосредственно перед анализом растворы 1 и 2 смешивают в соотношении 10:1.

Стандартный раствор карбофурана в диэтиловом эфире концентрации 100мкг/мл. Препарат устойчив в течение 2-х недель при хранении в холодильнике.

Получение химически чистого карбофурана из технического препарата. 15-30г 5-10%-ного гранулированного карбофурана растворяют в 10-15мл ацетона. Хорошо перемешивают в течение 5 минут. Отделяют экстракт от твердых частиц. В жидкость доливают 30мл дистиллированной воды, при этом выпадают белые кристаллы препарата. На воронке Бунзена отмывают кристаллы 100мл воды, добавляя воду порциями по 25мл. Проверяют чистоту очистки по температуре плавления, а также по значению Rf

карбофурана. Выход химически чистого препарата около 60%.

Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устройство

Аспиратель ротационный АР-1М ТУ 23-11-917-74

Денситометр "ЕМАН-170"

Стеклянная гофрированная трубка. Длина трубки 70мм, внутренний диаметр 12мм. Заполненную активированным углем трубку, закрывают с обеих концов обезжиренной ватой. Для транспортировки и хранения проб оба конца стеклянной трубки закрывают резиновыми трубками со стеклянными заглушками.

Колбы грушевидные для отгонки растворители, ГОСТ 18394-72

Шприц медицинский емкостью 1мл, микропипетка или стеклянный капилляр

Хроматографическая камера

Пульверизаторы стеклянные

Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол" производства ЧССР размером 150х150мм

IУ. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух аспирируют через два последовательно соединенных гофрированных трубки, заполненные активированным углем, со скоростью 1л/мин в течение 20 минут. Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 10л. Пробы можно хранить в течение месяца в холодильнике.

У. Условия анализа

Адсорбированные активированным углем пары карбофурана извлекают смесью хлороформа с диэтиловым эфиром (2:1). Для этого к гофрированной стеклянной трубке присоединяют воронку. Для промывки угля требуется 12-14мл смеси. Воронку присоединяют к тому концу трубки, который был соединен с аспиратором. Промывают сорбент порциями дважды по 6-7мл растворителя. Объединенный экстракт сливают в отгонную колбу и упаривают на водяной бане при температуре 50°С до объема 0,2-0,3мл. Концентрированный экстракт при помощи стеклянного капилляра количественно наносят на хроматографическую пластинку. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см микропипеткой наносят отмеренные объемы стандартных растворов карбофурана от 0,5 до 20мкг. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда предварительно за 3-5 минут, наливают подвижный растворитель

бензол-этилацетат (13:7). После того, как подвижный растворитель поднимется на 10см, пластинку вынимают и высушивают на воздухе до полного испарения следов растворителя. Пластинки опрыскивают проявляющими реактивами №1 и через 2-3 минуты - реактивом №2.

При наличии в пробе карбофурана на пластинке проявляется окрашенное пятно сиреневого цвета со значением R_f 0,63. Окраска пятна устойчива в течение 1,5 месяца.

Количественное определение карбофурана проводят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятна пробы с интенсивностью пятен стандартной шкалы, а также путем фотометрирования хроматограммы карбофурана на денситометре "ВИАН 170" при зеленом светофильтре (530-540нм) и скорости движения диаграммной ленты 30мм/мин. В этом случае концентрацию вещества в интервале 0,5-20мкг определяют по калибровочному графику, где наблюдается прямая зависимость $S_{мм^2} = C(мкг)$.

Концентрацию карбофурана (X) в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле

$$X = \frac{y}{V_{20}}$$, где:

y - количество карбофурана, найденное в пробе, мкг;

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

VI. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях. Выполнять меры предосторожности с карбофураном, как с препаратом, относящимся к группе СДЯВ.

VII. Разработчик.

Оськина Валентина Николаевна

Киевский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примипида	8
Алара	I3
Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлорфенилаланина	I7
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦГ, фенмедедифама, ленацила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Диквата	93
Зоокумарина	97
Карбофурана	I00
Крочетона	I04
Менида и 3-хлор-4-метиланилина	I08
Метазина и компонентов гербицидной смеси "карагард"	II3
Митака	II8
Офунака	I24
Пиктрана	I28
Ратиндана	I32
Раундана	I38
Ровраля	I43
Розалина	I48
Синтетических пиретроидов (амбуш, децис, рипкорд, сумицидин)	I54
Стомпа	I6I

стр.

Сумилекса 166
Томилона 173
Триморфамида 180
Фекама-трибуфона 186
Фталана 192
Препарата 242 и металлилхлорида (МХ) 200
Хостаквика 206
Эдила 210

II. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Хлорорганические пестициды

Методические указания по определению остаточных количеств гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом 218

Фосфорорганические пестициды

Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах животного происхождения методом тонкослойной хроматографии 218

Методические указания по определению метафоса, фосфамида и хлорофоса в сушеных овощах и плодах (картофель, морковь, петрушка, яблоки, груши, слива) методами тонкослойной и газо-жидкостной хроматографии 223

Временные методические указания по определению метилнитрофоса, фенитрооксона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией 241

Методические указания по определению трихлорметафоса-3 и его метаболитов в биоматериале методом газо-жидкостной хроматографии 252

Азотосодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению буторакбокоима в почве, воде и растительном материале 260

Методические указания по определению ,ІМК-Na, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла). . 267

Временные методические указания по определению лонтрела в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии 275

Временные методические указания по определению паарлана методом газо-жидкостной хроматографии в почве, табаке и в табачном дыме 285

Временные методические указания по определению розалина в растительных объектах, воде и почве хромато-спектрофотометрическим методом 296

Методические указания по определению трефлана в воде, почве, томатах и капусте методом УФ-спектрофотометрии с использованием тонкослойной хроматографии 305

Методические указания по фотометрическому определению эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве 311

Методические указания по определению остаточных количеств цинеба в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом 317

Биопрепараты

Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирин-диприона на растительных объектах ИФ-методом 325

Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. .331

gost.e-ecolog.ru