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.

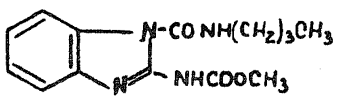
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

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 врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"24" августа 1983 г.
№2856-83

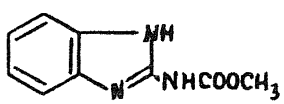
ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по хроматографическому и хроматоспектрофотометрическому измерению концентраций беномила и БМК
в воздухе рабочей зоны



М.м. 290,32

Беномил (синоним- бенлат, действующее начало – *N*-(1-бутилкарбамоилбензимидазолил-2)-О-метилкарбамат) – бесцветные или слегка кремовые кристаллы, Т.пл. 290°(разлагается у точки плавления). Растворим в эфире, бензоле, толуоле. Практически не летуч при комнатной температуре.

Агрегатное состояние в воздухе-аэрозоль.



М.м. 191,19

БМК (карбендазим, действующее начало – *N*-(бензимидазолил-2)-О-метилкарбамат) – кристаллическое вещество от серого или голубого до темно-коричневого цвета, Т.пл. 307-312°С. Плохо растворим в ацетоне, хлористом метилене, хлороформе. Растворим в этил ацетате, диметилформамиде, уксусной кислоте. Агрегатное состоя-

ние в воздухе-аэрозоль.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании препаратов в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зон локализации: беномила - по свечению в УФ-свете на хроматоскопе (254нм) БМК - путем обработки смесью растворов Na_2CO_3 и $KMnO_4$; беномила и БМК - путем измерения светопоглощения растворов препаратов при длине волны 243 и 282 нм, соответственно.

2. Отбор проб производится с концентрированием (фильтр АФА-ВП-20)

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-3 мкг

4. Предел измерения в воздухе-0,5 мг/м^3 (при отборе 6 литров воздуха).

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

6. Определению не мешают: ГХЦГ, ДДД, ДДТ, рогор, антио, базудин.

7. Граница суммарной погрешности измерения-$\pm$ I4%

8. Ориентировочный безопасный уровень воздействия в воздухе беномила и БМК I мг/м^3 (расчетный).

II. Реактивы, растворы, материалы

Беномил

БМК.

Спирт метиловый, х.ч., ГОСТ 6995-77, перегнанный, б/в. (На I литр метилового спирта добавляют 5 г магниевой стружки и, после окончания реакции, кипятят 2-3 часа с обратным холодильником, а затем метанол отгоняют).

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75, перегнанный, б/в (обезвоживают

азеотропной перегонкой и первые 10% дистиллята отбрасывают).

Спирт бутиловый нормальный, ч.д.а. ГОСТ 6006-78

Уксусная кислота, о.с.ч., ГОСТ 18270-72

Натрий углекислый, ГОСТ 84-76, 5%-ный раствор

Калий марганцовокислый, х.ч., ГОСТ 20490-75, 1%-ный водный раство

Хроматографические пластинки "Силуфол" (ЧССР), 150 х 150 мм

Силикагель марки КСК, фракция 0,16 мм, обработанный минеральными кислотами и проактивированный

Фильтры АФА-ВП-20

Подвижная фаза: бензол-бутанол (9:1)

Проявляющий реактив: смесь равных объемов 5% водного раствора Na_2CO_3 и 1%-ного водного раствора перманганата калия. Реактив устойчив в течение суток.

Стандартный раствор беномила в метаноле концентрации 100 мкг/мл; готовят растворением 10 мг беномила х.ч. в сухом метаноле в мерной колбе на 100 мл. Раствор устойчив в течение одного месяца при хранении в холодильнике в темной посуде.

Стандартный раствор БМК в уксусной кислоте концентрации 100 мкг/мл, готовят растворением 10 мг БМК х.ч. в уксусной кислоте в мерной колбе на 100 мл. Раствор устойчив в течение 2-х месяцев при хранении в холодильнике.

IУ. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

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

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 10, 25, 50 и 100 мл

Баня водяная, ТУ 64.1-2850-76

Стеклянные пластинки для хроматографии размером 13 х 13 мм

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Колбы с притертыми пробками, ГОСТ 10394-63

Пробирки с притертыми пробками, ГОСТ 10515-63

Туберкулиновые шприцы

Пипетки, ГОСТ 20292-74 на 1, 2, 5, 10 мл с ценой деления соответственно 0,01: 0,02: 0,05 и 0,1 мл

Микропипетки, ГОСТ 1770-74 на 0,2 мл с ценой деления 0,01мл

Механический встряхиватель, ТУ 64-1-2451-72

Спектрофотометр СФ-16

Хроматоскоп (λ =253,7 нм) ОСТ 377

Приготовление пластинок для хроматографии с закрепленным слоем силикагеля КСК: стеклянные пластинки 13 х 13 мм тщательно промывают содой и дистиллированной водой, просушивают. Сорбент готовят смешиванием 0,5 г гипса, 20 гр силикагеля и 60 мл дистиллированной воды в ступке. Пестиком растирают до однородной массы. На каждую пластинку наливают 1-2 чайные ложки, распределяют массу равномерным покачиванием. Сушат при комнатной температуре, хранят в эксикаторе.

IУ. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух протягивают через фильтры АФА-ВП-20 со скоростью 5 л/мин. Для определения 1/2 ОБУВ беномила и БМК следует отобрать 6 л воздуха. Срок хранения проб - 2 суток.

У. Условия анализа

I.Беномил. Фильтр помещают в колбу с притертой пробкой, заливают 20 мл безводного метанола и проводят экстракцию в течение 30 мин на механическом встряхивателе. Метанол сливают, а экстракцию фильтра повторяют еще дважды по I0 мл в течение I0 минут. Все экстракты объединяют, фильтруют, промывают фильтр I0 мл метанола и выпаривают до 0,2 мл на ротационном испарителе под вакуумом. Остаток анализируют двояко: I. Раствор пробы количественного наносят на хроматографическую пластинку "Силуфол" так, чтобы диаметр пятна не превышал 0,5 см. Справа и слева от пробы наносят стандартный раствор беномила, содержащий 3, 5, I0, 20 мкг препарата. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за I0 минут до хроматографирования была налита подвижная фаза бензол-бутанол (9:I). Край пластинки должен быть погружен в растворитель не более чем на 0,5 см. После поднятия фронта растворителя на высоту I4 см пластинку из камеры вынимают, оставляют на воздухе до полного испарения растворителей. Затем проявляют на хроматоскопе при λ_{max}= 253 нм. Беномил проявляется в виде пятен овальной формы желтого цвета с R_f =0,5 ± 0,002. Количественное определение проводится визуально по интенсивности окрашивания и площади пятен стандартных растворов и пробы.

2. Стеклянную хроматографическую пластинку делят по длине на четыре параллельные полосы. На первую и вторую полосу наносят в виде сплошной линии метанольный раствор пробы на беномил, стенки колбы ополаскивают небольшими порциями метанола и наносят туда же. На четвертую полосу наносят стандартный раствор беноми-

ла, содержащий 10 мкг препарата. Пластинку помещают в камеру в которую за 20-30 минут до хроматографирования наливают смесь растворителей бензол-бутанол (9:1). Когда фронт растворителей достигнет высоты 12 см, пластинку вынимают из камеры и после удаления следов растворителей закрывают первую, вторую и третью полосу пластинки темной бумагой, а четвертую полосу проявляют в УФ-свете, λ_{max}=253,7 нм. По проявленной зоне отмечают участки силикагеля на первой и второй полосах, снимают участки с беномилом в колбу емкостью 50 мл и элюируют 4 мл безводного метанола при встряхивании в течение 1 часа. Аналогичным образом элюируют и зону чистого силикагеля - третью полосу пластинки. Силикагель отфильтровывают и измеряют оптическую плотность элюата при 243 нм.

Количество беномила в растворе пробы определяют по калибровочному графику или путем сравнения оптических плотностей стандартного и испытуемого растворов. Для построения калибровочного графика в ряде мерных колб готовят стандартные растворы х.ч. беномила концентрации 1, 2, 5, 10, 15, 20 мкг/мл. Измеряют оптическую плотность растворов при 243 нм и строят калибровочный график $Д = f(C)$, где С - концентрация беномила.

БМК. Фильтр помещают в колбу с притертой пробкой, заливают 10 мл уксусной кислоты и проводят экстракцию в течение 30 минут на механическом встряхивателе. Уксусную кислоту сливают и экстракцию с фильтра проводят еще дважды. Раствор объединяют, фильтруют, промывают фильтр 5 мл уксусной кислоты. Полученный раствор проб анализируют двояко:

I. Раствор пробы упаривают на ротационном вакуумном испарителе до 0,2 мл. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку "Силуфол" так, чтобы диаметр нанесенного пятна не превышал 0,5 см. Слева и справа от пятна пробы наносят стандартный раствор БМК, содержащий 3, 5, I0, 20 мкг препарата. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за I0 мин до хроматографирования была налита подвижная фаза бензол-бутанол (9:I). После подъема фронта подвижной фазы на I4 см пластинку вынимают, оставляют на воздухе до полного испарения растворителей. Затем пластинку обрабатывают проявляющим реагентом-смесью растворов Na_2CO_3 и $KMnO_4$. БМК проявляется в виде желтого пятна на розово-малиновом фоне с $Rf=0,25\pm0,02$. Количественную оценку содержания БМК в пробе проводят по интенсивности окрашивания и площади пятен стандартных растворов и пробы.

2. Раствор пробы на БМК упаривают на ротационном испарителе до объема 0,2 мл, остаток растворителя удаляют на воздухе. Содержимое колбы, после отгонки растворителя, растворяют в безводном метиловом спирте.

Стеклянную хроматографическую пластинку делят по длине на четыре параллельные полосы. Дальнейшие процедуры проводят аналогично анализу № 2 раствора пробы на беномил. Оптическую плотность элюатов измеряют при 282 нм. Соответственно, и калибровочный график строят для 282 нм.

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

$$X = \frac{q}{V_{20}}, \text{ где}$$

a – количество препарата найденное в анализируемой пробе, мкг

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

УП. Требования безопасности

Соблюдать общие правила по технике безопасности, необходимые при работе с химическими реактивами и пестицидами.

УII. Разработчики

Хакимова Н.К., Маджидов У.А.

Узбекский НИИ санитарии, гигиены 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