

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 XIV-я

Москва - 1984

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. Хохоль-
кова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"Утверждаю"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

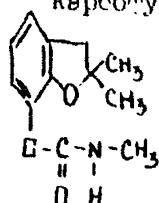
"24" августа

А.И.Зайченко

1983 г.

"2870-83"

Методические указания
по хроматографическому измерению концентраций
карбофурана в воздухе рабочей зоны



М.м. 221,3

Карбофуран (синоним - фуранан, действующее начало - 2,3-дигидро-2,2-диметил-7-бензофуранил N-метилкарбамат) - белое кристаллическое вещество с Т.пл. 150-152°C, в 100г воды растворяется 70мг. Растворимость при 25°C % масс.: в ацетоне - 15, ацетонитриле - 14, хлористом метиле - 12, этаноле - 4. Упругость пара $2 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст. при 33°C. Выпускается в виде 75%-ного смачиваемого порошка, 5- и 10%-ных гранулированных препаратов. При применении может находиться в воздухе в виде паров. ЛД₅₀ (по д.в.) крысы белой - 18,8 мг/кг.

1. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании карбофурана в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением 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 - 0,5 мкг.

4. Предел измерения в воздухе - 0,025 мг/м³ (при отборе 20 л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций - 0,025 - 1,0 мг/м³.

6. Определению не мешают другие карбаматы и метаболиты карбофурана.

7. Граница суммарной погрешности измерения - ±13-16%.

8. Предельно допустимая концентрация карбофурана в воздухе рабочей зоны — $0,05 \text{ мг/м}^3$.

II. Реактивы, растворы и материалы

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

Ацетон, ч.д.в., ГОСТ 2603-79

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Этилацетат, ч.д.в., 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, 0,1M раствор п-нитроанилина, ч.д.в., 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 кали 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 100 мкг/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 Бунаева отмывают кристаллы 100мл воды, добавляя воду порциями по 25мл. Проверяют чистоту очистки по температуре плавления, а также по значению R_f

карбофурана. Выход химически чистого препарата около 60%.

Е. Приборы и посуда

Аспирационное устройство

Чспиритель ротационный ИР-1М ТУ '23-11-917-74

Денситометр "ЕИАИ-170"

Стеклопаяная гофрированная трубка. Длина трубки 70 см, внутренний диаметр 12 мм. 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 растворителя, ГОСТ 18394-74

Шприц медицинский емкостью 1 мл, микропипетка или стеклянный капилляр

Хроматографическая камера

Пульверизаторы стеклянные

Пластины для тонкослойной хроматографии "Силуфол" производства ЧССР размером 150х150 мм

IV. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух аспирируют через два последовательно соединенных гофрированных трубки, заполненные активированным углем, со скоростью 1 л/мин в течение 20 минут. Для определения 1/2 ПД₅₀ следует отобрать 10 л. Пробу можно хранить в течение месяцев в холодильнике.

V. 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 12-14 мл смеси. Воронку присоединяют к тому концу трубки, который был соединен с аспиратором. Промывают сорбент порциями дважды по 6-8 мл растворителя. Объемный экстракт сливают в отгонную колбу и упаривают на водной бане при температуре 50°C до объема 0,2-0,5 мл. 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 20 мкг. 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 10 см, 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 "БИАН 170" при зеленом светофильтре (530-540 нм) и скорости движения диаграммной ленты 30 мм/мин. В этом случае концентрацию вещества в интервале 0,5-20 мкг определяют по калибровочному графику, где наблюдается прямая зависимость $S_{\text{мг}}^2 = C(\text{мкг})$.

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

$$X = \frac{y}{V_{\text{до}}}, \text{ где:}$$

y - количество карбофурана, найденное в пробе, мкг;

$V_{\text{до}}$ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

У1. 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.

Осыкина Валентина Николаевна

Киевский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний.

СО 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	13
Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлор- фенилаланина	17
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбосима	59
Гидрела	63
ГМК-На	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, фенмедетифама, ленашила, фосфамида и пиразона	77
Дигидгела	89
Диквата	93
Зоокумапина	97
Карбофурана	100
Крочетона	104
Менида и 3-хлор-4-метиленилина	108
Метазина и компонентов гибридной смеси "карагард"	113
Мятака	118
Офунака	124
Пликтрана	128
Ратпидана	132
Раундана	138
Ровраля	143
Розалина	148
Синтетических пиретроидов (амбуш, депис, рипкорд, сумицидин)	154
Стомпа	161

	стр.
Сумилекса	166
Томиллона	173
Триморфамида	180
Фекама-трибуфона	186
Фталана	192
Препарата 242 . . . и металилхлорида (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	213
--	-----

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, фенилтрооксона 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
---	-----

Азотоудержающие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению буторахлорима в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению ИМК-На, 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 паварлана 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 эдिला в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинабеа в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом	317

Биопрепараты

Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вириин-диприона на растительных объектах ИФ-методом	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вириин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. .	331