

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

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 врача СССР

А. И. ЗАМЧЕНКО

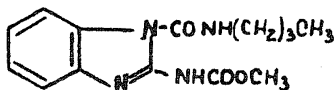
" 24 августа 1983 г.

№ 2856-83

ВРЕМЕННЫЕ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

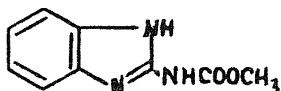
по хроматографическому и хроматоспектрофотометрическому измерению концентрации беномила и БМК в воздухе рабочей зоны



И.м. 290,32

Беномил (синоним- бенлат, действующее начало - *N*-(1-бутилкарбамоилбензимидазол-2)-0-метилкарбамат) - бесцветные или слегка красноватые кристаллы, Т.пл. 290° (разлагается у точки плавления). Растворим в эфире, бензоле, толуоле. Практически не летуч при комнатной температуре.

Агрегатное состояние в воздухе-аэрозоль.



И.м. 191,19

БМК (карбендазим, действующее начало - *N*-(бензимидазол-2)-0-метилкарбамат) - кристаллическое вещество от серого или голубого до темно-коричневого цвета, Т.пл. 307-312°C. Плохо растворим в ацетоне, хлористом метиле, хлороформе. Растворим в этил ацетате, диметилформамиде, уксусной кислоте. Агрегатное состоя-

ние в воздухе-аэрозоль.

I. Характеристика метода

1. 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 ; бенамила и БМК - путем измерения светопоглощения растворов препаратов при длине волны 243 и 282 нм, соответственно.

2. Отбор проб производится с концентрированием (фильтр АВА-ВЛ-20)
3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-3 мкг
4. Предел измерения в воздухе-0,5 мг/м³ (при отборе 6 литров воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций-0,5-3,3 мг/м³
6. Определению не мешают: ГХЦГ, ДДТ, ДДТ, рогор, анто, ба-зудин.
7. Граница суммарной погрешности измерения- $\pm 14\%$
8. Ориентировочный безопасный уровень воздействия в воздухе беномила и БМК 1 мг/м³ (расчетный).

II. Реактивы, растворы, материалы

Беномил

БМК.

Спирт метиловый, х.ч., ГОСТ 6995-77, перегнанный, б/в. (На 1 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.в. ГОСТ 6066-78

Уксусная кислота, ж.с.ч., ГОСТ 18290-72

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

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

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

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

Фильтры АФА-ВН-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.

IV. 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

Стеклопластинки для хроматографии размером 13 x 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 0,01 мл

Механический встряхиватель, ТУ 64-1-2451-72

Спектрофотометр СФ-16

Хроматоскоп ($\lambda = 253,7$ нм) ФЛТ 377

Приготовление пластинок для хроматографии с закрепленным слоем силикагеля КСК: стеклянные пластинки 13 x 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.

IV. Условия отбора проб воздуха

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

У. Условия анализа

1. 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 10 мл в течение 10 минут. Все экстракты объединяют, фильтруют, промывают фильтр 10 мл метанола и выпаривают до 0,2 мл на ротационном испарителе под вакуумом. Остаток анализируют двояко: 1. 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, 10, 20 мкг препарата. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 10 минут до хроматографирования была налита подвижная фаза бензол-бутанол (9:1). Край пластинки должен быть погружен в растворитель не более чем на 0,5 см. После поднятия фронта растворителя на высоту 14 см пластинку из камеры вынимают, оставляют на воздухе до полного испарения растворителей. Затем проявляют на хроматоскопе при $\lambda_{max} = 253 \text{ нм}$. Беномил проявляется в виде пятен овальной формы желтого цвета с $Af = 0,5 \pm 0,002$. Количественное определение проводится визуально по интенсивности окрашивания и площади пятен стандартных растворов и пробы.

2. Стекланную 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, $\lambda_{\text{макс}}=253,7$ нм. По проявленной зоне отмечают участки силикагеля на первой и второй полосах, снимают участки с бензином 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 бензила 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. бензила концентрации 1, 2, 5, 10, 15, 20 мкг/мл. Измеряют оптическую плотность растворов при 243 нм и строят калибровочный график $D = f(C)$, где C – концентрация бензила.

БЖК. 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 пробы амальгируют двойно:

1. 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, 10, 20 мкг препарата. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 10 мин до хроматографирования была налита подвижная фаза бензол-бутанол (9:1). После подъема фронта подвижной фазы на 14 см пластинку вынимают, оставляют на воздухе до полного испарения растворителей. Затем пластинку обрабатывают проявляющим реагентом-смесью растворов Na_2CO_3 и K_2HPO_4 . БМК проявляется в виде желтого пятна на розово-малиновом фоне с $R_f=0,25+0,02$. Количественную оценку содержания БМК в пробе проводят по интенсивности окраски 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.

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

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

$$X = \frac{Q}{V_{\text{лс}}}, \text{ где}$$

- g - 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.

УПІ. Разработчики

Хакимова Н.К., Маджидов У.А.

Узбекский НИИ санитарии, гигиены 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
Бутилдиэптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедидифама, ленашила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Диквата	93
Зоокумарина	97
Карбофурана	100
Крочетона	104
Менида и 3-хлор-4-метилэнилина	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- З и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии	252
---	-----

Азотосодержащие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению бутораббоксима в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению . . . ИМК-Ма, 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 паврлана 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 пинбеа 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 вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом	331