

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.

УТВЕРЖАЮ:

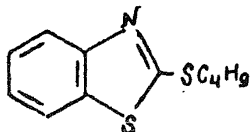
Заместитель Главного
Государственного са-
нитарного врача СССР

А.И.Закченко _____

" 24 " августа 1983 г.

№ 2847-83

Методические указания
по хроматографическому измерению
концентраций бутилкаптакса в воздухе
рабочих зон и в атмосферном воздухе.



И.Л. 223,4

Бутилкаптаксо (действующее начало - 2 - бутилтиобензотриазол) - бес-
цветная жидкость с Т. кип. 162-163°C. Практически не растворим в
воде, хорошо растворяется во многих органических растворителях.
Агрегатное состояние ^{в воздухе} - пары и аэрозоль.

I. Характеристика метода.

1. Определение бутилкаптакса основано на:
 - а) газожидкостной хроматографии с применением детектора электронного захвата (ДЭЗ),
 - б) хроматографирования препарата в тонком слое силикагеля и образования окрашенных продуктов взаимодействия с проявляющими реагентами - смесью растворов бромфенолового синего и азотистого серебра и йод-крахмальным реактивом.
2. Отбор проб с концентрированием (фильтр АФА-3И-20, силикагель)
3. Предел измерений в анализируемом объеме пробы - 0,001 мкг (ДЭЗ),

1 мкг (ТСХ).

4. Предел измерения в воздухе; мг/м^3 :
рабочей зоны - 0,007 (ГЖХ), 0,033 (ТСХ) (при отборе 30 л воздуха)
атмосферном - 0,007 (ГЖХ), 0,033 (ТСХ) (при отборе 30 л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций: в воздухе рабочей зоны - 0,007-7 мг/м^3
в атмосферном воздухе - 0,007-0,7 мг/м^3
6. Определению не мешают: наполнитель технического продукта, ДДТ, ГХЦГ,
и толуол.
7. Граница суточной погрешности измерений:
 $\pm 16,9\%$ (ГЖХ), $\pm 20-23\%$ (ТСХ).
8. Предельно допустимая концентрация бутылкаптакса:
в воздухе рабочей зоны - 2 мг/м^3 ,
ОБУВ в атмосферном воздухе - 0,015 мг/м^3 .

II. Реактивы, растворы, материалы.

Бутылкаптакс, х.ч.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

n-Гексан, ч., ТУ 6-09-3379-78

Фильтры АФА-ВП-20

Силикагель АСИ, КСК для отбора проб воздуха с величиной зерен 0,7-1,00 м (для ГЖХ) и 1,5 м (для ТСХ), обработанный минеральными кислотами, очищенный, активированный.

Вата обезжиренная гигроскопическая

Натрий серноокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

К методу газожидкостной хроматографии:

Хроматон N-AW - НМДС, фракция 0,16 - 0,2 мм

Силиконовый эластомер SE - 30 или XE - 60

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74, в баллонах с редуктором.

Стандартный раствор бутылкаптакса №1, содержащий 100 мкг/мл действующего начала, в ацетоне или гексане, хранят в холодильнике не более 1 месяца.

Стандартный раствор бутылкаптакса №2, содержащий 1 мкг/мл действующего начала. В мерную колбу на 100 мл вносят 1 мл стандартного раствора №1 и доводят объем до метки соответствующим растворителем.

К методу тонкослойной хроматографии:

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Этанол, ректиф., ГОСТ 5962-67

Бромфеноловый синий, 1У МГ УХИ 271-59

Серебро азотнокислое, ч.д.а., ГОСТ 1277-75

Лимонная кислота, х.ч., ГОСТ 3652-69

Калий йодистый, ч.д.а., ГОСТ 4232-74

Крахмал водорастворимый, ч., ГОСТ 10163 - 76

Стандартный раствор бутылкаптакса М1, содержащий 100 мкг/мл действующего начала, в гексане.

Стандартный раствор бутылкаптакса М2, содержащий 10 мкг/мл действующего начала, в гексане. Готовят разбавлением: 10 мл стандартного раствора М1 гексаном до метки в мерной колбе на 100 мл.

Стандартные растворы хранят в холодильнике 1 месяц.

Проявляющий реактив М1: а) 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона в мерной колбе на 100 мл и доводят до метки 0,5%-ным водно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра (1 часть воды и 3 части ацетона); б) 2%-ный раствор лимонной кислоты. Растворы хранятся долго.

Проявляющий реактив М2: 50 мл 1% водного раствора КJ смешивают с 50 мл 3% водного свежеприготовленного раствора крахмала и добавляют 20 мл этанола. Использовать **свежеприготовленным**

Подвижный растворитель: бензол-гексан (1:1).

Ш. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Прибор для отгонки растворителя

Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы конические на 100 мл, ГОСТ 1770-74

Воронки химические, ГОСТ 86-13-64

Щипетки, ГОСТ 1770-74

Трубки гофрированные (общая длина 85-90 см) длина, запаянная силикагелем 55 см; внутренний диаметр трубки 6 мм; диаметр шарика 12 мм). Заполняют 2-3 г силикагеля, закрывают тампонами из обезжиренной ваты.

К методу газо-жидкостной хроматографии

Хроматограф с детектором электронного захвата

Хроматографическая колонка стеклянная, длиной 1 м и диаметром 3,5 мм

Микрошприц на 10 мкл, тип И-10

К методу тонкослойной хроматографии

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10394-74

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75

Камера для опрыскивания пластинок

Хроматографические пластинки "Силуфол" (ЧССР)

Шприцы туберкулиновые

IV. Условия отбора проб воздуха.

Воздух, содержащий бутылкаптакс, аспирируют со скоростью 1 л/мин через фильтр АФА-ВП-20. Для поглощения паров препарата к фильтродержателю последовательно присоединяют гофрированную трубку с силикагелем. Для определения 1/2 ПДК в воздухе рабочей зоны достаточно отобрать 0,2 л (для анализа методом ГЖХ) и 1 л (для анализа методом ТСХ), а для определения 1/2 ПДК в атмосферном воздухе - 30 л (для анализа методом ГЖХ).

У. Условия анализа.

Фильтр, содержащий аэрозоль бутылкаптакса, промывают гексаном (дважды по 10 мл) в течение 30 минут. Адсорбированный силикагелем бутылкаптакс извлекают, промывая трубку с силикагелем (против тока воздуха) 20-30 мл гексана. Растворы объединяют, сушат безводным оксидом натрия и отгоняют растворитель на водяной бане до объема 0,2-0,3 мл. Досушивают на воздухе. Остаток в колбе раство-

вводят в 1 мл гексана или ацетона и хроматографируют (ГЖХ и ТСХ).

Определение методом газожидкостной хроматографии
Ввод проб через самоуплотняющую мембрану
Условия анализа

Длина колонки	- 1 м
Диаметр колонки	- 3 мм
Твердый носитель	- хроматон N - AW - НМДС
Жидкая фаза	- 5% SE - 30, XE - 60
Температура колонки	+ 230°C
Температура испарителя	+ 250°C
Температура детектора	+ 220°C
Газ-носитель	- азот
Скорость потока газа-носителя	- 40 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	- 60 мм/час
Объем вводимой пробы	- 5 мкл
Время удерживания на 5% - SE - 30	- 4 мин 55 сек
Время удерживания на 5% - XE - 60	- 5 мин 21 сек

Для дополнительной идентификации хроматографирование проводится на колонке с фазой 5% - XE - 60, время удерживания 5 мин 21 сек.

Количественное определение проводят методом расчета по соотношениям высота пика - концентрация. Для этого до и после анализа проб вводят в хроматограф по 5 мкл стандартного раствора, измеряют высоту пиков и вычисляют среднее арифметическое из 5 определений. Если при введении в хроматограф аликвотной части (5 мкл) конечного экстракта получают большие пики, или происходит "заваливание", что свидетельствует о наличии большого количества анализируемого вещества, готовят более разбавленные растворы, добавляя в конечный раствор пипеткой дополнительно определенное количество растворителя. Концентрация препарата (X) в мг/м³ воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{H_{ст} \cdot H_{пр} \cdot V_1}{V_{20} \cdot H_{ст} \cdot V}$$

$H_{ст}$ - количество бутылкаптакса в стандартном растворе,
введенном в хроматограф, мкг

$H_{от}$ - высота пика препарата в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мм

$H_{пр}$ - высота пика препарата в объеме пробы, введенном в хроматограф, мм

V_1 - общий объем пробы, мл

V - объем пробы, введенный в хроматограф, мл

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

Определяется методом тонкослойной хроматографии.

Пробу количественно наносят на середину силиколовой пластинки, отступив 1 см от линии стандарта, в колбу прибавляют 0,3 мл гексана, перемешивают и наносят в ту же точку.

Слева и справа от пробы наносят стандартный раствор бутылкаптакса в количестве 2 и 5 мкг соответственно. Пластинку сушат при комнатной температуре и помещают в хроматографическую камеру, на дно которой за 30 минут до хроматографирования наливают подвижный растворитель бензол-гексан (1:1) в таком количестве, чтобы пластинка погрузилась в растворитель не более чем на 0,5 см. После подъема фронта растворителя на высоту 10 см пластинку вынимают, сушат на воздухе до полного испарения растворителя и обрабатывают одним из проявляющих реактивов.

После опрыскивания пластинки проявляющим реактивом №1, её высушивают на воздухе и затем обрабатывают раствором лимонной кислоты. Бутылкаптакс проявляется в виде фиолетовых пятен на желтом фоне.

Перед обработкой пластинки проявляющим реактивом №2, её помещают в камеру с газообразным хлором (на дно камеры помещают 5-10 гр перманганата калия и добавляют 15-20 мл концентрированной соляной кислоты). Пластинку выдерживают в атмосфере хлора 30-40 сек, затем вынимают, встряхивают до исчезновения запаха хлора и обрабатывают проявляющим реактивом №2. Бутылкаптакс проявляется в виде синих

пятен на светлом фоне. Нижний предел обнаружения 1 мкг.

Концентрация бутилкаптакса (X) в воздухе в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{y \cdot V_1}{V_{20} \cdot V} \quad \text{где}$$

y — количество бутилкаптакса, найденное в хроматографируемом объеме пробы, мкг

V_1 — общий объем пробы, мл

V — объем пробы, взятый для хроматографирования, в мл

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

VI. Требования безопасности.

Меры предосторожности при работе с бутилкаптаксом — как с малотоксичными пестицидами. Все операции проводить в вытяжном шкафу.

VII. Разработчики.

Тарасов В.В., Ахунова Н.Ш., Малиновская Т.А.

УзНИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний, г. Ташкент.

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, ленапипла, 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, фенилтроексона 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
---	-----

Азотсодержащие 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