

РОСКОММССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ 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 биоспрепаратов 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.

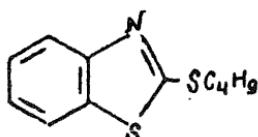
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

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

УТВЕРДАЮ:
 Заместитель Главного
 Государственного са-
 нитарного врача СССР
 А.И.Зайченко _____
 "24" августа 1985 г.
 № 2847-83

Методические указания
 по хроматографическому измерению
 концентраций бутилкантакса в воздухе
 рабоч. зоны и в атмосферном воздухе.



Н.Н. 223,4

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

I. Характеристика метода.

1. Определение бутилкантакса основано на:

- а) газожидкостной хроматографии с применением детектора электронного захвата (ДЭЗ),
- б) хроматографирования препарата в тонком слое силикагеля и обра-
зовании окрашенных продуктов взаимодействия с проявляющими реаген-
тами – смесь растворов бромфенолового синего и азотистомолого се-
ребра и йод-крахмальным реагентом.

2. Отбор проб с концентрированием (фильтр АФА-ЗИ-20, силикагель)

3. Предел измерения в анализируемом объеме проб – 0,001 мг (Н.Н.)

I мкг (TCX).

4. Предел измерения в воздухе; $\text{мкг}/\text{м}^3$:
рабочей зоны - 0,007 (ГМХ), 0,033 (TCX) (при отборе 30 л воздуха)
в атмосферном - 0,007 (ГМХ), 0,033 (TCX) (при отборе 30 л воздуха).
5. Диапазон измеряемых концентраций: в воздухе рабочей зоны - 0,007-7 мкг/ μl
в атмосферном воздухе - 0,007-0,7 мкг/ μl .
6. Определение не мешают: наполнитель технического продукта, ДЛТ, ГХЦГ,
и толуин.
7. Граница суммарной погрешности измерений:
 $\pm 16,9\%$ (ГМХ), $\pm 20-23\%$ (TCX).
8. Пределно допустимая концентрация бутилкаптакса:
в воздухе рабочей зоны - 2 мг/ μl ,
ОБУВ в атмосферном воздухе - 0,015 мг/ μl .

II. Реактивы, растворы, материалы.

Бутилкаптакс, х.ч.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

н-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 мкм (для ГМХ) и 1,5 мкм (для TCX), обработанный минеральными кислотами, очищенный, активированный.

Вата обезжиренная гигроокопическая

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

К методу газожидкостной хроматографии:

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

Силиконовый эластомер SE - 30 или ХЕ - 60

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

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

Стандартный раствор бутилкаптакса №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, ТУ МГ УХЛ 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 бутилкаптакса №1, содержащий 100 мкг/мл действующего начала, в гексане.

Стандартный раствор бутилкаптакса №2, содержащий 10 мкг/мл действующего начала, в гексане. Готовят разбавление: 10 мл стандартного раствора №1 гексаном до метки в мерной колбе на 100 мл.

Стандартные растворы хранят в холодильнике I месяц.

Проявляющий реагент №1: 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 реагент №2: 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 64-4-862-77

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

Пипетка, ГОСТ 1770-74

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

К методу газожидкостной хроматографии

Хроматограф с детектором электронного захвата

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

Микрошпирц на 10 мкл, тип :11-10

К методу тонкослойной хроматографии

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75

Камера для опрыскивания пластинок

Хроматографические пластинки "Силуфол" (ЧССР)

Шприцы туберкулиновые

IV. Условия отбора проб воздуха.

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

У. Условия анализа.

Фильтр, содержащий аэрозоль бутилкаптакса, промывают гексаном (дважды по 10 мл) в течение 30 минут. Адсорбированный силикагелем бутилкаптакс извлекают, промывая трубку с силикагелем (против тока воздуха) 20-30 мл гексана. Растворы объединяют, сушат б-езводным сернокислым натрием и отгоняют растворитель на водянной бане до объема 0,2-0,3мл. Десуха упаривают на воздухе. Остаток в колбе раствор-

ряют в 1-й гексане или ацетоне и хроматографируют (ГХ 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 - HMDS
Жидкая фаза	- 5% SE - 30, ХЕ - 60
Температура колонки	+ 200°C
Температура испарителя	+ 250°C
Температура детектора	+ 220°C
Газ-носитель	- азот
Скорость потока газа-носителя	- 40 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	- 600 мм/час
Объем вводимой пробы	- 5 мкл
Время удерживания на 5% - SE - 30	- 4 мин 55 сек
Время удерживания на 5% - ХЕ - 60	- 5 мин 21 сек

Для дополнительной идентификации хроматографирование проводится на колонке с фазой 5% - ХЕ - 60, время удерживания 5 мин <1 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 "зашкаливание", что свидетельствует о наличии большого количества анализируемого вещества, готовят более разбавленные растворы, добавляя в конечный раствор пипеткой дополнительное замеренное количество растворителя. Концентрацию препарата (X) в мг/м³ воздуха вычисляют по формуле:

$$x = \frac{H_1 \cdot H_{np} \cdot V_1}{V_{20} \cdot H_{ct} \cdot V}$$

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

$H_{пр}$ - 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, введенной в хроматограф, мл

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

Определение методом тонкослойной хроматографии.

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

Слева и справа от пробы наносят стандартный раствор бутилкаптакса 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 бензод-гексан (1:1) в таком количестве, чтобы пластинка погружалась в растворитель не более чем на 0,5 см. После подъема фронта растворителя на высоту 1,5 см пластинку вынимают, сушат на воздухе до полного испарения растворителя и обрабатывают одним из проявляющих реактивов.

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

Перед обработкой пластинки проявляющим реагентом №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, вытирают до исчезновения запаха хлора и обрабатывают проявляющим реагентом №2. Бутилкаптакс проявляется в виде синих

пятен на светлом фоне. Нижний предел обнаружения 1 мкг .

Концентрацию бутилкаптакса (Х) 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.

СОДЕРЖАНИЕ

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

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примисида	8
Алара	13
Бензоилпропиатла и этилового эфира N-3,4-дихлор- фенилаланина	17
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диазинона, эптами, гамма-изомера ГХГ, фенмединифама, ленапила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрэла	89
Диквато	93
Зоокумагина	97
Карбофурана	100
Крошетона	104
Менида и 3-хлор-4-метилэнапиана	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака	118
Офунака	124
Пликтрана	128
Ратнидана	132
Раундана	138
Ровраля	143
Розалина	148
Синтетических пяретроидов (амбуш, декс, рипкорд, суминидин)	154
Стомпа	161

	стр.
Сумилекса	166
Томилона	173
Триморфамида	180
Фекама-трибуфона	186
Фталана	192
Препарата 242 и металлилхлорида (МХ)	200
Хостаквика	206
Эдила	210
 П. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЬЙ СРЕДЕ	
 Хлорогранические пестициды	
Методические указания по определению остаточных количество гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом	218
 Фосфорогранические 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- З и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии	252

Автосодержащие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению буторакбоксона в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению ,IMK-Na, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла).	267
Временные методические указания по определению лонтре-ла в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии	275
Временные методические указания по определению павлана 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-спектро-Фотометрии с использованием тонкослойной хроматографии	305
Методические указания по фотометрическому определению эдина в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинеба 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-флуоресцентным методом.	331