

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:

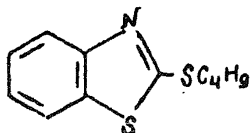
Заместитель Главного  
Государственного са-  
нитарного врача СССР

А.И.Зачченко \_\_\_\_\_

" 24 " августа 1983 г.

№ 2847-83

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



И.И. 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 <sup>в воздухе</sup> - пары и аэрозоль.

### 1. Характеристика метода.

1. Определение бутилкаптакса основано на:

- а)газожидкостной хроматографии с применением детектора электрон-  
ного захвата (ДЭЗ),
- б)хроматографирования препарата в тонком слое силикагеля и обра-  
зования окрашенных продуктов взаимодействия с проявляющими реаген-  
тами - смесью растворов бромфенолового синего и азотнотислого се-  
ребра и Иод-крахмальным реактивом.

2. Отбор проб с концентрированием (фильтр АФА-3И-20, силикагель)

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,001 мкг (ПДК),

1 мкг (ТСХ).

4. Предел измерения в воздухе;  $\text{мг/м}^3$ :  
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  $\text{мг/м}^3$   
в атмосферном воздухе - 0,007-0,7  $\text{мг/м}^3$
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 бутылкапакса:  
в воздухе рабочей зоны - 2  $\text{мг/м}^3$ ,  
ОБУВ в атмосферном воздухе - 0,015  $\text{мг/м}^3$ .

#### II. Реактивы, растворы, материалы.

Бутылкапакс, х.ч.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3379-78

Фильтры АФА-ВФ-20

Силикагель АСИ, КСК для отбора проб воздуха с величиной зерен 0,7-1,00 мм (для ГЖХ) и 1,5 мм (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 бутылкапакса №1, содержащий 100 мкг/мл действующего начала, в ацетоне или гексане, хранят в холодильнике не более 1 месяца.

Стандартный раствор бутылкапакса №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 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 разбавление: 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

Пипетки, ГОСТ 1770-74

Трубки гофрированные (общая длина 85-90 см, длина, занимаемая 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 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 бутылкаптакс, аспирируют со скоростью 1 л/мин через фильтр АФА-ВР-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. Досушка упаривают на воздухе. Остаток в колбе раство-

руют в I мл гексана или ацетона и хроматографируют (ГХХ 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, XE - 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% - 3E - 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 замеренное количество растворителя. Концентрация препарата (X) в мг/м<sup>3</sup> воздуха вычисляют по формуле:

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

$H_{ст}$  - 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 силикофеновой 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 погружалась 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, высушивают до исчезновения запаха хлора и обрабатывают проявляющим реактивом №2. Бутылкаптакс проявляется в виде синих



пятен на светлом фоне. Нижний предел обнаружения  $1 \text{ мкг}$ .

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

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

$M$  - количество бутилкаптакса, найденное в хроматографируемом объеме пробы,  $\text{мкг}$

$V_1$  - общий объем пробы,  $\text{мл}$

$V$  - объем пробы, взятый для хроматографирования,  $\text{мл}$

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

#### 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 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, сумипидин) . . . . .	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
---	-----

## Азотосодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению бутаракбоксиа 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 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 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 вирия-диприона на растительных объектах ИФ-методом . . . . .	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирия-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом . .	331