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 XIУ-я

Москва - 1984

gost.e-ecolog.ru

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.

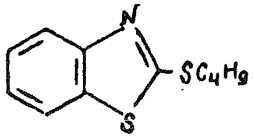
Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

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

УТВЕРЖДАЮ:
Заместитель Главного
Государственного са-
нитарного врача СССР
А.И.Заиченко_____
"24" августа 1983г.
№ 2847-83

Методические указания
по хроматографическому измерению
концентраций бутилкаптакса в воздухе
рабочей зоны и в атмосферном воздухе.



М.М. 223,4

Бутилкаптакс (действующее начало - 2 - бутилтиобензотиазол) - бесцветная жидкость с Т. кип. 162-163°С. Практически не растворим в воде, хорошо растворяется во многих органических растворителях. Агрегатное состояние в воздухе - пары и аэрозоль.

I. Характеристика метода.

I. Определение бутилкаптакса основано на:

а)газожидкостной хроматографии с применением детектора электронного захвата (ДЭЗ),

б)хроматографировании препарата в тонком слое силикагеля и образовании окрашенных продуктов взаимодействия с проявляющими реагентами - смесью растворов бромфенолового синего и азотнокислого серебра и йод-крахмальным реактивом.

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

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

I 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-0,007-7мг/м^3
в атмосферном воздухе-0,007-0,7мг/м^3

6. Определению не мешают:наполнитель технического продукта,ДДТ,ГХЦГ, и толуин.

7. Граница суммарной погрешности измерений:
± 16,9% (ГЖХ), ± 20-23% (ТСХ).

8. Предельно допустимая концентрация бутилкаптакса:
в воздухе рабочей зоны-2мг/м^3,
ОБУВ в атмосферном воздухе-0,015 мг/м^3.

П. 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 АСМ, 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 сернокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

К методу газожидкостной хроматографии:

Хроматон N - AW - HMDS , 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 бутилкаптакса №1, содержащий 100мкг/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 100мл вносят 1мл 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 УХП 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 разбавлением 10 мл стандартного раствора №1 гексаном до метки в мерной колбе на 100мл.

Стандартные растворы хранят в холодильнике 1 месяц.

Проявляющий реактив №1: а) 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10мл ацетона в мерной колбе на 100мл 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 №2: 50мл 1% водного раствора KJ смешивают с 50 мл 3% водного свежеприготовленного раствора крахмала и добавляют 20мл 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 100мл, ГОСТ 1770-74

Колбы конические на 100мл, ГОСТ 1770-74

Воронки химические, ГОСТ 86-13-64

Пипетки , ГОСТ 1770-74

Трубки гофрированные (общая длина 85-90мм;длина, занимаемая силикагелем 55мм; внутренний диаметр трубки 6мм; диаметр шарика I2мм). Заполняют 2-3г силикагеля, закрывают тампонами из обезжиренной ваты.

К методу газожидкостной хроматографии

Хроматограф с детектором электронного захвата

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

Микрошприц на I0 мкл, тип МШ-I0

К методу тонкослойной хроматографии

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75

Камера для опрыскивания пластинок

Хроматографические пластинки "Силуфол" (ЧССР)

Шприцы туберкулиновые

IУ. Условия отбора проб воздуха.

Воздух, содержащий бутилкаптакс, аспирируют со скоростью Iл/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 Iл (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 I0 мл) в течение 30 минут. Адсорбированный силикагелем бутилкаптакс извлекают, промывая трубку с силикагелем (против тока воздуха) 20-30 мл гексана. Растворы объединяют, сушат безводным сернокислым натрием и отгоняют растворитель на водяной бане до объема 0,2-0,3мл. Досуха упаривают на воздухе. Остаток в колбе раство-

ряют в 1мл 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 - HMDS
Жидкая фаза	- 5% SE - 30, XE - 60
Температура колонки	+ 200°С
Температура испарителя	+ 250°С
Температура детектора	+ 220°С
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% - 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 "зашкаливание", что свидетельствует о наличии большого количества анализируемого вещества, готовят более разбавленные растворы, добавляя в конечный раствор пипеткой дополнительно измеренное количество растворителя. Концентрацию препарата (X) в мг/м³ воздуха вычисляют по формуле:

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

$M_{ст}$ – количество бутилкаптакса в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг

Нст – высота пика препарата в отандартном растворе, введенным 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

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 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 15 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. Бутилкаптакс 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 5–10гр перманганата калия и добавляют 15–20 мл концентрированной соляной кислоты) Пластинку выдерживают в атмосфере хлора 30–40 сек, затем вынимают, выстривают до исчезновения запаха хлора и обрабатывают проявляющим реактивом №2. Бутилкаптакс проявляется в виде синих

пятен на светлом фоне. Нижний предел обнаружения 1мкг .

Концентрацию бутилкаптакса (X) в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле: $X = \frac{a \cdot V_1}{V_{20} \cdot V}$, где

a - 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

УI. Требования безопасности.

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

УII. Разработчики.

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

УзНИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний, г. Ташкент.

С О 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	I3
Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлорфенилаланина	I7
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦГ, фенмедедифама, ленацила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Диквата	93
Зоокумарина	97
Карбофурана	I00
Крочетона	I04
Менида и 3-хлор-4-метиланилина	I08
Метазина и компонентов гербицидной смеси "карагард"	II3
Митака	II8
Офунака	I24
Пиктрана	I28
Ратиндана	I32
Раундана	I38
Ровраля	I43
Розалина	I48
Синтетических пиретроидов (амбуш, децис, рипкорд, сумицидин)	I54
Стомпа	I6I

стр.

Сумилекса 166
Томилона 173
Триморфамида 180
Фекама-трибуфона 186
Фталана 192
Препарата 242 и металлилхлорида (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 218

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, фенитрооксона 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 буторакбокоима в почве, воде и растительном материале 260

Методические указания по определению ,ІМК-Na, 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 паарлана 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 цинеба 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-флюоресцентным методом. .331

gost.e-ecolog.ru