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

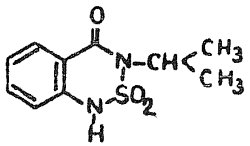
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 6 " августа 1981 г.
№ 2421 - 81

# ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

## по хроматографическому измерению концентраций бентазона в воздухе рабочей зоны



М.м. 240,3

Бентазон ( синоним-базагран, действующее начало 3-изопропилбензо-2,1,3-тиадиазинон-4-диоксид-2,2) - белое кристаллическое вещество, без запаха. Температура плавления 137-139°С. Препарат малолетучий, давление пара меньше $1.10^{-7}$ мм рт.ст.(при 20°С). Растворимость в воде 0,05 г в 100 г. Хорошо растворим в ацетоне, этаноле, диэтиловом эфире. Используется в виде 48% водного раствора. При применении может находиться в воздухе в виде аэрозоля.

### I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании бентазона в тонком слое силикагеля с последующим обнаружением зоны локализации препарата по реакции диазотирования нитритом натрия в солянокислой среде продуктов термического разложения бентазона и последующей реакции азосочетания солей диазония либо с 1-нафтолом, либо с 1-(1- нафтил)-этилендиамином.

2. Отбор проб проводится с концентрированием ( фильтр бумажный " синяя лента" ).

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-1мкг.

4. Предел измерения в воздухе-0,2 мг/м$^3$ при отборе 5л.

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,2- 2 мг/м$^3$.

6. Определению не мешают арезин, диурон, линурон, монурон, пропанид, солан, фалоран, применяемые на посевах зерновых культур.

7. Граница суммарной погрешности измерения-$\pm$ 21%.

8. Предельно допустимая концентрация бентазона в воздухе рабочей зоны-2,3 мг/м$^3$ (расчетная).

## П. Реактивы, растворы, материалы

Бентазон, хч

Ацетон, осч, ГОСТ 2603-79

н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78

Хлороформ, хч, ГОСТ 20015-74

Кислота соляная, хч, ГОСТ 3118-77

Калий едкий, чда, ГОСТ 9286-78

Натрий азотистокислый, хч, ГОСТ 4197-74

1 - Нафтол, чда, ГОСТ 5838-70

1 -(1-нафтил)этилендиамин дигидрохлорид, ч, ТУ 6-09-2544-72

Фильтр бумажный беззольный "синяя лента", ТУ 6-09-1678-77

Кальций сернокислый 2-водный, чда, (гипс), ГОСТ 3210-77, просушенный при 160$^0$С в течение 6 часов.

Силикагель марки I, зернение 5-40 $\mu$ (ЧССР)

Подвижная фаза: 1). н-гексан-ацетон (2:1)
2). хлороформ-ацетон (10:1)

Диазореактив: к смеси, состоящей из 46 мл дистиллированной воды и 4 мл концентрированной соляной кислоты прибавляют 1 г нитрита натрия. Применяют свежеприготовленным.

Проявляющий реактив №1 : 1-3 г едкого калия растворяют в 50 мл дистиллированной воды и прибавляют 0,5 г 1-нафтола. Применяют свежеприготовленным.

Проявляющий реактив №2: 1% водный раствор 1-(1-нафтил)-этилендиамина дигидрохлорида. Применяют свежеприготовленным.

Стандартный раствор бентазона в ацетоне концентрации 500 мкг в мл. Готовят растворением 25 мг препарата хч в ацетоне в мерной колбе на 50 мл.

## II. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

Ротационный испаритель с набором колб, марки ИР-1М, ТУ 25-11-917-76

Микропипетки, ГОСТ 1770-74

Микрошприц емкостью 10 мкл

Колбы мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74

Химические стаканы или бюксы, ГОСТ 10394-72

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Пластинки для хроматографии, "Силуфол УФ-254" размером 15 х 15 см

Пластинки для хроматографии стеклянные размером 9 х 12 см.

Приготовление сорбционной массы. Стеклянные пластинки тщательно моют раствором хромовой смеси, промывают водой и сушат. Взвешивают 14 г силикагеля и 1 г гипса, растирают в фарфоровой ступке с 40 мл дистиллированной воды до получения однородной массы. Сорбционную массу равномерно наносят на 5 пластинок, сушат при комнатной температуре 17-20 ч, затем в сушильном шкафу 20 мин при 130-140°С.

Пластинки "Силуфол" также активируют при той же температуре.

## IУ. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух протягивают через бумажный фильтр "синяя лента" со скоростью 5 л/мин. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха.

## У. Условия анализа

Бумажный фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в стаканчик, заливают 10 мл ацетона, выдерживают 3-5 мин, отжимают фильтр стеклянной палочкой и сливают смыв в отгонную колбу. Промывку фильтра повторяют еще два-три раза порциями по 10 мл ацетона и сливают смывы в колбу для отгонки растворителя. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе до объема раствора примерно 0,5 мл при температуре 45-50°С. Можно испарять растворитель при помощи вентилятора в вытяжном шкафу при комнатной температуре. Остаток 0,5 мл наносят на хроматографическую пластинку на расстоянии 1,5 см от края в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал 10 мм. Расстояние одной точки от другой 1,5-2 см. На ту же пластинку наносят стандартные растворы бентазона, содержащие 1, 5 и 10 мкг препарата. Пластинку помещают в хроматографическую камеру. Хроматограмму развивают в одной из подвижных фаз. После подъема фронта растворителя на высоту 10 см от линии старта, пластинку вынимают из камеры, просушивают 5-10 мин в вытяжном шкафу при комнатной температуре и помещают в сушильный шкаф, нагретый до 180°С. Выдерживают 30-40 мин. Охлаждают и опрыскивают диазореактивом, затем одним из проявляющих реактивов. При использовании проявляющего реактива № 1 препарат проявляется в виде пятна красно-

го цвета, №2 - фиолетового цвета. Величина $R_f$ бентазона при использовании подвижной фазы гексан-ацетон (2:1) в тонком слое силикагеля "Л" равна 0,39 ± 0,02 , на "Сидуфоле" 0,51± 0,03. При использовании подвижной фазы хлороформ-ацетон (10:1) величина $R_f$ соответственно равна 0,46± 0,02 и 0,80± 0,03.

Количественное определение бентазона производят путем сравнения размера пятен проб с пятнами стандартных растворов. Площадь пятна измеряют планиметром или с помощью промасленной миллиметровой бумаги.

Концентрацию бентазона в воздухе (X ) в мг/м$^3$ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot S_{пр}}{S_{ст} \cdot V_{20}}$$ , где

G - количество препарата в стандарте, мкг

$S_{пр}$ - площадь пятна на хроматограмме пробы, мм$^2$

$S_{ст}$ - площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм$^2$

$V_{20}$ - объем пробы воздуха, отобранной для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

## УI. Требования безопасности

Меры предосторожности при работе с бентазоном такие же, как со среднетоксичным пестицидом. Соблюдать требования безопасности, обычно рекомендуемые для работы с органическими растворителями.

## УII. Разработчики.

В.В.Раманаускене, Д.П.Забулите, Е.С.Чапкевичене, Д.И.Вайтекунене НИИ эпидемиологии, микробиологии и гигиены Минздрава Литовской ССР, г.Вильнюс

# 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