

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.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

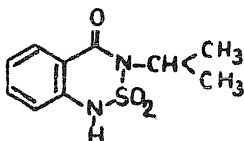
А.И. ЗАИЧЕНКО

" 6 " августа 1981 г.

№ 2421 - 81

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по хроматографическому измерению концентраций бентазона в воздухе
рабочей зоны



И.м. 240,3

Бентазон (синоним-базагран, действующее начало 3-изопр-
пилбензо-2,1,3-тиадазинон-4-диоксид-2,2) - белое кристаллическое
вещество, без запаха. Температура плавления 137-139°C. Препарат
малолетучий, давление пара меньше $1 \cdot 10^{-7}$ мм рт.ст. (при 20°C).
Растворимость в воде 0,05 г в 100 г. Хорошо растворим в ацетоне,
этаноле, диэтиловом эфире. Используется в виде 48% водного раство-
ра. 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 локализа-
ции препарата по реакции диазотирования нитритом натрия в соляно-
кислой среде продуктов термического разложения бентазона и по-
следующей реакции азосочетания солей диазония либо с 4-нафто-
лом, либо с 1-(1-нафтил)-этилендиамином.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр бумаж-
ный " синяя лента").

3. Предел измерения в анализируемом объеме пробы-1мг.
4. Предел измерения в воздухе-0,2 мг/м³ при отборе 5л.
5. Диапазон измеряемых концентрация-0,2- 2 мг/м³.
6. Определению не мешают арезин, диурон, динурон, монурон, пропанид, солан, фалоран, применяемые на посевах зерновых культур.
7. Граница суммарной погрешности измерения- $\pm 2\%$.
8. Предельно допустимая концентрация бентазона в воздухе рабочей зоны-2,3 мг/м³ (расчетная).

П. Реактивы, растворы, материалы

Бентазол, хч

Ацетон, ооч, 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 - Нафта, чда, ГОСТ 5838-70

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

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

Кальций серноокислый 2-водный, чда, (гипс), ГОСТ 3210-77, просушенный при 160°C в течение 6 часов.

Силикагель марки I, зернение 5-40 м (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)-этилendiамина гидрохлорида. Применяют свежеприготовленным.

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

В. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Фильтродержатели

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

Микропипетки, ГОСТ 1770-74

Микроприц емкости 10 мкл

Колбы мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74

Химические стаканы или бочки, ГОСТ 10394-72

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Пластины для хроматографии, "Силуфол Уб-254" размером 15 x 15 см

Пластины для хроматографии стеклянные размером 9 x 12 см.

Приготовление сорбционной массы. Стеклянные пластины 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°C.

Пластинки "Силуфол" также активируют при той же температуре.

IV. 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.

V. Условия анализа

Бумажный фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в стаканчик, заливают 10 мл ацетона, выдерживают 3-5 мин, отжимают фильтр стеклянной палочкой и сливают сыв в отгонную колбу. Промывку фильтра повторяют еще два-три раза порциями по 10 мл ацетона и сливают сывы в колбу для отгонки растворителя. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе до объема раствора примерно 0,5 мл при температуре 45-50°C. 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°C. Выдерживают 30-40 мин. Охлаждают и опрыскивают диэзореактивом, затем одним из проявляющих реактивов. При использовании проявляющего реактива В I 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 "К" равна $0,33 \pm 0,02$, на "Силуфол" $0,51 \pm 0,03$. При использовании подвижной фазы хлороформ-ацетон (10:1) величина R_f соответственно равна $0,46 \pm 0,02$ и $0,80 \pm 0,03$.

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

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

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

G - количество препарата в стандарте, мг .

$S_{пр}$ - 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.

УІ. Требования безопасности

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

УІІ. Разработчики.

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

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
Бутилкаптакса	52
Бутокарбосима	59
Гидрела	63
ГМК-На	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, фенмедетифама, ленапила, 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- З и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии	252
---	-----

Азотодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению бутараксоима 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 эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинаба 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 вириин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом. .	331