

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

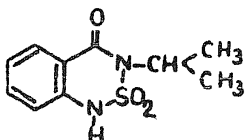
А.И.ЗАМЧЕНКО

" 6 " августа 1981 г.

№ 2421 - 81

## ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по хроматографическому измерению концентраций бентазона в воздухе  
рабочей зоны



И.м. 240,3

Бентазон ( синоним-базазран, действующее начало 3-изопробилбензо-2,1,3-тиадиазинон-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 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<sup>3</sup> при отборе 5л.
5. Диапазон измеряемых концентрация—0,2— 2 мг/м<sup>3</sup>.
6. Определены не мешают арзин, диурон, дянурон, монурон, пропанид, солан, фалоран, применяемые на посевах зерновых культур.
7. Граница суммарной погрешности измерения—± 21%.
8. Предельно допустимая концентрация бентазона в воздухе рабочей зоны—2,3 мг/м<sup>3</sup> (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 -(I-нафта) этилендиамин дигидрохлорид, ч, ТУ 6-09-2544-72

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

Кальций сернокислый 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)-этилендиамина дигидрохлорида. Применяют свежеприготовленным.

Стандартный раствор бензона 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-I-862-77

Фильтродержатели

Ротационный испаритель с набором колб, марки ИР-ИМ, ТУ 25-II-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

Пulверизаторы 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.

#### ИУ. 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, заливает 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°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 диэзорективом, затем одним из проявляющих реактивов. При использовании проявляющего реактива В I препарат проявляется в виде пятна красно-

го цвета, №2 - фиолетового цвета. Величина  $R_f$  бензаона при использовании подвижной фазы гексан-ацетон (2:1) в тонком слое силикагеля "К" равна  $0,39 \pm 0,02$ , 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 бензаона производят путем сравнения размера пятен проб с пятнами стандартных растворов. Площадь пятна измеряют планиметром или с помощью промасленной миллиметровой бумаги.

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

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

$G$  - количество препарата в стандарте,  $\text{мг}$ .

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

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

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

#### У I. Требования безопасности

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

#### У II. 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
Бутилдиэптакса . . . . .	52
Бутокарбоксима . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-Na . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедифама, ленашила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидрела . . . . .	89
Диквата . . . . .	93
Зоокумарина . . . . .	97
Карбофурана . . . . .	100
Крочетона . . . . .	104
Менида и 3-хлор-4-метилэнилина . . . . .	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, сумицидин) . . . . .	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, фенилтроексона 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
---	-----

## Азотоудержающие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению бутораббоксима в почве, воде и растительном материале . . . . .	260
Методические указания по определению . . . ИМК-Ма, 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 пинбеа 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 вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом . . .	331