

РОСКОММССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ 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 биоспрепаратов 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. Ххолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

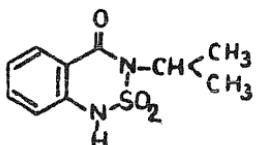
УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 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°C. Препаратор малолетучий, давление пара меньше 1.10<sup>-7</sup> 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 4-нафтолом, либо с 4-(1-нафтил)-этилендиамином.

2. Отбор проб проводится с концентрированием ( фильтр бумажный " синий 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 концентраций-0,2- 2 мг/м<sup>3</sup>.  
 6. Определение не меняет арезин, диурон, линурон, 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).

## II. Реактивы, растворы, материалы

- Бентазон, хч  
 Ацетон, оч, ГОСТ 2603-79  
 и-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 - Нефтол, чда, ГОСТ 5838-70  
 1 -(I-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<sup>0</sup>С в течение 6 часов.  
 Силикагель марки I, зернение 5-40  $\mu$  (ЧССР)  
 Подвижная фаза: 1). и-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 реагент №1: 1-3 г едкого калия растворяют в 50 мл дистиллированной воды и прибавляют 0,5 г 1-нафтола. Применяют свежеприготовленным.

Проявляющий реагент №2: 1% водный раствор 1-(1-нафтил)-этанисидамина 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-ИМ, ТУ 25-И-917-76

Микропипетки, ГОСТ 1770-74

Микроприцемкость 10 мл

Колбы мерные на 50 мл, ГОСТ 1770-74

Химические стаканы или баки, ГОСТ 10394-72

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-75

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74

Пластиинки для хроматографии, "Силуфол У-254" размером 15 x 15 см

Пластиинки для хроматографии стеклянные размером 9 x 12 см.

Приготовление сорбционной смеси. Стеклянныи пластиинки 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 пластиинок, сушат при комнатной температуре 17-20 ч, затем в сушильном шкафу 20 мин при 130-140°C.

Пластинки "Силуфол" также активируются при той же температуре.

#### IV. Условия отбора проб воздуха

Исследуемый воздух протягивают через бумажный фильтр "сияя лента" со скоростью 5 л/мин. Для определения I/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 сывы 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 I, 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, проушинивают 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 дильзорективом, затем одним из проявляющих реагентов. При использовании проявляющего реагента І препарат проявляется в виде пятна красно-

го цвета, R<sub>f</sub> - фиолетового цвета. Величина R<sub>f</sub> бентазона при использовании подвижной фазы гексан-ацетон (2:1) в тонком слое силикагеля "Л" равна 0,39 ± 0,02, на "Сидуфеле" 0,51 ± 0,03. При использовании подвижной фазы хлороформ-ацетон (10:1) величина R<sub>f</sub> 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 цилиндром или с помощью промасленной миллиметровой бумаги.

Концентрация бентазона в воздухе (X) в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot S_{pr}}{S_{st} \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

G - количество препарата в стандарте, мкг.

S<sub>pr</sub> - площадь пятна на хроматограмме пробы, мм<sup>2</sup>.

S<sub>st</sub> - площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм<sup>2</sup>.

V<sub>20</sub> - объем пробы воздуха, отобранный 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.Раманаускене, Д.П.Забулите, Е.С.Чапкевичене, Д.И.Вайтекунене  
НИИ эпидемиологии, микробиологии и гигиены Минздрава Литовской ССР,  
г. Вильнюс

## СОДЕРЖАНИЕ

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В  
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина . . . . .	3
Актеллика и примисида . . . . .	8
Алара . . . . .	13
Бензоилпропиатла и этилового эфира N-3,4-дихлор- фенилаланина . . . . .	17
Беномида и БМК . . . . .	22
Бентазона . . . . .	30
Биоресметрина . . . . .	35
Болстара . . . . .	40
Бронокота . . . . .	48
Бутилкаптакса . . . . .	52
Бутокарбоксима . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-Na . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диазинона, эптами, гамма-изомера ГХГ, фенмединифама, ленапила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидрела . . . . .	89
Дикват . . . . .	93
Зоокумагина . . . . .	97
Карбодурана . . . . .	100
Крочетона . . . . .	104
Менида и 3-хлор-4-метиляпилина . . . . .	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака . . . . .	118
Офунака . . . . .	124
Пликтрана . . . . .	128
Ратиндана . . . . .	132
Раундана . . . . .	138
Роврала . . . . .	143
Розалина . . . . .	148
Синтетических пяретроидов (амбуш, декс, рипкорд, суминидин) . . . . .	154
Стомпа . . . . .	161

	стр.
Сумилекса . . . . .	166
Томилона . . . . .	173
Триморфамида . . . . .	180
Фекама-трибуфона . . . . .	186
Фталана . . . . .	192
Препарата 242 и металлилхлорида (МХ) . . . . .	200
Хостаквика . . . . .	206
Эдила . . . . .	210
 П. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЬЙ СРЕДЕ	
 Хлорогранические пестициды	
Методические указания по определению остаточных количество гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом . . . . .	218
 Фосфорогранические 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- З и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии . . . . .	252

## Автоодержащие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению буторакбоксона в почве, воде и растительном материале . . . . .	260
Методические указания по определению 1МК-На, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла). . . . .	267
Временные методические указания по определению лонтре-ла в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии . . . . .	275
Временные методические указания по определению павлана 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-спектро-Фотометрии 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 пинеба в сушених 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-флуоресцентным методом. . . . .	331