

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ
ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ,
КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в
качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ
РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕЙШНЯЯ СРЕДОВИШТЕ

Часть 17-я

Данные методики апробированы и рекомендованы в
качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва - 1988г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Агропрома 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 Госагропрома СССР

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМШиТИ им.Маршаковского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

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

"УТВЕРДАЮ"

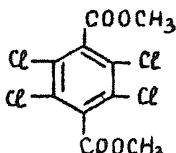
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

"22" мая 1985 г.

№ 3882-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ДАКТАЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ
ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ



М.М. 332, I9

Дактал, синонимы: тетрал, ДАК-893, ДАК, ДХФК, хлортал

Химическое название- Диметиловый эфир 2,3,5,6-тетрахлортере-
фталевой кислоты. Кристаллическое вещество белого цвета, без
запаха, температура плавления 156⁰С. Давление пара 6,58·10⁻⁵
мм рт.от при 20⁰С. Растворимость в воде 0,5 мг/л. Растворим
в ацетоне, бензоле, гексане, умеренно растворим в спиртах.
Малотоксичен для теплокровных животных. LD₅₀ для крыс при
введении в желудок 3000 мг/кг.

МДУ в растительных пищевых продуктах 3,0 мг/кг, ПДК в
воде водоемов 1,0 мг/л, ПДК в почве 0,1 мг/кг.

Рекомендуемый ОБУВ в воздухе рабочей зоны 1,0 мг/м³.

Применяется в качестве гербицида для борьбы с ползучими сорняками на газонах, против однолетних злаковых и широколистных сорняков.

Рекомендуется как предвсходовый гербицид в посевах сои, капусты, лука.

Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль+пары.

1. Характеристика метода

Метод основан на газохроматографическом определении дактала с пламенно-ионизационным или электронозахватным детектором на неподвижной фазе S_{B-30} после выделения из воздушных проб аэрозоля адсорбцией на аэрозольный фильтр, паров - улавливанием в поглотительный раствор (этиловый спирт).

Метрологическая характеристика метода (см.таблицу)

Таблица

Наименование показателей	Детекторы	
	пламенно-ионизацион- ного	электронозахват- ного
Диапазон определяемых концентраций, $\text{мг}/\text{м}^3$	0,5-10,0	0,002-0,040
Предел обнаружения, $\mu\text{г}$	0,05	0,0002
Предел обнаружения, $\text{мг}/\text{м}^3$	0,5	0,002
Среднее значение определения стандартных количеств в пробе (С), %	95,0	95,0
Число параллельных определений, п	9	9
Стандартное отклонение, S	2,4	2,3
Относительное стандартное отклонение, ΔS	0,025	0,020
Доверительный интервал среднего при $P=0,95$ и $n=1,6$	$95,0 \pm 1,8$	$95,0 \pm 1,6$

Среднее значение определения стандартных количеств и доверительный интервал среднего рассчитывался для концентраций $0,5; 2,5; 5,0 \text{ мг}/\text{м}^3$ (для ПИД) и $0,002; 0,020; 0,040 \text{ мг}/\text{м}^3$ (для ДЭЗ).

Определение не мешают ХОП, симм.триазины, гербициды группы феноксиалканкарбоновых кислот и др., а также полу- продукты производства дактала (гекоахлорпаратексилол, тетра- хлортерфталоидихлорид и др.)

П. Реактивы, растворы и материалы

Дактал (96%-ный)

Азот технический газообразный, ГОСТ 293-74, в баллоне с редуктором.

Азот особой чистоты газообразный, ГОСТ 9293-74, в баллоне с редуктором.

Водород технический, ГОСТ 3022-70, в баллоне с редуктором
Гексан "ч" ТУ 6-09-3375-78.

Спирт этиловый технический ГОСТ 18300-72.

Неподвижная жидкая фаза: 5% метилсиликона SE-30 на хроматоне N-AW-DCS (фр. 0,20-0,25).

Фильтр аэрозольный аналитический АФА-ХЛ-18.

III. Приборы и посуда

Хроматограф ^с пламенно-ионизационным или электронозахват- ным детектором типа "Цвет", "Газохром" и др.

Колонка хроматографическая стеклянная размером 130x0,35 см

Микрошипци МШ-10, ТУ 2-833-106

Испаритель ротационный ИР-1М ТУ 25-Т1-917-74.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Логотиптер Рыхтера ТУ 25-Т1-1081-75 (средняя модель).

Фильтродержатель.

Колба грушевидная для отгонки растворителя ГОСТ 10394-72

Стаканы химические ГОСТ 10394-72.

Калбы мерные, цилиндры ГОСТ 1770-74.

Пипетки различной ёмкости ГОСТ 20292-74.

Пробирки градуированные со шлифом ёмкостью 5 мл, ГОСТ 10515-75.

Баня ледяная.

Баня водяная., ТУ 64-1-2850-76

Стандартный раствор дактала № 1 с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением на весах 0,0500г в 50 мл гексана.

Раствор устойчив в течение недели.

Стандартный раствор дактала №2 с концентрацией 0,1мг/мл готовят разбавлением 5 мл стандартного раствора № 1 до 50мл гексаном. Раствор устойчив в течение недели.

Построение градуировочного графика.

При работе с ПИД: в 6 пробирок вносят стандартного раствора № 2 0,25 мл, стандартного раствора № 1 от 0,05 до 0,50 мл. Выпаривают содержимое пробирок досуха, остаток растворяют в 1 мл гексана. Хроматографируют по 2 мл каждого раствора. Хроматографируемые количества соответствуют 0,05-1,00 мкг дактала.

При работе с ЭЭД: в 6 пробирок вносят от 1 до 20 мкл стандартного раствора № 2, выпаривают содержимое пробирок досуха, остаток растворяют в 2 мл гексана. Хроматографируют по 4 мкл каждого раствора. Хроматографируемые количества соответствуют 0,0002-0,004 мкг дактала.

Хроматографирование каждого раствора проводят трижды, измеряют на хроматограммах высоту пиков, соответствующих дакталу, находят среднеарифметическую высоту. Стрягают график зависимости высоты пика от количества дактала для ПИД и ЭЭД.

Подготовка хроматографической колонки.

Хроматографическую колонку заполняют хроматоном, с нанесенной на него неподвижной фазой, устанавливают в термостат хроматографа и стабилизируют в токе газа-носителя при температурах 220⁰С в течение 74 и 200⁰С - 24.

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух, содержащий аэрозоль, со скоростью 4-5л/мин аспирируют через аэрозольный фильтр, помещенный в фильтродержател. Для анализа отбирают 50 л воздуха. Пробы можно хранить в течение недели.

Для улавливания паров воздух со скоростью 2л/мин аспирируют через два последовательно соединенных, погруженных в

ледяную баню поглотителя, каждый из которых заполнен 10 мл этилового спирта. Для анализа отбирают 50 л воздуха. Пробы можно хранить в течение недели.

Условия анализа

Аэрозольный фильтр извлекают из фильтродержателя, помещают в химический стакан и экстрагируют этиловым спиртом трижды порциями по 15 мл по 2-3 мин. Экстракти сливают в отгонную колбу. Поглотители промывают этиловым спиртом порциями по 2 мл, смывы также сливают в отгонную колбу.

Растворитель отгоняют десуха (ротационный испаритель, ток воздуха). Сухой остаток растворяют в гексане и аликовую хроматографируют.

Условия хроматографирования.

Наименование показателей	значение для	
	ПИД	ДЗЗ
Температурный режим	изотермический	
Температура термостата (С°)		
колонок	200	200
испарителя	250	250
декектора	-	230
Газ-носитель	азот технический	азот особой чистоты
Скорость газовых потоков (мл/мин.)		
газа-носителя через колонку	100	30
газа-носителя через продувочную камеру детектора	-	150
водорода	50	-
воздуха	500	-
Объем раствора пробы, мл	1,0	2,0
Объем хроматографируемого раствора, мкл	2	4
Абсолютное время удерживания, мин	3,3	3,6
Линейный динамический диапазон детектирования, мил	0,05-5,0	0,0002-0,004
Число теоретических тарелок	144	144
Способ количественного определения	метод абсолютной калибровки	

Пробу хроматографируют трижды, измеряют на хроматограмме высоту пиков дактала, находят средне-арифметическую высоту

и по градуировочному графику находят количество дактала в анализируемом объеме раствора пробы.

Концентрацию дактала (Х) в воздухе в $\text{мг}/\text{м}^3$ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}$$

где: G- количество дактала, найденное в анализируемом объеме раствора по градуировочному графику, мкг;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - хроматографируемый объем пробы, мл;

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

У1. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№ 2455-81, 20.10.81 г.).

УП. Разработчики

Пиленкова И.И., Фатянова А.Д., Дегтева А.И. (Воеоовзный НИ технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений - ВНИТИГ, г.Уфа)

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

1. Временные методические указания по определению актэллика и базудина в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии	22 мая 1985 г. №3888-85	3
2. Временные методические указания по определению актэллика в биологическом материале хроматографи- ческими методами (дополнение к №2085-79)	21 ноября 1985 г. №4038-85	II
3. Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах растениеводства методом тонкослойной хроматографии (дополнение к №1350-75 от 22.09.75 г.)	22 мая 1985 г. №3886-85	19
4. Методические указания по определению примидида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии	21 ноября 1985 г. №4028-85	24
5. Методические указания по определению сульфидофоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии	3 января 1985 г. №3198-85	33
6. Методические указания по определению остаточных количество <u>хлорофоса</u> в картофеле хроматоэнзимным методом (дополнение к №3185-85 от 03.01.85 г.)	22.05.85 г. №3895-85	39

стр.

Хлорорганические пестициды

7. Временные методические указания по определению <u>блазера</u> в воде, почве, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое	27 ноября 1984 г. №3156-84	43
8. Временные методические указания по определению <u>дилора</u> в меде методом тонкослойной хроматографии	22 мая 1985 г. №3884-85	51
9. Временные методические указания по хроматографическому определению <u>ДЦ</u> в воде	22 мая 1985 г. №3876-85	57
10. Временные методические указания по определению <u>модауна</u> в воде и почве газожидкостной хроматографией	21 ноября 1985 г. №4030-85	60
11. Методические указания по определению <u>тиодана</u> и продуктов его превращения в воде хроматографическими методами	21 ноября 1985 г. №4035-85	64
12. Временные методические указания по определению триаллата методом газожидкостной хроматографии в воде, почве и зерне пшеницы	21 ноября 1985 г. №4032-85	73
13. Временные методические указания по определению методами ГЖХ и ТСХ <u>аналога ивенильного гормона</u> <u>п-хлорбензилового эфира гераниола</u> в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях	12 апреля 1985 г. №3254-85	81

стр.

14. Временные методические указания по определению остаточных количеств <u>фюзилада</u> в свекле методом газожидкостной хроматографии	22 мая 1985 г. №3875-85	88
15. Временные методические указания по определению регулятора роста растений <u>ЭБ-5</u> в воде, растительном материале методом ТСХ	21 ноября 1985 г. №4031-85	93
16. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (<u>α</u> -изомера ГХГ, <u>γ</u> -изомера ГХГ, гептахлора, алльдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии	1 июля 1986 г. №4120-86	99
<u>Азотсодержащие пестициды</u>		
17. Временные методические указания по определению <u>ацетала</u> в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГЖХ и ТСХ	21 ноября 1985 г. №4029-85	113
18. Методические указания по определению <u>дифенамила</u> в воде в воде методом тонкослойной хроматографии	21 ноября 1985 г. №4033-85	123
19. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропицислоты в почве методом газожидкостной хроматографии	31 июля 1984 г. №3072-84	127

отр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 136
21. Методические указания по определению монурона и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 142
22. Временные методические указания по определению набу в воде, почве, капусте, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое 22 мая 1985 г. №3880-85 148
23. Временные методические указания по определению раундала в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)
21 ноября 1985 г. №4034-85 156
24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами
3 января 1985 г. №3200-85 162
25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ТСХ 22 мая 1985 г. №3894-85 167
26. Временные методические указания по определению стомпа методом ТСХ в табаке
12 апреля 1985 г. №3252-85 171
27. Методические указания по определению тилта в растениях, почве, воде методом газожидкост-

	стр.
ной хроматографии	360
3 января 1985 г. № 3190-85	179
28. Методические указания по определению <u>триадимина-фона</u> (байлетона) методом ТСХ в воде	184
22 мая 1985 г. № 3892-85	184
29. Методические указания по определению <u>фенмедифамина</u> и <u>десмедифамина</u> в воде природных водоемов ТСХ	189
21 ноября 1985 г. № 4036-85	189
<u>Прочие пестициды</u>	
30. Временные методические указания по определению остаточных количеств <u>арилона</u> по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией	196
21 ноября 1985 г. № 4057-85	196
31. Методические указания по определению <u>гидразида малеиновой кислоты</u> в табаке колориметрическим методом	204
12 апреля 1985 г. № 3251-85	204
32. Методические указания по определению <u>диметилсульфоксида</u> и его метаболита <u>диметилсульфона</u> методом газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, картофеле и зеленой массе	211
28 мая 1986 г. № 4119-86	211
33. Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата 320-К в зерне и воде тонкослойной хроматографией	217
22 мая 1985 г. № 3890-85	217
34. Временные методические указания по определению <u>ДРХ-4189 (ГДИН)</u> в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии	225
22 мая 1985 г. № 3865-85	225

Методические указания по определению пастинидов в воздухе

35. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетала и его продукта II-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанила в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4027-85 230
36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препартивной формы АИГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4025-85 235
37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилкетеноат и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4024-85 239
38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалериата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4026-85 243
39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2,4-Д в воздухе рабочей зоны 1 июля 1986 г. №4122-86 247
40. Временные методические указания по определению дактала в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом 22 мая 1985 г. №3882-85 254
41. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации диметилсульфата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4021-85 260

стр.

42. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дозанекса, 3-хлор-4-метоксианилида, 3-хлор-4-метоксинитробензола в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4017-85 266
43. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций изина в воздухе рабочей зоны 1 июля 1986 г. №4127-86 275
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленацита в воздухе рабочей зоны 1 июля 1986 г. №4125-86 279
45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций линурона в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4020-85 284
46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций лонтреза в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4016-85 288
47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлорал в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций никала в воздухе рабочей зоны 22 мая 1985 г. №3881-85 307

стр.

49. Временные методические указания по измерению концентрации в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами
22 мая 1985 г. №3887-85 315
50. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации пентахлорнитробензола в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4041-85 322
51. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ресина в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4126-86 327
52. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ромуцила в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4018-85 331
53. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций триадимефона (байлетона) в воздухе рабочей зоны
22 мая 1985 г. №3893-85 335
54. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хостаквика в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4124-86 340
55. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации фозалона и полупродуктов его производства бензоказолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоказолона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

56. Временные методические указания по фотометрическому измерению концентрации препарата ЭБФ-5 в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. № 4023-85 350
57. Методические указания по определению лепидоцида на обработанных им растениях иммунофлюоресцентным методом
22 мая 1985 г. № 3891—85 355