

**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 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

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 ИГиЛТМ им.Маршановского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

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

"УТВЕРЖДАЮ"

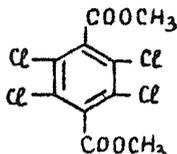
Заместитель Главного государственного  
санитарного врача СССР

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 - Диметилловый эфир 2,3,5,6-тетрахлортере-  
фталевои кислоты. Кристаллическое вещество белого цвета, без  
запаха, температура плавления 156°C. Давление пара  $6,58 \cdot 10^{-5}$   
мм рт.ст при 20°C. Растворимость в воде 0,5 мг/л. Растворим  
в ацетоне, бензоле, гексане, умеренно растворим в спиртах.  
Малотоксичен для теплокровных животных. LD<sub>50</sub> 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.

Рекомендуемая ОБУВ в воздухе рабочей зоны 1,0 мг/м<sup>3</sup>.

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

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

Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль+пары.

### I. Характеристика метода

Метод основан на газохроматографическом определении дахтала с пламенно-ионизационным или электрозахватным детектором на неподвижной фазе  $Sb_2O_3$  после выделения из воздушных проб аэрозоля адсорбцией на аэрозольный фильтр, паров - улавливанием в поглотительный раствор (этиловый спирт).

Метрологическая характеристика метода (см. таблицу)  
Таблица

Наименование показателя	Детекторы	
	пламенно-ионизационного	электрозахватного
Диапазон определяемых концентраций, мг/м <sup>3</sup>	0,5-10,0	0,002-0,040
Предел обнаружения, мкг	0,05	0,0002
Предел обнаружения, мг/м <sup>3</sup>	0,5	0,002
Среднее значение определения стандартных количеств в пробе (С), %	95,0	95,0
Число параллельных определений, n	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, %	95,0±1,8	95,0±1,6

Среднее значение определения стандартных количеств и доверительный интервал среднего рассчитывался для концентраций 0,5; 2,5; 5,0 мг/м<sup>3</sup> (для ПИД) и 0,002; 0,020; 0,040 мг/м<sup>3</sup> (для ДЗЗ).

Определение не мешает ХОП, симметриазина, гербициды группы феноксикалканкарбоновых кислот и др., а также продукты производства дактала (гексохлорпаракилол, тетра-хлортерефталоидхлорид и др.)

#### П. Реактивы, растворы и материалы

Дактал (96%-ный)

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

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

Водород технический, ГОСТ 2022-70, в баллоне с редуктором  
Гексан "ч" ТУ 6-09-3375-78.

Спирт этиловый технический ГОСТ 18300-72.

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

Фильтр аэрозольный аналитический АФА-ХА-18.

#### Ш. Приборы и посуда

Хроматограф <sup>с</sup>пламенно-ионизационным или электрозахватным детектором типа "Цвет", "Газохром" и др.

Колонка хроматографическая стеклянная размером 130x0,35 см  
Микрошприц МП-10, ТУ 2-833-106

Испаритель ротационный ИР-1М ТУ 25-11-917-74.

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Горелочный Рихтера ТУ 25-11-1081-75 (средняя модель).

Фильтродержатель.

Колба грушевидная для отгонки растворителя ГОСТ 10394-72

Стаканы химические ГОСТ 10394-72.

Колбы мерные, цилиндры ГОСТ 1770-74.

Пипетки различной емкости ГОСТ 20292-74.

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

Баня ледяная.

Баня водяная, ТУ 64-I-2850-76

Стандартный раствор дактала № 1 с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением навески 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 мкл каждого раствора. Хроматографируемые количества соответствуют 0,05-1,00 мкл дактала.

При работе с ЭЗД: 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 мкл дактала.

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

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 220°C в течение 7ч и 200°C - 2ч.

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух, содержащий аэрозоль, со скоростью 4-5л/мин аспирируют через аэрозольный фильтр, помещенный в фильтродержатель. 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.

**У. Условия анализа**

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

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

**Условия хроматографирования.**

Наименование показателей	значение для	
	ПИД	ДЭЭ
Температурный режим	изотермический	
Температура термостата (С°)		
колонок	200	200
испарителя	250	250
детектора	-	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, мкл	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 ( $X$ ) 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,  $\text{мг}$ ;

$V_1$  - общий объем пробы,  $\text{мл}$ ;

$V$  - хроматографируемый объем пробы,  $\text{мл}$ ;

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

#### VI. 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.).

#### VII. Разработчики

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

## ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

- |    |   |                            |    |
|----|---|----------------------------|----|
| I. | Временные методические указания по определению <u>актеллика</u> и <u>базудина</u> в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии             | 22 мая 1985 г. №3888-85    | 3  |
| 2. | Временные методические указания по определению актеллика в биологическом материале хроматографическими 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    | I9 |
| 4. | Методические указания по определению примипида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии                   | 21 ноября 1985 г. №4028-85 | 24 |
| 5. | Методические указания по определению сульфидифоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии  | 3 января 1985 г. №3198-85  | 33 |
| 6. | Методические указания по определению остаточных количеств <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 блазера 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 дилора в меде методом тонкослойной хроматографии  
22 мая 1985 г. №3684-85 51
9. Временные методические указания по хроматографическому определению ДЦ в воде  
22 мая 1985 г. №3876-85 57
10. Временные методические указания по определению модауна в воде и почве газожидкостной хроматографией  
21 ноября 1985 г. №4030-85 60
11. Методические указания по определению тиодана 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 ГЖ и ТСХ аналога ювенильного гормона п-хлорфенилового эфира гераниола в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях  
12 апреля 1985 г. №3254-85 81

стр.

14. Временные методические указания по определению остаточных количеств физзилада в свекле методом газожидкостной хроматографии  
22 мая 1985 г. №3875-85 88
15. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБЭ-5 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 (α-изомера ГХЦП, γ-изомера ГХЦП, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля 1986 г. №4120-86 99
- Азотсодержащие пестициды
17. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГХ и ТСХ  
21 ноября 1985 г. №4029-85 II3
18. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии  
21 ноября 1985 г. №4033-85 I23
19. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии  
31 июля 1984 г. №3072-84 I27

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ  
12.04.85 г. №3253-85 I36
21. Методические указания по определению монуро-на и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 I42
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 I48
23. Временные методические указания по определению раундапа в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)  
21 ноября 1985 г. №4034-85 I56
24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами  
3 января 1985 г. №3200-85 I62
25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ГЖХ 22 мая 1985 г. №3894-85 I67
26. Временные методические указания по определению стомпа методом ГЖХ в табаке  
12 апреля 1985 г. №3252-85 I71
27. Методические указания по определению тилта в растениях, почве, воде методом газожидкост-

- ной хроматографии  
3 января 1985 г. № 3190-85 179
28. Методические указания по определению триадимифона (байлетона) методом ТСХ в воде  
22 мая 1985 г. № 3892-85 184
29. Методические указания по определению фенмедифама и десмедифама в воде природных водоемов ТСХ  
21 ноября 1985 г. № 4036-85 189
- Прочие пестициды
30. Временные методические указания по определению остаточных количеств арилона по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией  
21 ноября 1985г. № 4057-85 196
31. Методические указания по определению гидразида малеиновой кислоты в табаке колориметрическим методом  
12 апреля 1985г. №3251-85 204
32. Методические указания по определению диметилсульфоксида и его метаболита диметилсульфона методом газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, картофеле и зеленой массе  
28 мая 1986 г. № 4119-86 211
33. Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата 320-К в зерне и воде тонкослойной хроматографией  
22 мая 1985 г. № 3890-85 217
34. Временные методические указания по определению ДРХ-4189 (ГЛИН) в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии  
22 мая 1985г. № 3885-85 225

Методические указания по определению пестицидов в воздухе

35. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетала и его продукта II-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4027-85 230
36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препаративной формы АКГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4025-85 235
37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4024-85 239
38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалерлата 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 дакталя 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 ивина в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4127-86 275
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленапила в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4125-86 279
45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций динурона в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4020-85 284
46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций донтрежа в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4016-85 288
47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлораля в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций милкала 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 ромулида 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 бензоксазолон и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

