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 — 1988

gost.e-ecolog.ru

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 ИМШиТМ им.Марциновского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

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

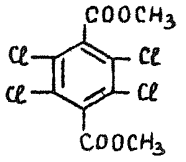
"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 22 " мая 1985 г.

№ 3882-85

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



М.М. 332,19

Дактал, синонимы: тетрал, ДАК-893, ДАК, ДХФК, хлортал Химическое название- Диметиловый эфир 2,3,5,6-тетрахлортерефталевой кислоты. Кристаллическое вещество белого цвета, без запаха, температура плавления 156°С. Давление пара $6,58 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст при 20°С. Растворимость в воде 0,5 мг/л. Растворим в ацетоне, бензоле, гексане, умеренно растворим в спиртах. Малотоксичен для теплокровных животных. $ЛД_{50}$ 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/м^3.

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.

I. Характеристика метода

Метод основан на газохроматографическом определении дактала с пламенно-ионизационным или электронозахватным детектором на неподвижной фазе SE-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-ионизационного	электронозахватного
Диапазон определяемых концентраций, мг/м^3	0,5-10,0	0,002-0,040
Предел обнаружения, мкг	0,05	0,0002
Предел обнаружения, мг/м^3	0,5	0,002
Среднее значение определения стандартных количеств в пробе (C), %	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^3 (для ПИД) и 0,002;0,020;0,040 мг/м^3 (для ДЗЗ).

Определению не мешают ХОП, симм.триазины, гербициды группы фенокси алканкарбоновых кислот и др., а также полупродукты производства дактала (гексахлорпараксилол, тетрахлортерефталоилдихлорид и др.)

II. 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 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-ДМCS (фр. 0,20-0,25).

Фильтр аэрозольный аналитический АФА-ХА-18.

III. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным или электронозахватным детектором типа "Цвет", "Газохром" и др.

Колонка хроматографическая стеклянная размером 130х0,35см

Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-106

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

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Поглотитель Рыхтера 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 I мг/мл готовят растворением навески 0,0500г в 50 мл гексана. Раствор устойчив в течение недели.

Стандартный раствор дактала №2 с концентрацией 0,Iмг/мл готовят разбавлением 5 мл стандартного раствора № I 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 № I от 0,05 до 0,50мл. Выпаривают содержимое пробирок досуха, остаток растворяют в I 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 I 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 ДЭЗ.

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°С в течение 7ч и 200°С - 2ч.

IУ. 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	ДЭЗ
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 мг/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.

УI. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабоарториях, 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., Фатьянова 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 актеллика и базудина 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)
2I 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 примицида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии
2I 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 количеств хлорофоса 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. №3884-85 51

9. Временные методические указания по хроматографическому определению ДД в воде
22 мая 1985 г. №3876-85 57

10. Временные методические указания по определению иодауна 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 ГЖХ 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.

I4. Временные методическиему указания по определению остаточных количеств фозилада в свекле методом газожидкостной хроматографии

22 мая I985 г. №3875-85 88

I5. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБФ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ

2I ноября I985 г. №403I-85 93

I6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХЦГ, γ-изомера ГХЦГ, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля I986 г. №4I20-86 99

Азотсодержащие пестициды

I7. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГЖХ и ТСХ

2I ноября I985 г. №4029-85 II3

I8. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии

2I ноября I985 г. №4033-85 I23

I9. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии

3I июля I984 г. №3072-84 I27

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 136

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 раундапа 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-

ной хроматографии
3 января 1985 г. № 3190-85 179

28. Методические указания по определению триадимефона (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. № 4037-85 196

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

стр.

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 АМГ-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 геранилизовалерата 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 I 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 ивина в воздухе рабочей зоны
I июля 1986 г. №4127-86 275

44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленацила в воздухе рабочей зоны
I 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 лонтрела в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4016-85 288

47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлорала в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298

48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций инкала 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 ромунида 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 бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

Стр.

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

Л-39603 от 12.02.88. Зак. 1327. Тир. 2000 экз. Объем 23 п. л.
[illegible]×84/16 Ротапринт

gost.e-ecolog.ru

Москва. Типография ВАСХНИЛ