

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ  
ООО «АХК-АГРО»

ОКДП2 20.20.12.000

Группа Л16



УТВЕРЖДАЮ:

Директор ООО «АХК-АГРО»

Рахимов Р.К.

«\_\_» \_\_\_\_\_ 2023 г.

**Гербицид Опричник, СЭ**

**(300 г/л 2,4-Д кислоты (2-этилгексиловый эфир) + 6,25 г/л  
флорасулама)**

**Технические условия**

**ТУ 20.20.12-013-14700327-2023  
(Взамен ТУ 20.20.12-13-14700327-2019)**

Дата введения «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ г.

Без ограничения срока действия

РАЗРАБОТАНО:

Начальник цеха  
ООО «АХК-АГРО»

Манойлов А.М.  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 2023 г.

СОГЛАСОВАНО:

Генеральный директор  
ООО «Агроком»

Комаров В.Ю.  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 2023 г.



Начальник лаборатории

Муллагулова Л.М.  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 2023 г.

Главный технолог  
производства ООО «АХК-АГРО»

Данилов В.А.  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 2023 г.

Уфа – 2023 г.

## 1. Назначение и область применения

Настоящие технические условия распространяются на гербицид Опричник, СЭ, (300 г/л 2,4-Д кислоты (2-этилгексильный эфир) + 6,25 г/л флорасулама), (далее по тексту - препарат), который применяется в сельскохозяйственном производстве для борьбы с однолетними двудольными, в том числе устойчивыми к 2,4-Д и некоторыми многолетними двудольными сорняками на посевах пшеницы озимой и яровой, ячменя, кукурузы

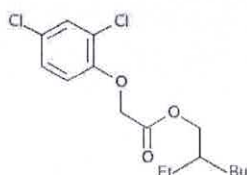
Действующие вещества препарата – 2,4-дихлорфеноксиуксусная кислота (2,4-Д кислота) и флорасулам, В составе препарата действующее вещество 2,4-Д кислота имеет форму 2-этилгексильного эфира.

### 2-этилгексильный эфир 2,4-Д кислоты (ISO)

Химическое название по IUPAC: 2-этилгексил(2,4-дихлорфенокси)ацетат  
№ CAS: 1928-43-4

Формулы: Молекулярная –  $C_{16}H_{22}Cl_2O_3$

Структурная



Молекулярная масса: 333,3

### Флорасулам (ISO)

Химическое название по IUPAC: 2',6',8-трифтор-5-метокси[1,2,4]триазол-[1,5-с]пиримидин-2-сульфонамид  
№ CAS: 145701-23-1

Формулы Молекулярная  $C_{12}H_8F_3N_5O_3S$

Структурная:



Молекулярная масса 359.28

Пример обозначения продукции при заказе или в других документах:

Гербицид Опричник СЭ, (300 г/л 2,4-Д кислоты (2-этилгексилловый эфир) + 6,25 г/л флорасулама) по ТУ **20.20.12-013-14700327-2019**.

Настоящие технические условия разработаны в соответствии с обязательными требованиями ГОСТ Р 1.3-2018.

## 2. Технические требования

2.1. Препарат Опричник СЭ, (300 г/л 2,4-Д кислоты (2-этилгексильный эфир) + 6,25 г/л флорасулама) - должен соответствовать требованиям ГОСТ Р 51247 и настоящим техническим условиям, изготавливаться по рецептуре и технологическому регламенту, утвержденным в установленном порядке

Препарат состоит из 2-этилгексильного эфира 2,4-Д кислоты, флорасулама техн., ПАВ, антифриза, загустителя и воды

2.2. По физико-химическим свойствам препарат должен соответствовать требованиям таблицы 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика или норма	Методы испытаний
1	2	3
1. Внешний вид, цвет	жидкость коричневого цвета	п. 8.1
2. Массовая доля действующих веществ, г/л: 2.1 2,4-Д кислоты или (2,4-Д кислоты 2-этилгексильный эфир) 2.2. флорасулама	300 ± 15 452 ± 23 6,25 ± 1,00	п. 8.2
3. Стабильность 1%-ной (по препарату) суспензии после 1 часа отстаивания	Допускается выделение не более 0,2 мл маслянистого слоя. Допускается выделение легкоподвижного слоя, исчезающего при переворачивании отстойника	п. 8.3
4. pH 2% суспензии	5,0-7,5	ГОСТ Р 50550
5. Массовая доля хлорфенолов в пересчете на 2,4-дихлорфенол, %, не более	0,2	п. 8.4
6. Стойкость при охлаждении до минус 10°C в течение 2-х часов* * Определение проводят по требованию или при декларировании продукта	внешний вид препарата после оттаивания должен соответствовать требованиям п 5.1	ГОСТ Р 51247, п. 7.4

Плотность препарата при 20 °С (1040±20) кг/м<sup>3</sup>.



### 3 Требования безопасности

В соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.007 действующие вещества – 2,4-Д кислота, технический продукт – 2,4-Д кислоты 2-этилгексильный эфир и флорасулам вещества высоко опасные ( 2 кл. опасности ) ,

По степени воздействия на организм препарат при применении и хранении - высоко опасен (2 класс опасности по [2]).

Опричник ,СЭ –умеренно опасный продукт, соответствует «Единым санитарно-эпидемиологическим требованиям и гигиеническим требованиям к товарам, подлежащим санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю) [2]

Параметры острой токсичности препарата:

Острая пероральная токсичность ЛД<sub>50</sub> перорально (крысы) более 2000 мг/кг острая дермальная токсичность ЛД<sub>50</sub> (крысы) более 2000 мг/кг;

Острая ингаляционная токсичность ЛК<sub>50</sub> (крысы) более 4860 мг/м<sup>3</sup> не раздражает кожу , не раздражает слизистые оболочки глаз.

Не обладает сенсibiliзирующим действием

Кумулятивные свойства слабо выражены (К кум > 5)

Лимитирующий показатель вредного воздействия – общетоксический

Параметры токсичности 2,4-Д кислоты этилгексильного эфира.

Острая пероральная токсичность: ЛД<sub>50</sub>, крысы 898 мг/кг м.т.

Острая кожная токсичность: ЛД<sub>50</sub> крысы более 2000 мг/кг ;

Острая ингаляционная токсичность: ЛК<sub>50</sub> крысы 5400 мг/м<sup>3</sup>.

Слабо раздражает кожу и слизистые оболочки глаз.

Умеренный аллерген

Потенциально онкогенно опасное вещество (2С - класс опасности по [2] ). Тератогенными и эмбриотоксичными свойствами не обладает, влияние на репродуктивную функцию отмечено при дозах, токсичных для материнского организма.

ДСД (для 2,4-Д кислоты) –0,01 мг/кг веса тела человека [5]

Параметры токсичности флорасулама:

Острая пероральная токсичность: ЛД<sub>50</sub> для крыс - более 5000 мг/кг;

Острая дермальная токсичность ЛД<sub>50</sub> для крыс более 2000 мг/кг ;не

Острая ингаляционная токсичность ЛК<sub>50</sub> (крысы) более 5000 мг/м<sup>3</sup>

Раздражает слизистые оболочки глаз и кожу;

Не обладает сенсibiliзирующим действием

Не проявляет мутагенных и канцерогенных свойств. Не обладает тератогенным и эмбриотоксическим действием. Репродуктивные свойства не выявлены

ДСД – 0,05 мг/кг м.т. человека [5]

3.2. Изготовление и фасовка препарата производится по рецептуре и технологическому регламенту, утвержденным в установленном порядке, при соблюдении общих требований безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.2.003, ГОСТ 12.1.004, , СП 2.2.3670-20.

3.3. Все рабочие должны быть обеспечены респиратором РУ-60М или РПГ-67 с патроном марки А и комплектом средств индивидуальной защиты в соответствии с [10]

3.4 В производственных помещениях запрещается курить, пить, принимать пищу.

Перед курением и едой необходимо тщательно вымыть руки и лицо с мылом, прополоскать рот.

После работы необходимо тщательно вымыть руки водой с мылом, принять душ и переодеться.

3.5. Меры первой доврачебной помощи.

Признаки отравления:

Головная боль, общая слабость, раздражение верхних дыхательных путей; наблюдались тошнота, рвота, жжение во рту, в отдельных случаях – кратковременная потеря сознания.

В случае попадания препарата в организм человека необходимо:

- немедленно отстранить пострадавшего от работы и вывести его из зоны воздействия пестицида,
- осторожно снять с пострадавшего одежду, респиратор, перчатки, избегая попадания препарата на кожу или органы дыхания;
- при попадании на кожные покровы – удалить куском ткани, ваты или мягкой бумаги, избегая грубого растирания кожи, а затем обмыть загрязненный участок водой с мылом;
- при попадании на одежду – после снятия загрязненной одежды или обуви, промыть водой участки возможного загрязнения кожи;
- при попадании в глаза – тотчас промыть глаза при разомкнутых веках большим количеством чистой проточной воды;
- при вдыхании – вывести пострадавшего на свежий воздух
- при случайном проглатывании – прополоскать рот водой. Дать пострадавшему выпить 1-2 стакана воды со взвесью энтеросорбента (активированный уголь, «Энтерумин», «Полисорб»), затем вызвать рвоту



раздражением задней стенки глотки после чего вновь выпить 1-2 стакана воды со взвесью сорбента и немедленно обратиться к врачу

При потере сознания у потерпевшего не вводить никаких лекарств. Немедленно вызвать врача или доставить потерпевшего в медицинское учреждение.

Специфических антидотов нет. Применять симптоматическую терапию.

В случае необходимости проконсультироваться в токсикологическом центре: 129010, Москва, Большая Сухаревская площадь, д.3, корп. 7 ФГУ «Научно-практический токсикологический центр ФМБА России» (работает круглосуточно) тел. (495)628-16-87; факс 621-68-85.

3.6. Препарат – негорючая жидкость по ГОСТ 12.1.044 .

В случае возникновения пожара в помещении , где находится препарат вызвать пожарную команду и приступить к тушению очагов возгорания

Рекомендуемые средства тушения пожара: пена, двуокись углерода, сухие порошки, вода, огнетушители марок: ОУ-5 или ОУ-8, ОХП-10, ОУБ-7. При тушении не допускать растекания средств тушения пожара. Тонко распыленная вода может быть использована для охлаждения емкостей.

При пожаре опасны газообразные продукты разложения

При тушении пожара использовать полные защитные костюмы и аппараты автономного дыхания.

3.7. Во всех производственных помещениях должны быть: аптечка первой доврачебной помощи и средства тушения пожара.

3.8. При хранении, транспортировании препарата должны соблюдаться ГОСТ 14189 , СП 2.2.3670-20, [3,4]

#### **4 Требования охраны окружающей среды**

4.1. Охрана окружающей среды должна проводиться в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02, СП 2.2.3670-20 и в соответствии с технологическим регламентом, утвержденным в установленном порядке.

4.2. Контроль за состоянием окружающей среды необходимо проводить в соответствии СанПиН 1.2.3685-21[5] по методикам, утвержденным в установленном порядке [9]

Контроль осуществляется предприятием; при отсутствии производственной лаборатории - в аккредитованных лабораториях на договорной основе.

При производстве препарата технологических отходов, ведущих к прямому или косвенному загрязнению окружающей среды, не образуется. Защиту окружающей среды от воздействия веществ, используемых в технологическом процессе получения препарата, обеспечивают тщательной герметизацией оборудования. Жидкие и твердые отходы отсутствуют.

#### 4.3. Рекомендуемые гигиенические нормативы [5]

##### 2-этилгексилловый эфир 2,4-Д кислоты

ПДК в воздухе рабочей зоны – 0,5 мг/м<sup>3</sup>;

ПДК в атмосферном воздухе мг/м<sup>3</sup>–0,004 (с.-с), 0,01 (м,р.)

##### 2,4-Д кислота

ПДК в почве – 0,1 мг/кг (тр.);

ПДК в воде водоемов\* – 0,0002 мг/дм<sup>2</sup> (с-т);

ПДК в воздухе рабочей зоны – 1,0 мг/м<sup>3</sup>;

ОБУВ в атмосферном воздухе – 0,0001 мг/м<sup>3</sup>

МДУ зерно хлебных злаков, кукуруза (зерно) – 0.05 мг/кг

МДУ кукуруза (масло) – 0.1 мг/кг.

##### Флорасулам

ПДК воздух рабочей зоны – 1.0 мг/м<sup>3</sup> (а)

ОБУВ атмосферный воздух – 0.04 мг/м<sup>3</sup>

ПДК в воде водоемов\* – 0.01 мг/л (общ.)

ОДК в почве – 0.1 мг/кг

МДУ зерно хлебных злаков – 0.05 мг/кг

МДУ кукуруза (зерно, масло) – 0.1 мг/кг.

\*- в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования.

#### 4.4. Экотоксикологическая информация

Препарат малоопасен для пчёл (3 класс опасности).

Опричник,СЭ опасен для воды водных объектов, имеющих рыбохозяйственное значение. Запрещено применение препарата в водоохраной зоне водных объектов[11]

4.5. При случайном проливе препарата, устранить утечку, собрать разлитый препарат насосом или использовать инертные сорбирующие материалы (песок, глина), присыпав место пролива инертным материалом. Загрязненный материал собрать деревянной лопатой в плотно закрывающийся промаркированный контейнер и утилизировать в соответствии с [7].

Пришедший в негодность препарат, отходы, не подлежащие утилизации подлежат сбору и вывозу на предприятия по уничтожению токсичных



промышленных отходов для ликвидации путем термического обезвреживания при температуре выше 1000<sup>0</sup>С [12]

Освободившуюся тару сжигают в специально приспособленной установке. Категорически запрещается использовать тару под питьевую воду, фураж и продукты.

4,6. Применение препарата регламентируется [1]

## 5. Требования к маркировке

5.1. Препарат маркируют в соответствии с ГОСТ 14189(изм 1,2) и ГОСТ 31340 . Содержание информации на тарной этикетке определяется требованиями в соответствии с [ 13] .Тарная этикетка регистрируется в МСХ

Способ нанесения маркировки – липкая аппликация

5.2. Характеристика опасности и предупредительная маркировка на потребительской таре (канистры):



Символ

Сигнальное слово- Осторожно

Надписи :

H351: Предполагается, что данное вещество вызывает раковые заболевания;

H400: чрезвычайно токсично для водных организмов.



5.3. На транспортной таре (ящики) - знак опасности классификационный шифр 9153 номер ООН 3082 Манипуляционные знаки (по ГОСТ 14192) «Пределы температуры» (от минус 10<sup>0</sup>С до плюс 30<sup>0</sup>С) и «Верх

## 6. Требования к упаковке

6.1. Упаковка должна соответствовать требованиям, установленным ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки», обеспечивать сохранность продукта и предотвращение возможности загрязнения окружающей среды

6.2. Препарат упаковывают в соответствии с ГОСТ 14189 ( с изм 1,2)

Потребительская тара:

Канистры из полиэтилена вместимостью 5, 10 и 20 дм<sup>3</sup> Наполняемость тары не более 94%.

Потребительская тара вместимостью до 10 дм<sup>3</sup> упаковывается в транспортную тару.

Транспортная тара – ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13841 (масса брутто не более 20 кг).

Допускается пакетирование канистр на плоских поддонах - по ГОСТ 9078, ГОСТ 9557 и ГОСТ 26381, пакетирование на ящичных поддонах по ГОСТ 9570. На поддоне устанавливаются канистры в 2 яруса.

## 7. Правила приемки

7.1. Принимают препарат партиями и проводят отбор проб для определения его качества по ГОСТ 14189 изм. 1-2.

Объем партии не более 5 т

7.2. Объем средней (представительской) пробы должен быть не менее 250 см<sup>3</sup>.

## 8. Методы контроля.

Для контрольной проверки качества препарата и его соответствия требованиям настоящих технических условий должны применяться методы анализа, указанные ниже.

8.1. Определение внешнего вида.

Внешний вид препарата определяют визуальным осмотром пробы, помещенной в пробирку по ГОСТ 25336.

8.2. Определение массовой доли 2,4-Д кислоты ( или 2-этилгексилового эфира 2,4-Д кислоты (2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты) и флорасулама (ФМ) в препарате Опричник, СЭ (300+6,5 г/л).

Определение основано на разделении 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты, ФМ и компонентов препарата методом ВЭЖХ и регистрации их с помощью УФ-детектора на длине волны  $\lambda=254$  нм (для ФМ) и 280 нм (для 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты).

Массовые доли 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты и ФМ вычисляют по площадям пиков методом внешнего стандарта. В качестве внешних стандартов используют 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты и ФМ - образцы сравнения для градуировки

8.2.1. Аппаратура, посуда, реактивы.



Хроматограф для высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектором, длины волн  $\lambda=280$  и  $254$  нм и компьютерным программным обеспечением.

Петлевой дозатор, объём петли  $20 \text{ мм}^3$ .

Микрошприц «Гамильтон», объём  $(50-100) \text{ мм}^3$ .

Колонка из нержавеющей стали длиной  $25 \text{ см}$  и внутренним диаметром  $4,6 \text{ мм}$ , заполнена сорбентом Nukleosil 100-5 C18.

2-этилгексилловый эфир 2,4-Д кислоты – образец сравнения для градуировки с известной высокой массовой долей основного вещества.

Флорасулам – образец сравнения для градуировки с известной высокой массовой долей основного вещества.

Весы лабораторные электронные (I) класса по ГОСТ Р/53228-2008,  $M_{\text{max}}=200 \text{ г}$ ,  $d=0,0001 \text{ г}$ .

Весы лабораторные электронные (I) класса по ГОСТ Р/53228-2008,  $M_{\text{max}}=80 \text{ г}$ ,  $d=0,00001 \text{ г}$ .

Пипетка 2-1(2)-5-1 по ГОСТ 23227-91.

Колбы Кн-1-50-14/23 или 19/26, Кн-1-100 -19/26 по ГОСТ 25336-82.

Цилиндр 1(2)-50-1(2); 1(2)-1000-1(2) по ГОСТ 1770-74.

Ванна ультразвуковая.

Фильтр мембранный  $0,45 \text{ мкм}$ ,  $\text{Ø}=47 \text{ мм}$  для фильтрования растворов.

Установка для фильтрования растворов.

Кислота уксусная ледяная, хч по ГОСТ 61-75.

Ацетонитрил для ВЭЖХ.

Вода – бидистиллят, деионизированная.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящих ТУ.

#### 8.2.2. Подготовка к проведению анализа.

##### 8.2.2.1. Приготовление элюентов .

- а) Элюент А: на каждые  $50 \text{ см}^3$  воды добавляют  $3 \text{ см}^3$  уксусной кислоты.
- б) Элюент В: ацетонитрил.
- в) Элюент С: ацетонитрил смешивают с водой в соотношении 5:2 (по объёму), добавляют уксусную кислоту по  $3 \text{ см}^3$  на каждые  $100 \text{ см}^3$  смеси.
- г) Элюент Д: на каждые  $100 \text{ см}^3$  воды добавляют  $11 \text{ см}^3$  уксусной кислоты.

##### 8.2.2.2. Подготовка хроматографической колонки.

Аналитическую колонку присоединяют к жидкостному хроматографу и уравнивают её в условиях проведения анализа, для чего пропускают через колонку элюенты А – 50% (насос А) и В - 50% (насос В) в течение (40-50) мин со скоростью потока элюента  $1,0 \text{ мл/мин}$ . После этого

проводят холостой градиент по программе анализа.

Ежедневно, после окончания работы, колонку промывают ацетонитрилом, водой и снова ацетонитрилом.

### 8.2.3. Условия проведения анализа.

Условия окружающей среды соответствуют инструкции, прилагаемой к хроматографу.

Жидкая фаза (элюенты)	А		В
	H <sub>2</sub> O-CH <sub>3</sub> COOH		CH <sub>3</sub> CN
Соотношение компонентов в элюентах	50	3	1
Скорость потока элюента, см <sup>3</sup> /мин	1,0		
Детектор УФ, длина волны, нм	254, 280		
Программа анализа:			
Время, мин	А, %	В, %	λ, нм
0	50	50	254
8	80	20	280
40	50	50	254
Температура термостата, °С	20		
Объём вводимой пробы, мкл	20		

В зависимости от модели применяемого хроматографа и эффективности используемой колонки в условия проведения анализа могут быть внесены некоторые изменения с целью достижения оптимального разделения компонентов препарата.

### 8.2.4. Приготовление растворов.

Для приготовления всех растворов образцы сравнения для градуировки, анализируемый препарат и растворители (элюенты) берут по весу. Результаты взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого или пятого десятичных знаков.

#### 8.2.4.1. Приготовление исходного градуировочного раствора.

Навески образцов сравнения ( $m_i$ ) 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты массой ~0,1500 г и ФМ массой ~0,00255 г помещают в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 50 см<sup>3</sup> элюента С ( $m_1$ ), тщательно перемешивают.

Вычисляют массовые концентрации 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты и ФМ в исходном градуировочном растворе ( $C_i$ , мг/г).

Готовят два градуировочных раствора и обозначают их А и В.

#### 8.2.4.2. Приготовление градуировочного раствора.



В колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 3,5 см<sup>3</sup> исходного градуировочного раствора ( $m_{исх}$ ), добавляют 36 см<sup>3</sup> элюента С ( $m_2$ ), тщательно перемешивают.

Вычисляют массовые концентрации 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты и ФМ в градуировочном растворе ( $C_j$ , мг/г).

Готовят два градуировочных раствора из исходных А и В и обозначают их № 1 и № 2.

#### 8.2.4 2. Приготовление рабочего раствора анализируемого препарата.

Навеску анализируемого препарата массой ( $m_{пр}$ ) ~0,11 г помещают в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> элюента Д, перемешивают (в руке) и добавляют 50 см<sup>3</sup> ацетонитрила ( $m_3$ ). Тщательно перемешивают.

Вычисляют массовую концентрацию анализируемого препарата в рабочем растворе ( $C_{пр}$ , мг/г).

Готовят два рабочих раствора анализируемого препарата и обозначают их № 3 и № 4.

#### 8.2.5. Проведение анализа.

Градуировочные растворы и рабочие растворы анализируемого препарата вводят в хроматограф по схеме: градуировочный раствор № 1, анализируемый раствор № 3, градуировочный раствор № 2, анализируемый раствор № 4. Ввод растворов по схеме повторяют дважды.

Детектирование проводят с переключением длин волн (вручную или по программе). Регистрация (детектирование) ФМ проходит на длине волны  $\lambda=254$  нм в период времени от 0 до 8 мин. Регистрация 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты проходит на длине волны  $\lambda=280$  нм в период времени от 8 до 40 мин.

Типовая хроматограмма препарата приведена на рисунке 1

Ориентировочное время удерживания в данных условиях ФМ ~ 5,6 мин., 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты ~ 19,7 мин.

#### 8.2.6. Обработка результатов

8.2.6.1. Массовую концентрацию 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты или ФМ в исходном градуировочном растворе ( $C_i$ ), мг/г, вычисляют по формуле 1:

$$C_i = \frac{m_i \times 1000}{\sum m_i + m_1} \quad (1),$$

где:  $m_i$  – масса навески 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты или ФМ, образца сравнения для градуировки, взятой для приготовления исходного градуировочного раствора, г;

$\sum m_i$  – сумма масс навесок 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты и ФМ, образцов сравнения для градуировки, взятых для приготовления исходного градуировочного раствора, г;

$m_1$  – масса навески элюента С, взятой для приготовления исходного градуировочного раствора, г.

8.2.6.2. Массовую концентрацию 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты или ФМ в градуировочном растворе ( $C_j$ ), мг/г, вычисляют по формуле 2:

$$C_j = \frac{C_i \times m_j}{m_j + m_2} \quad (2),$$

где:  $m_j$  – масса навески исходного градуировочного раствора, взятой для приготовления градуировочного раствора, г;

$m_2$  – масса навески элюента С, взятой для приготовления градуировочного раствора, г.

8.2.6.3. Массовую концентрацию анализируемого препарата ( $C_{пр}$ ), мг/г, в рабочем растворе вычисляют по формуле 3:

$$C_{пр} = \frac{m_{пр} \times 1000}{m_{пр} + m_3} \quad (3),$$

где:  $m_{пр}$  – масса навески анализируемого препарата, взятой для приготовления рабочего раствора г;

$m_3$  – масса навески элюентов В и Д, взятой для приготовления рабочего раствора анализируемого препарата, г.

8.2.6.4. Градуировочный коэффициент ( $K_i$ ) для 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты и ФМ вычисляют по формуле 4:

$$K_i = \frac{C_j \times A_i}{S_i \times 100} \quad (4),$$

где:  $C_j$  – массовая концентрация 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты или ФМ в градуировочном растворе, мг/г;

$S_i$  – площадь пика 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты или ФМ на хроматограмме градуировочного раствора;

$A_i$  – массовая доля 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты или ФМ в образце сравнения для градуировки, %.

8.2.6.5. Массовую долю 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты или ФМ в анализируемом препарате ( $X_i$ ), %, вычисляют по формуле 5:

$$X_i = \frac{K_i \times S_j \times 100}{C_{пр}} \quad (5),$$



где:  $K_i$ -градуировочный коэффициент для 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты или ФМ, вычисленный по градуировочному раствору, введенному рядом с рабочим раствором анализируемого препарата;

$S_j$ -площадь пика 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты или ФМ на хроматограмме рабочего раствора анализируемого препарата;

$C_{пр}$ -массовая концентрация анализируемого препарата в рабочем растворе, мг/г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных определений не менее двух навесок, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное для 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты 0.60 % и для ФМ 0.06 %.

Пределы допускаемого значения абсолютной суммарной погрешности результата анализа для 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты  $\pm 0.30\%$  и для ФМ  $\pm 0.03\%$  при доверительной вероятности  $P=0,95$ .

8.2.6.6. Массовую концентрацию 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты или ФМ в анализируемом препарате ( $Y_i$ ), г/л, вычисляют по формуле 6:

$$Y_i = \bar{X}_i \times d \times 10 \quad (6)$$

где:  $\bar{X}_i$ -среднее арифметическое значение массовой доли 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты или ФМ, вычисленное по п.8.2.6.5, %;

$d$  – плотность препарата при 20°C. Определение проводят по ГОСТ 18995.1, разд.1

8.2.6.7. Массовую концентрацию 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты в пересчете на 2,4-Д к-ту в анализируемом препарате ( $Z$ ), г/л, вычисляют по формуле 7:

$$Z = Y_{2-ЭГЭ\ 2,4-Д\ к-ты} \times k \quad (7),$$

$k=0,6637$ -коэффициент пересчёта массовой доли 2-ЭГЭ 2,4-Д к-ты на массовую долю 2,4-Д к-ты.

8.3. Определение стабильности 1% -ной (по препарату) суспензии эмульсии.

Определение проводят по ГОСТ 16291, способ Б. Тип отстойника черт. 1

Приготовление эмульсии	– способ Б.
Жесткость воды	– 7,1326 мг-экв/дм <sup>3</sup> .
Масса навески препарата	– 1 г.
Время выдерживания	– 1 час.
Температура воды и эмульсии	– (20±2) <sup>0</sup> С.

8.4. Определение массовой доли хлорфенолов в пересчёте на 2,4-дихлорфенол.

Метод основан на образовании окрашенного комплекса хлорфенолов с 4-аминоантипирином в присутствии калия железосинеродистого с последующим определением его коллометрически.

8.4.1. Применяемые реактивы, растворы, посуда и оборудование:

весы лабораторные;

аммиак водный по ГОСТ 3760; 0,05н раствор;

4-аминоантипирин, 0,2%-ный водный раствор, хранят в тёмном месте не более месяца;

бумага индикаторная универсальная;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

2,4-дихлорфенол «ч», раствор концентрации 0,1 г/дм<sup>3</sup>;

2,4-дихлорфеноксисукусная кислота «ч» или «чда»;

калий железосинеродистый по ГОСТ 4206, 0,4%-ный раствор, свежеприготовленный;

спирт этиловый технический ректифицированный по ГОСТ 18300;

колбы мерные 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;

пипетки 6-1-5, 6-1-10, по ГОСТ 20292;

стаканчик СВ 14/8 по ГОСТ 25336;

цилиндр 4-25, 4-50 по ГОСТ 1770;

фотоэлектроколориметр ФЭК-56, ФЭК-56М или равноценный прибор.

8.4.2. Приготовление раствора 2,4-дихлорфенола концентрации 0,1 г/дм<sup>3</sup>.

0,1 г 2,4-дихлорфенола взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 10 см<sup>3</sup> спирта, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и хорошо перемешивают.

8.4.3. Приготовление раствора аммонийной соли 2,4-дихлорфеноксисукусной кислоты.

0,5 г 2,4-дихлорфеноксисукусной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 10 см<sup>3</sup> спирта, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 45 см<sup>3</sup> раствора аммиака и доводят объём до метки водой.

8.4.4. Построение градуировочного графика.

В измерительные цилиндры с притёртыми пробками приливают 0,3; 0,6; 0,9; 1,2; 1,5; 1,8; 2,1 см<sup>3</sup> раствора 2,4-дихлорфенола и доводят объём до 10 см<sup>3</sup> раствором аммонийной соли 2,4-Д кислоты. Затем приливают в каждый цилиндр последовательно в строго определённом порядке:

5 см<sup>3</sup> раствора аммиака;



5 см<sup>3</sup> раствора 4-аминоантипирина;  
5 см<sup>3</sup> раствора калия железосинеродистого.

Содержимое перемешивают после прибавления каждого реактива и энергично встряхивают в течение 1 минуты после прибавления раствора калия железосинеродистого. Через 5 минут определяют оптическую плотность приготовленных растворов по отношению к контрольному раствору на фотоэлектроколориметре при длине волны 540 мкм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Контрольный раствор (один на все определения) состоит из:

10 см<sup>3</sup> раствора аммонийной соли 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты;  
5 см<sup>3</sup> раствора аммиака;  
5 см<sup>3</sup> раствора 4-аминоантипирина;  
5 см<sup>3</sup> раствора калия железосинеродистого.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значения оптической плотности, на оси абсцисс – количество 2,4-дихлорфенола, в мг.

#### 8.4.5. Проведение анализа.

Около 1,2 г препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в небольшом количестве воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и перемешивают.

К 10 см<sup>3</sup> приготовленного раствора приливают последовательно в строго определённом порядке:

5 см<sup>3</sup> раствора аммиака;  
5 см<sup>3</sup> раствора 4-аминоантипирина;  
5 см<sup>3</sup> раствора калия железосинеродистого.

Содержимое перемешивают после прибавления каждого реактива и измеряют оптическую плотность также, как при построении градуировочного графика относительно раствора, состоящего из:

10 см<sup>3</sup> анализируемого раствора аммонийной соли 2,4-Д кислоты;  
5 см<sup>3</sup> воды;  
5 см<sup>3</sup> раствора аммиака;  
5 см<sup>3</sup> раствора калия железосинеродистого.

#### 8.4.6. Обработка результатов.

Массовую долю хлорфенолов (X<sub>2</sub>) в процентах, в пересчёте на 2,4-дихлорфенол вычисляют по формуле (7) :

$$X_2 = \frac{C * 500 * 100}{M * 1000 * 10} = \frac{5 * C}{m}, \quad (7)$$

где  $C$  - массовая доля 2,4-дихлорфенола, найденная по градуировочному графику в соответствии с определённой оптической плотностью, мг;

$m$  - масса навески препарата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01%.

## **9. Транспортирование и хранение**

Транспортируют и хранят препарат в соответствии с ГОСТ 14189 с изм 1,2, СП 2.2.3670-20, «Правилами по охране труда работников агропромышленного комплекса при использовании пестицидов и агрохимикатов» утв. Приказом МСХ РФ №899 от 20.06.2003

Температурный режим хранения от минус 10°C до плюс 35°C.

## **10. Гарантии изготовителя.**

Изготовитель гарантирует соответствие препарата требованиям настоящих технических условий в течение 3-х лет со дня изготовления при соблюдении условий транспортирования и хранения.

По истечении срока хранения препарат должен быть проверен на соответствие требованиям технических условий и, при установлении соответствия, препарат может быть использован по прямому назначению



**Приложение 1  
(справочное)**

**НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ**

ГОСТ 1.3-2018	Технические условия на продукцию. Общие требования к содержанию, оформлению, обозначению и обновлению
ГОСТ 12.1.004	ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования
ГОСТ 12.1.005	ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 12.1.007	ССБТ. Вредные вещества. Классификация. Общие требования безопасности
ГОСТ 12.2.003	ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности
ГОСТ 12.3.041	ССБТ. Применение пестицидов для защиты растений. Требования безопасности
ГОСТ Р 12.2.044	ССБТ. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов
ГОСТ 17.2.3.02	Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями
ГОСТ 1770	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки.
ГОСТ 6552	Вода дистиллированная . Технические условия
ГОСТ 9078	Поддоны плоские. Общие технические условия
ГОСТ 9557	Поддон плоский деревянный размером 800х1200. Технические условия
ГОСТ 9570	Поддоны ящичные и стоечные. Общие технические условия
ГОСТ 13841	Ящики из гофрированного картона для химической продукции Технические условия
ГОСТ 14189	Пестициды. Правила приемки. Упаковка. Маркировка. Транспортирование и хранение
ГОСТ 14192	Маркировка грузов
ГОСТ 14870	Пестициды. Методы определения воды.

ГОСТ 16291	Пестициды. Методы определения стабильности эмульсий
ГОСТ 18995.1	Продукты химические жидкие. Методы определения плотности
ГОСТ 19433	Грузы опасные. Классификация и маркировка
ГОСТ 25336	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные
ГОСТ 26381	Поддоны плоские одноразового использования. Общие технические условия
ГОСТ 29227	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные
ГОСТ 31340	Предупредительная маркировка химической продукции
ГОСТ Р 51247	Пестициды. Общие технические условия



ПРИЛОЖЕНИЕ 2  
(информационное)  
БИБЛИОГРАФИЯ

[1] Государственный каталог пестицидов и агрохимикатов, разрешенных к применению на территории Российской Федерации. Госхимкомиссия РФ, М.

[2] «Единые санитарно-эпидемиологические требования к товарам, подлежащим санитарно-эпидемиологическому надзору(контролю)»( утв. Решением Комиссии Таможенного союза от 28 мая 2010г № 299).

Гигиеническая классификация пестицидов МР 1.2.0235-21

[3] СП 2.2.3670-20 Санитарно-эпидемиологические требования к условиям труда», Глава XXV Требования к технологическим процессам производства, транспортировке и применению пестицидов и агрохимикатов

[4] Инструкция по технике безопасности при хранении, транспортировке и применении пестицидов в сельском хозяйстве, Москва, ВО «Агропромиздат», 1985 г.

[5] СанПиН 1.2.3685-21 «Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания».

[6] СанПиН 1.2.1330-03. «Гигиенические требования к производству пестицидов и агрохимикатов»

[7] Методические рекомендации по инвентаризации и подготовке к утилизации запрещенных к применению и пришедших в негодность пестицидов, ГНУ ВНИМС, Рязань, 2008

«Временная инструкция по подготовке к захоронению запрещенных и непригодных к применению в сельском хозяйстве пестицидов и тары из-под них», ВНИИПИагрохим, Рязань, 1989 г.»

[9]МУК 4.1.1134-02. "Методические указания по измерению концентраций этилгексилового эфира 2,4-Д в *воздухе рабочей зоны* методом газожидкостной хроматографии" Сб «Определение остаточных количеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде» выпуск 1 , М., 2004 с.57-63 Предел обнаружения – 0,005 мг/м<sup>3</sup> при отборе 20 дм<sup>3</sup>.

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2,4-Д в *воздухе рабочей зоны* № 4122-86 от 01.07.86 Сб. «Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания,

кормах и внешней среде» 1992 т.2 с 186 Предел обнаружения – 0,0001 мг/м<sup>3</sup> при отборе 250 дм<sup>3</sup>.

МУК 4.1.2176-07"Методические указания по измерению концентраций этилгексилового эфира 2,4-Д в *воздухе атмосферном воздухе методом газожидкостной хроматографии*". Предел обнаружения – 0,0005 мг/м<sup>3</sup> при отборе 200 дм<sup>3</sup>.

МУК 4.1.2206-07.Методические указания по измерению концентраций этилгексилового эфира 2,4-Д в *воздухе рабочей зоны, смывах с кожных покровов операторов и атмосферном воздухе населенных мест* методом капиллярной газожидкостной хроматографии" Предел обнаружения – в воздухе рабочей зоны 0,05 мг/м<sup>3</sup> при отборе 2 дм<sup>3</sup>воздуха, в атмосферном воздухе -0,00008 мг/м<sup>3</sup> при отборе 125 дм<sup>3</sup>воздуха.

МУК 4.1.2138-06"Методические указания по измерению концентраций 2,4-Д в *воздухе атмосферном воздухе населенных мест* методом капиллярной газожидкостной хроматографии". Предел обнаружения – 0,0008 мг/м<sup>3</sup>.

МУК 4.1.2270-07 Методические указания по измерению концентрации 2,4-Д в *воде* методом капиллярной газожидкостной хроматографии Предел обнаружения – 0,0001 мг/кг

МУК 4.1.1441-03. Методические указания по измерению концентраций флуметсулама и флорасулама в *воздухе рабочей* зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии Предел обнаружения – 0.01 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 20 л воздуха).

МУК 4.1.1442-03 Методические указания по определению остаточных количеств флуметсулама и флорасулама в *воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур* методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Предел обнаружения в воде – 0.005 мг/л; почве – 0.004 мг/кг; зерне – 0.025 мг/кг; соломе -0.05 мг/кг.

МУК 4.1.3004-12: Измерение концентраций флорасулама в *атмосферном воздухе населенных мест* методом высокоэффективной жидкостной хроматографии». Предел обнаружения: 0.005 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 100 дм<sup>3</sup> воздуха).

[10] «Типовые нормы бесплатной выдачи специальной одежды, специальной обуви и других средств индивидуальной защиты работникам химических производств, занятым на работах с вредными и (или) опасными условиями труда, а также на работах, выполняемых в особых температурных условиях или связанных с загрязнением» утвержденные Приказом Министерства



здравоохранения и социального развития Российской Федерации от 11.08.2011 N 906н

[11] Водный кодекс Российской Федерации ст 65 (№74-ФЗ)

[12] Приложение к СНиП 2.01.28-85 «Полигоны по обезвреживанию и захоронению токсичных промышленных отходов» 14.03.1996 г. № 90

[13] Приказ Минсельхоза России от 21 января 2022 N 23 «Об установлении Требований к форме и порядку утверждения рекомендаций о транспортировке, применении и хранении пестицида и агрохимиката , об их обезвреживании, утилизации, уничтожении, захоронении ,а также к тарной этикетке»