

**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**

ч. 16, р. II

**Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,
болезнями растений и сорняками**

Москва — 1987 г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАМЧЕНКО

"12" апреля 1985 г.

№3249-85

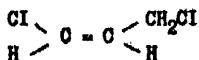
ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ОПРЕДЕЛЕНИЮ ДИ-ТРАПЕКСА В ПОЧВЕ

1. Краткая характеристика препарата

Ди-трапекс - смесь ДД (цис-, транс-1,3 дихлорпропен) и МИТЦ (метилизотиоцианат). Как примесь может присутствовать 1,2-дихлорпропан.

Растворим в большинстве органических растворителей. Нерастворим в воде.

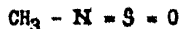
ДД - цис-, транс 1,3 дихлорпропен



Мол.масса 110,98

Т_{кип.} - 106° - 109°С

МИТЦ - метилизотиоцианат



Мол.масса 73,11

Т_{кип.} - 119° - 120°С

Технический препарат состоит из смеси ДД (931 г/л)+МИТЦ (235 г/л)

2. Методика определения ди-трапекса в почве

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на газохроматографическом определении ди-трапекса после извлечения из анализируемой пробы на неподвижной фазе

Карбовакс 20 М с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации (ДПР) и термометрического детектора (ТМД)

2.1.2. Метрологическая характеристика

Диапазон определяемых концентраций - 0,06-2 мг/кг; предел обнаружения - 0,05 мг/кг;!, среднее значение определения: ДД-85,6 \pm 4,5; МПЦ - 80,1 \pm 5,6

2.1.3. Избирательность метода

Определение не мешает хлор- и фосфорорганические пестициды.

2.2. Реактивы, растворы

Диэтиловый эфир ГОСТ 3262-79

Хлорид натрия, хч, ГОСТ 4233-77

Фильтры бумажные "синий лента"

Сульфат натрия безводный, ГОСТ 4166-81

Набивка для колонки - Хроматон М-АМ с 15% Карбовакс 20 М

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Водород, воздух в баллонах

Стандартный раствор ди-тралекоа М1: Взвешивают в мерной колбе на 100 мл 0,05 г (50 мг) технического препарата. Растворяют в гексане, доводят до метки. Раствор соответствует концентрации ДД-465,5 мкг/мл; МПЦ-117 мкг/мл по действующему веществу. Раствор хранят в холодильнике не более 1 месяца.

Стандартный раствор М2: 1 мл стандартного раствора М1 переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки гексаном. Раствор соответствует концентрации: ДД-4,65 мкг/мл; МПЦ-1,17 мкг/мл по действующему веществу. Хранят в холодильнике не более 2-х недель.

2.3. Приборы и посуда

Хроматограф, снабженный ДПР и ТМД (Цвет,Газхром или др.)

Колбы конические н/н ГОСТ 10394-72

Цилиндры мерные ГОСТ 1770-74

Колонка стеклянная длина 1 м, диаметр 3 мм
 Микрошприцы на 10 мкл МШ-10 М, ТУ 2.833.108

Секундомер

2.4. Подготовка проб и анализу. Хранение проб.

В соответствии
 Отбор проб производится в соответствии с утвержденными Главным государственным санитарным врачом СССР
 №2061-80.

Препарат высоколетуч. Отобранные пробы хранят только в морозильной камере холодильника.

Анализ необходимо выполнять в течение 1-2 дней после отбора.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция

20 г почвы помещают в коническую колбу и/ш, приливают 30-40 мл диэтилового эфира, 20 мл дистиллированной воды и 5 г хлорида натрия. Хорошо перемешивают и периодически встряхивают в течение 20-30 мин; Раствор фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку, отделяют слой диэтилового эфира, сушат безводным сульфатом натрия. Замеряют объем эфира и аликвотную часть вводят в хроматограф.

2.5.2. Условия хроматографирования

Количество ДД и МИЦ определяется раздельно

Определение ДД

Хроматограф, снабженный ДПР

Длина колонки 1 м

Диаметр колонки 3 мм

Твердый носитель - Хроматон N-AW^т (0,16-0,20 мм)

Жидкая фаза - 15% Карбовак 20 М

Температура колонки - 80°C

Температура испарителя - 150°C

Температура детектора - 210°C

Скорость газа-носителя (азот) - 50 мл/мин

Вводимый объем - 3 мкл

Скорость диаграммной ленты - 240 мм/час

Шкала $20 \cdot 10^{-12} \text{а}$

Линейный диапазон детектирования 0,5 - 5 нг

Время удерживания: цис-1,3 дихлорпропен - 1,1 мин; транс - 1,3 дихлорпропен - 1,9 мин (Если присутствует в виде смеси 1,2 дихлорпропан относительное время его удерживания 0,7 по отношению к цис-1,3-дихлорпропену)

Определение МВТЦ

Хроматограф с термомонным детектором (ТМД)

Длина колонки 1 м

Диаметр 3 мм

Твердый носитель Хроматон XI-AW (0,16-0,20 мм)

Жидкая фаза 15% Карбовакс 20 И

Температура колонки 95°

Скорость газа-носителя (азот) 20-22 см³/мин

Скорость водорода 17-19 см³/мин

Скорость воздуха 200 см³/мин

Шкала $20 \cdot 10^{-12} \text{а}$

Вводимый объем 2 мкл

Время удерживания - 2,7 мин

Линейный диапазон детектирования 0,5-10 нг

2.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение компонентов проводят по методу абсолютной калибровки. Содержание компонентов препарата (X) в пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot Y_I \cdot N_{пр}}{N_{ст} \cdot Y \cdot P}, \text{ где}$$

- X** - количество компонента (ДД или МИТЦ) в анализируемой пробе, мг/кг;
- A** - количество препарата до введения в хроматограф стандартном растворе, мкг;
- H_{от}** - высота пика стандартного раствора препарата, вводимого в хроматограф, мм;
- H_{пр}** - высота пика препарата в исследуемом растворе пробы мм
- У_д** - общий объем пробы, мл;
- У** - навеска пробы, г

Найденное содержание цис-, транс-изомеров 1,3 дихлорпропена и 1,2 дихлорпропана (если он обнаружен) суммируют. Эта величина соответствует содержанию ДД в пробе.

Количество ди-трапекса в почве представляют как содержание ДД и как содержание МИТЦ отдельно.

2.7. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

3. Разработчики.

Клисснев М.А., Гиренко Д.Б. (ВНИИГИНТОКС, Киев)