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

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

Часть VIII

Москва - 1977 г.

gost.e-ecolog.ru

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

Утверждено

Министерством здравоохранения
СССР
1976 г.

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

Часть УIII

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

Москва - 1977 г.

# МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ТРИХЛОРАЦЕТАТА НАТРИЯ И ТРИХЛОРУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ В ВОДЕ, ПОЧВЕ И РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

## Краткая характеристика препаратов

$CCl_3COONa$ — Мол.вес 185,33

$CCl_3COOH$ — Мол.вес 163,33

Трихлорацетат натрия - натриевая соль трихлоруксусной кислоты, белый или слегка желтоватый гигроскопический порошок с т.пл.57,3°С. Растворимость в воде составляет 120 г в 100 мл при 25°С. Растворим в метаноле.

Трихлоруксусная кислота относится к сильным органическим кислотам, константа диссоциации $2 \cdot 10^{-1}$ при 18°С, т.пл. 57°С, т.кип. 196°С. Растворимость в воде составляет около 10% при 25°С, легко растворима в спирте и диэтиловом эфире.

Трихлоруксусная кислота и ее натриевая соль в присутствии влаги и в щелочной среде при нагревании разлагаются с образованием хлороформа и углекислого газа.

Препараты практически нетоксичны для теплокровных животных. $ЛД_{50}$ трихлорацетата натрия 3300-5000 мг/кг.

## Принцип метода *

Метод основан на извлечении препаратов из анализируемых проб / вода, почва / органическим растворителем с последующим определением в виде метилового эфира трихлоруксусной кислоты с помощью газо-жидкостной хроматографии. При анализе растительного материала извлечение трихлоруксусной кислоты осуществляется органическим растворителем из гидролизованной пробы. Гидролиз проводят в среде 2 н соляной кислоты. Количественное определение метилового эфира трихлоруксусной кислоты проводят методом абсолютной калибровки.

Чувствительность определения составляет: в воде

---

* В.Д.Чмиль, Н.И.Глембицкий. ВНИИГИНТОКС, утвержден 20 декабря, № 1545-76.

0,015 мг/л, в почве 0,2 мг/кг, в растительном материале 0,1 мг/кг. Процент определения составляет: в воде 89,9±2,2%, в почве 75,7% ± 2,4%, в растительном материале 79,4%± 1,8%.

Минимально детектируемое количество метилового эфира трихлоруксусной кислоты с помощью детектора постоянной скорости рекомбинации - 1,5 нг, линейный динамический диапазон детектирования не менее 130 нг.

## Реактивы и растворы

Безводный сульфат натрия, х.ч.
Н-гексан, х.ч. / перегнанный /
Диэтиловый эфир
Бикарбонат натрия, 3%-ный водный раствор
Диметилсульфат, 5%-ный / %%-объемные / раствор в абсолютном метиловом спирте
Метиловый спирт абсолютный
Насыщенный водный раствор хлористого натрия
Соляная кислота, концентрированная
Соляная кислота, 2 н водный раствор
Соляная кислота / 1:1/, водный раствор
Хроматон N , 0,16 - 0,20 мм, промытый кислотой и силанизированный ДМХС с 5% SE-30
Стандартный раствор трихлорацетата натрия в метиловом спирте с концентрацией 100 мкг/мл
Стандартный раствор метилового эфира трихлоруксусной кислоты в н-гексане с концентрацией 50 мкг/мл
1%-ный раствор этиленгликоль в абсолютном метиловом спирте

## Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов / Цвет-5, Цвет-106 и др. /
Делительные воронки на 500 и 1000 мл
Колба Бунзена на 500 мл
Воронка Бюхнера, диаметр 15 см
Грушевидные колбы на 100 мл
Ротационный испаритель ИР-1
Водяная баня

Контактный термометр на 100°С
Мерные колбы на 100 мл
Вакуумный водоструйный насос
Холодильник Либиха
Колба двухгорлая на 500 мл
Электромешалка
Аппарат для встряхивания
Колбы конические с притертой пробкой на 500 мл

Ход анализа

Вода. Пробу воды / 250 - 500 мл / помещают в делительную воронку, подкисляют концентрированной соляной кислотой до pH ~ I и экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира / 100, 50 и 50 мл /. Объединенный эфирный экстракт переносят в делительную воронку и экстрагируют 0,4 и водным раствором бикарбоната натрия / 2 х 50 мл /. Бикарбонатный экстракт промывают н-гексаном / 2 х 25 мл /, отбрасывая этот гексан, подкисляют соляной кислотой до pH ~ I и экстрагируют диэтиловым эфиром / 3 х 25 мл /. Объединенный эфирный экстракт сушат безводным сульфатом натрия, прибавляют 2,0 мл I%-ного раствора этиленгликоля в абсолютном метиловом спирте, и удаляют растворитель на ротационном испарителе в грушевидных колбах на 100 мл при температуре водяной бани не выше 30°С до объема ~ 2 мл. К остатку в колбе приливают 3 мл 5%-ного раствора диметилсульфата в абсолютном метиловом спирте, I г безводного сульфата натрия, присоединяют обратный холодильник и помещают на водяную баню / Т=55°С / на 10 минут. После окончания реакции метилирования содержимое колбы охлаждают под водопроводной водой, прибавляют 3 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия, I мл н-гексана, энергично встряхивают в течение 2-х минут и после расслоения фаз вводят в хроматограф 3 мкл гексанового слоя. Хроматографирование осуществляют при следующих условиях / хроматограф Цвет-106, детектор постоянной скорости рекомбинации / : стеклянная спиральная колонка / длина 2 м, внутренний диаметр 3 мм /, заполненная Хроматоном N , 0,16-0,20 мм, промытым кислотой и силанизированным ДМХС с 5% SE-30; скорость газа-носителя / азот особой чистоты / через колонку 50 мл/мин, скорость продувочного газа

через детектор / азот особой чистоты / 150 мл/мин, температура термостата колонок 80°С, температура испарителя 150°С, температура термостата детектора 150°С, шкала электрометра $20 \cdot 10^{-12}$а, скорость диаграммной ленты потенциометра 240 мм/час Абсолютное время удерживания метилового эфира трихлоруксусной кислоты в этих условиях 4 мин. 5,6 сек. Измеряют на хроматограммах высоты пиков метилового эфира трихлоруксусной кислоты, вычисляют среднее значение из трех параллельных определений и определяют содержание препарата в пробе по методу абсолютной калибровки.

Почва. Сухая почва : 100 г почвы, просеянной через сито с размером отверстий 1 мм, помещают в коническую колбу с притертой пробкой на 500 мл, приливают 25-35 мл дистиллированной воды, 5 мл концентрированной соляной кислоты, тщательно перемешивают, прибавляют 150 мл диэтилового эфира и помещают на аппарат для встряхивания на 1 час. Затем растворитель отфильтровывают под вакуумом на воронке Бюхнера и почву на фильтре трижды промывают диэтиловым эфиром / 3х20 мл /. Фильтрат переносят в делительную воронку и экстрагируют 0,4 н водным раствором бикарбоната натрия / 2 х 50 мл / и далее поступают так, как это описано при определении в воде.

Влажная почва: 100 – 200 г влажной почвы помещают в коническую колбу с притертой пробкой на 500 мл, приливают 5-10мл концентрированной соляной кислоты, 150 – 300 мл диэтилового эфира, помещают на аппарат для встряхивания на 1 час и далее поступают так, как это описано выше.

Растительный материал. Измельченную пробу растительного материала / 25 – 50 г / помещают в круглодонную колбу на 500 мл, приливают 150-300 мл 2 н водного раствора соляной кислоты, присоединяют обратный холодильник и помещают на кипящую водяную баню на 1 час для гидролиза. После охлаждения содержимое колбы фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера в колбу Бунзена. Остаток на фильтре промывают двумя порциями дистиллированной воды по 25 мл. Фильтрат экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира / 100, 50 и 50 мл / и далее поступают так, как это описано при определении в воде.

## Расчет результатов анализа

Для определения содержания трихлорацетата натрия в пробах используют следующую формулу

$$X = \frac{104\ A\ H_2 V_2}{H_1 P\ V_1\ R}$$ , где

$X$ – содержание препарата в пробе, мг/л или мг/кг

$V_1$ – объем упаренного экстракта, введенный в хроматограф, мкл

$V_2$ – общий объем упаренного экстракта, мкл

$A$ – количество стандарта / метиловый эфир трихлоруксусной кислоты /, введенное в хроматограф, нг

$H_1$ – высота пика стандарта, мм

$H_2$ – высота пика препарата в пробе, мм

$P$ – количество анализируемой пробы, л или кг

$R$ – процент определения, найденный предварительно, %.

gost.e-ecolog.ru