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

т. 16, р. II

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

Москва — 1987 г.

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
" 12 " апреля 1985 г.
№3250-85

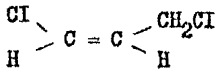
ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИ-ТРАПЕКСА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Ди-трапекс - смесь ДД (цис-,транс-I,3 дихлорпропен) и МИТЦ (метилизотиоцианат).

Как примесь может присутствовать I,2-дихлорпропан.

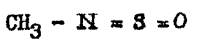
Растворим в большинстве органических растворителей. Нерастворим в воде.

ДД - цис-,транс I,3 дихлорпропен



Мол.масса II0,98
Ткип. - I06°- I09°С

МИТЦ - метилизотиоцианат



Мол.масса 73,II
Ткип. - II9° - I20°С

Технический препарат состоит из смеси ДД (93I г/л)+МИТЦ (235 г/л)
При применении находится в воздухе в виде паров.

I. Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании анализируемых соединений на неподвижной фазе Карбовакс 20 М с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации (ДПР) и термоионного детектора (ТИД).

2. Отбор проб с концентрированием (активированный уголь)

3. Предел измерения в анализируемом объеме - I нг

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 3 л воздуха) - 0,05 мг/м^3

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05 – 5 мг/м^3
6. Определению не мешают наполнители технического препарата

II. Реактивы, растворы, материалы

Диэтиловый эфир ГОСТ 3262-79
Уголь активированный гранулированный промышленный (БАУ,КАД)

Вата обезжиренная
Носитель для колонки – Хроматон N-AW (0,16-0,20 мм)
Неподвижная фаза – 15% Карбовакс 20 М (Chemapol ,ЧССР)
Азот особой чистоты,ГОСТ 9293-74
Водород, воздух в баллонах

Стандартный раствор ди-трапекса №1: 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; МИТЦ-117,5 мкг/мл по действующему веществу. Раствор хранят в холодильнике не более 1 месяца

Стандартный раствор ди-трапекса №2: 1 мл стандартного раствора №1 переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки гексаном. Раствор соответствует концентрации: ДД-4,65 мкг/мл; МИТЦ-1,17 мкг/мл по действующему веществу. Хранят в холодильнике не более 2-х недель.

III. Приборы и посуда

Электроаспиратор для отбора проб воздуха,ТУ 64-1-862-77
Аллонж стеклянный. Заполняется 3-3,5 г угля и закрывается обезжиренной ватой
Колбы конические на шлифе,ГОСТ 10394-72
Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74
Хроматограф,снабженный ДПР и ТИД (Цвет,Газохром и др.)
Колонка стеклянная длина 1 м, диаметр 3 мм
Микрошприцы МШ-10 М, ТУ 2.833.106
Секундомер

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,3 л/мин аспирируют через стеклянный аллонж, заполненный активированным углем, в течение 10 мин. Анализы необходимо выполнять в день отбора пробы. До выполнения анализов хранить пробы в морозильной камере холодильника.

У. Условия анализа

Набивку из алонжа переносят в коническую колбу, заливают 15–20 см диэтилового эфира и периодически встряхивают 20–30 мин. Фильтруют через бумажный фильтр. Измеряют объем фильтрата и аликвотную часть хроматографируют.

Определение методом ГЖХ

Количество ДД и МИТЦ определяется раздельно

Определение ДД

Хроматограф, снабженный ДПР
Длина колонки 1 м
Диаметр колонки 3 мм
Твердый носитель – Хроматон N-AW (0,16–0,20 мм)
Жидкая фаза – 15% Карбовакс 20 М
Температура колонки – 80°
Температура испарителя – 150°
Температура детектора – 210°
Скорость газа-носителя (азот) – 50 мл/мин
Вводимый объем – 5 мкл
Скорость диаграммной ленты – 240 мм/час
Шкала 20 . 10^{-12}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 присутствуют в виде примеси 1,2 дихлорпропан относительное время его удерживания 0,7 по отношению к цис-1,3-дихлорпропену)

Определение МИТЦ

Хроматограф с термионным детектором (ТИД)
Длина колонки 1 м
Диаметр 3 мм
Твердый носитель Хроматон N-AW (0,16–0,20 мм)
Жидкая фаза 15% Карбовакс 20 М
Температура колонки 95°
Скорость газа-носителя (азот) 20–22 $см^3$/мин
Скорость водорода 17–19 $см^3$/мин
Скорость воздуха 200 $см^3$/мин
Шкала 20 . 10^{-12}а
Вводимый объем 2 мкл
Время удерживания – 2,7 мин
Линейный диапазон детектирования 0,5–10 нг

Количественное определение компонентов проводят по методу абсолютной калибровки. Концентрацию компонентов препарата (Х) в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot У_I \cdot Н_{пр.}}{Н_{от.} \cdot У \cdot У_{20}}$$, где

G – количество препарата во введенном в хроматограф стандартном р растворе, мкг;

$Н_{от}$ – высота пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мм;

$Н_{пр}$ – высота пика препарата в исследуемом растворе пробн,мм;

$У_I$ – общий объем пробы, см^3

У – объем экстракта, введенный в хроматограф, см^3;

$У_{20}$ – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л;

Найденные концентрации цис–, транс–изомеров I,3 дихлорпропена и I,2 дихлорпропана (если он обнаружен) суммируют. Эта величина соответствует содержанию ДД в пробе.

Концентрацию ди–трапекса в воздухе представляют как концентрацию ДД и как концентрацию МИТЦ отдельно.

УI. Требования безопасности

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

УП. Разработчики

Клисенко М.А., Гиренко Д.Б., Чурпий Э.П.

(ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов,полимеров и пластических масс,г.Киев).

gost.e-ecolog.ru