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.ЗАЙЧЕНКО
"12" апреля 1985 г.
№3249-85

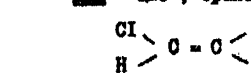
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ДИ-ТРАПЕКСА В ПОЧВЕ

I. Краткая характеристика препарата

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

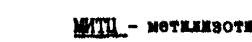
Растворим в большинстве органических растворителей. Нерастворим в воде.

ДД - цис-, транс I,3 дихлорпропен



Мол.масса 110,98
$T_{кип.}$ - 106° - 109°С

МИТЦ - метилизотиоцианат



Мол.масса 73,11
$T_{кип.}$ - 119° - 120°С

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

2. Методика определения ди-трапекса в почве

2.I. Основные положения

2.I.I. 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 термионного детектора (ТИД)

2.I.2. Метрологическая характеристика

Диапазон определяемых концентраций - 0,05-2 мг/кг; предел обнаружения - 0,05 мг/кг:1, среднее значение определения: ДД-85,6±4,5; МИТЦ - 80,I±5,6

2.I.3. Избирательность метода

Определению не мешают хлор- и фосфорорганические пестициды.

2.2. Реактивы, растворы

Диэтиловый эфир ГОСТ 3262-79

Хлорид натрия, хч, ГОСТ 4233-77

Фильтры бумажные "синяя лента"

Сульфат натрия безводный, ГОСТ 4166-8I

Набивка для колонки - Хроматон N-AW с I5% Карбовакс 20 М

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Водород, воздух в баллонах

Стандартный раствор ди-трапекса №I: Взвешивают в мерной колбе на I00 мл 0,05 г (50 мг) технического препарата. Растворяют в гексане, доводят до метки. Раствор соответствует концентрации ДД-465,5 мкг/мл ; МИТЦ-II7 мкг/мл по действующему веществу. Раствор хранят в холодильнике не более I месяца.

Стандартный раствор №2: I мл стандартного раствора №I переносят в мерную колбу на I00 мл и доводят до метки гексаном. Раствор соответствует концентрации: ДД-4,65 мкг/мл; МИТЦ-I,I7 мкг/мл по действующему веществу. Хранят в холодильнике не более 2-х недель.

2.3. Приборы и посуда

Хроматограф, снабженный ДПР и ТИД (Цвет,Газохром или др.)

Колбы конические н/ш ГОСТ I0394-72

Цилиндры мерные ГОСТ I770-74

Колонка стеклянная длина I м, диаметр 3 мм

Микрошприцы на I0 мкл МШ-I0 М, ТУ 2.833.I06

Секундомер

2.4. Подготовка проб к анализу. Хранение проб.

Отбор проб производится в соответствии "Унифицированными правилами отбора проб", утвержденными Главным государственным санитарным врачом СССР №2051-80.

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

Анализы необходимо выполнять в течение I-2 дней после отбора.

2.5. Проведение определения

2.5.I. Экстракция

20 г почвы помещают в коническую колбу н/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 МИТЦ определяется раздельно

Определение ДД:

Хроматограф, снабженный ДПР

Длина колонки I м

Диаметр колонки 3 мм

Твердый носитель - Хроматон N-AW (0,I6-0,20 мм)

Жидкая фаза - I5% Карбовакс 20 М

Температура колонки - 80°С

Температура испарителя - I50°С

Температура детектора - 2I0°С

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

Вводимый объем - 3 мкл

Скорость диаграммной ленты - 240 мм/час

Шкала 20 . 10^{-12}а

Линейный диапазон детектирования 0,5 - 5 нг

Время удерживания: цис-I,3 дихлорпропен- I,I мин; транс - I,3 дихлорпропен - I,9 мин (Если присутствуют в виде примеси I,2 дихлорпропан относительное время его удерживания 0,7 по отношение к цис-I,3-дихлорпропену)

Определение МИТЦ

Хроматограф с термионным детектором (ТИД)

Длина колонки I м

Диаметр 3 мм

Твердый носитель Хроматон N-AW (0,I6-0,20 мм)

Жидкая фаза I5% Карбовакс 20 М

Температура колонки 95°

Скорость газа-носителя (азот) 20-22 $см^3$/мин

Скорость водорода I7-I9 $см^3$/мин

Скорость воздуха 200 $см^3$/мин

Шкала 20 . 10^{-12}а

Вводимый объем 2 мкл

Время удержания - 2,7 мин

Линейный диапазон детектирования 0,5-I0 нг

2.6. Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{A \cdot У_I \cdot H_{пр}}{H_{ст} \cdot У \cdot P}$$, где

X - количество компонента (ДД или МИТЦ) в анализируемой пробе, мг/кг;

A - количество препарата, введенном в хроматограф стандартном растворе, мкг;

$H_{ст}$ - высота пика стандартного раствора препарата, вводимого в хроматограф, мм;

$H_{пр}$ - высота пика препарата в исследуемом растворе пробы мм

$V_д$ - общий объем пробы, мл;

V - 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 предоставляют 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.

Клисенко М.А., Гиренко Д.Б. (ЕНИИГИНТОКС, Киев)

gost.e-ecolog.ru