

**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 Государствен-
ного санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 12 " апреля _____ 198 5 г.

№3350-85

ВРЕМЕННЫЕ

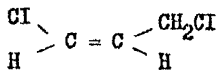
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ
КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИ-ТРАПЕКСА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

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.

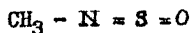
ДД - цис-, транс 1,3 дихлорпропен



Мол.масса 110,98

Ткип. - 106° - 109°С

МИТЦ - метилизотиоцианат



Мол.масса 73,11

Ткип. - 119° - 120°С

Технический препарат состоит из смеси ДД (931 г/л)-МИТЦ (236 г/л)
При применении находится в воздухе в виде паров.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании анализируемых соединений на неподвижной фазе Карбовакс 20 М с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации (ДПР) и термомонного детектора (ТМД).

2. Отбор проб с концентрированием (активированный уголь)

3. Предел измерения в анализируемом объеме - 1 нг

4. Предел измерения в воздухе (при отборе 3 л воздуха) -
0,05 мг/м³

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05 - 5 мг/м³
 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 Н-АВ (0,16-0,20 мм)

Неподвижная фаза - 15% Карбовакс 20 М (Сметарел, СССР)

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

Алонж 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 алонж, заполненный активированным углем, в течение 10 мин. Анализ необходимо выполнять в день отбора проб. 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 адсорбционную часть хроматографируют.

Определение методом ГХ

Количество ДД и МИЦ определяется отдельно

Определение ДД

Хроматограф, снабженный ДПР

Длина колонки 1 м

Диаметр колонки 3 мм

Твердый носитель - Хроматон КХ-АВ (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 · 10⁻¹²а

Линейный диапазон детектирования 0,5- 5 мкг

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 МИЦ

Хроматограф с термоионным детектором (ТИД)

Длина колонки 1 м

Диаметр 3 мм

Твердый носитель Хроматон КХ-АВ (0,16-0,20 мм)

Жидкая фаза 15% Карбовакс 20 М

Температура колонки 95°

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

Скорость водорода 17-19 см³/мин

Скорость воздуха 200 см³/мин

Шкала 20 · 10⁻¹²а

Вводимый объем 2 мкл

Время удерживания - 2,7 мин

Линейный диапазон детектирования 0,5-10 мкг

Количественное определение компонентов проводят по методу абсолютной калибровки. Концентрацию компонентов препарата (X) в воздухе в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot Y_I \cdot H_{\text{пр.}}}{H_{\text{от.}} \cdot Y \cdot Y_{20}}, \text{ где}$$

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

H_{от.} - высота пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мм;

H_{пр.} - высота пика препарата в исследуемом растворе пробы, мм;

Y_I - общий объем пробы, см³

Y - объем экстракта, введенный в хроматограф, см³;

Y₂₀ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л;

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

Концентрацию ди-трапекса в воздухе представляют как концентрацию ДД и как концентрацию МИЦЦ отдельно.

VI. Требования безопасности

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

VII. Разработчики

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

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