

**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 XI

Москва - 1981

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного государствен-
ногоСанитарного врача СССР

А.И.Зайченко

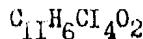
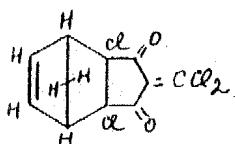
28 января .1980г.

№ 2147-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЭФ-2 В ВОДЕ
И ПОЧВЕ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

1. Краткая характеристика препарата.

ЭФ-2 протравитель семян. Действующее начало препарата 2-дихлор-
метилен-За-7а-дихлор-За,4,7,7а-тетрагидро-4,7-метанонидан-
-1,3-дион.



Мол.масса 344,0

ЭФ-2 в чистом виде - белые кристаллы с Т.пл.129-131°C. Не-
растворим в воде. Растворимость при 20°C в гептане 4,99,
этаноле - 5,96, четыреххлористом углероде 168,7, ацетоне
181,7 мг/л, хорошо растворим в бензоле, толуоле, гексане.
Упр.угость паров $3,088 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст. при 20°C и $1,925 \cdot 10^{-3}$
мм рт.ст. при 40°C. λ_{D50} для тензокровных 475 мг/кг.
ПДК в воде 0,01 мг/л, в почве - еще не установлена.

2. Методика определения ЭФ-2 в почве и воде газожидкост-
ной хроматографией.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении фунгицида из воды гексаном, из почвы смесью ацетон-бензол (1:1) и газохроматографическим определением с использованием детектора по захвату электронов.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

Диапазон определяемых концентраций в воде 0,002 мг/л±0,04мг/л
в почве 0,05 мг/кг±1 мг/кг

Предел обнаружения в мкг - 0,0002

Предел обнаружения в воде- 0,002 мг/л

в почве- 0,05 мг/кг

Средние значения определения стандартных количеств, стандартные и средние стандартные отклонения для трехуровней концентраций представлены в таблице:

Концентрация (для почвы) мг/кг	Среднее значение определений (для почвы) от стандартных количеств, %	Число пар определений, п	Стандартное отклонение долений, %	Относительное отклонение отн., %	Доверительный интервал среднего при $p=0,95$ и $n=5, \pm 5\%$
0,004	97,5	5	3,2	4,0	97,5±3,9
0,01	98,0	4	2,1	3,4	98,0±3,4
0,02	100,0	4	2,5	3,9	100,0±3,9
В о д а					
0,004	97,5	5	3,2	4,0	97,5±3,9
0,01	98,0	4	2,1	3,4	98,0±3,4
0,02	100,0	4	2,5	3,9	100,0±3,9
П о ч в а					
0,1	95,0	4	1,05	1,8	95,0±1,8
0,5	96,0	6	2,3	2,5	96,0±2,5
1,0	97,0	4	2,4	4,0	97,0±3,8

2.1.3. Избирательность метода.

Метод селективен; ДДТ, его метаболиты и ландин определение не мешают.

2.2. Реактивы и материалы.

Бензол ГОСТ 5955-74, х.ч., свежеперегнанный

Ацетон ГОСТ 2603-71, чда, свежеперегнанный

Толуол ГОСТ 5789-69, чда

Гексан ТУ 6-09-3375-73, перегнанный

Натрий сернокислый безводный ГОСТ 4166-76, чд

Хроматон *N*-AW *Dmcs* (фр.0,20- 0,25 мм) с 5% метилсиликона *SE*-30.

Лаот особой чистоты газообразный ГОСТ 9293-74

Стандартный раствор ЭФ-2 в толуоле с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением 0,0100г ЭФ-2 в 10 мл растворителя.

Стандартные растворы ЭФ-2 в толуоле стабильны при хранении в холодильнике в течение 1 года.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда.

Хроматограф "Газохром-II06" с детектором по захвату электронов или аналогичный прибор,

Вакуумный ротационный испаритель.

Бстряхиватель механический.

Хроматографическая колонка стеклянная длиной 150 см и внутренним диаметром 3±0,5 мм, заполненная хроматоном *N*-AW *Dmcs* (0,20-0,25 мм) с 5% *SE*-30.

Воронка делительная ГОСТ 10054-75, на 1000 мл

Колбы группевидные с притягиванной пробкой, ГОСТ 10394-72, емкость 100 мл.

Колбы от воронки Бюхнера емкость 1000 и 250 мл

Воронка Бюхнера \varnothing 15 см

Фарфоровая ступка с пестиком

Воронка ГОСТ 8613-73 \varnothing 80 мм

Колбы конические плоскодонные ГОСТ 10394-72, ёмкость 250 мл

Вакуум-насос (водоструйный, масляный)

Электроплитка

Набор сит "Физприбор"

Микрошициц на 10 мл

Секундомер

2.4. Подготовка проб к анализу

Вода. Воду фильтруют от механических примесей и отбирают среднюю пробу (500 мл).

Почва. Из воздушно-сухого смешанного почвенного образца весом 1 кг методом квартования отбирается средняя пробы. Средняя пробы растирается в ступке и просеивается через сито 0,5мм. Из просеянной пробы берется для анализа навеска 20г.

2.5. Проведение определения.

Вода. (I) Пробу воды (500 мл) помещают в делительную воронку и экстрагируют двумя порциями гексана по 30 мл. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия и фильтруют в грушевидную колбу ёмкостью 100 мл. С помощью ротационного вакуумного испарителя полностью отгоняют растворитель. К сухому остатку пипеткой добавляют 10 мл ацетона. Колбу закрывают пробкой на шлифе и тщательно смачивают стенки колбы растворителем. В хроматограф вводят 1 мкл полученного раствора.

Почва (I). К 20 г средней пробы почвы добавляют 10 мл воды, помещают в коническую колбу с притертой пробкой и экстрагируют

дважды смесью растворителей (20 мл бензола и 20 мл ацетона) при встряхивании в течение 30 мин. Почву отфильтровывают под вакуумом и объединенный экстракт переносят в колбу для отгонки, и растворители отгоняют досуха сначала на ротационном испарителе, затем в токе воздуха. К сухому остатку пипеткой добавляют 10 мл ацетона. Колбу закрывают присоединенной пробкой и тщательно смывают стенки колбы растворителем. В хроматограф вводят 2 мкл полученного раствора.

Условия хроматографирования (2) -

Хроматограф с детектором по захвату электронов;

Рабочая шкала электрометра 10^{-11} а;

Скорость протяжки картограммы самописца 600 ми/час;

Колонка стеклянная спиральная длиной 1,5м и внутренним диаметром 3±0,5 мм, заполненная хроматоном $N\text{-}4W\text{-Dmcs'}$ (0,2-0,25 мм) с 5% $SE-30$;

Температура терmostата испарителя 250°C , колонки 200°C , детектора 230°C ;

Реоход газа-носителя (возд особой чистоты) в мл/мин. через колонку 40 ± 2 ; через продувочную камеру детектора 60 ± 2 ;

Линейность детектирования от 0,02-4 нг;

Объем, введенный в испаритель, 2 мкл;

Минимально детектируемое количество 0,2 нг;

Абсолютное время удерживания ЭФ-2 I ми.55 сек.±5 сек.

Время удерживания хлорогенических пестицидов в этих условиях:

линдан I ми.12 с.

гептаклор 3 ми.6 с.

пп'ДДЕ - 7 мин.12с.

пп'ДДД - 9 мин.12с

пп'ДДТ - 11 мин.54с.

Хроматографирование проводят дважды. На хроматограммах измеряют высоты пиков, соответствующих ЭФ-2, вычисляют среднее значение из двух параллельных определений. Количественное определение проводят по методу абсолютной калибровки. Для построения градуировочного графика готовят 10 искусственных смесей. Для этого в пробирки помещают 1,2,3,4,5,10,15,20,25 и 30 мкл стандартного раствора ЭФ-2. К указанным количествам стандартного раствора приливают по 10 мл толуола и по 2 мкл полученных растворов, содержащих соответственно 0,2; 0,4; 1,6; 0,8; 1; 2; 3; 4; 5 и 6 мг ЭФ-2, хроматографируют при указанных выше условиях. На хроматограммах измеряют высоты пиков ЭФ-2 и строят график зависимости этих высот в мм от количества ЭФ-2 в мг.

Альтернативные условия хроматографирования (2)

Колонка длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм, заполнена хроматоном N-ДВ-НМД5' (0,125-0,160 мм) с 3,5% ДВ-200+ 1,5% QF-1.

Т.колонки 190°С, Т.испарителя -200°С, Т.детектора 220°С.

В этих условиях времена удерживания

ГХЦГ. - 1 мин 30с.

линдана - 1 мин 10с.

ЭФ-2 - 2 мин.

гептаклора - 2 мин.45с.

пп'ДДЕ - 5 мин.3с.

пп° ДДД 6 мин 43с

пп° ДДТ 8 мин 38с.

2.6 Обработка результатов анализа.

Содержание ЭФ-2 в пробе в мг/кг или мг/л вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V}{V_a \cdot P \cdot Q} \text{ мг/кг (мг/л), где}$$

- А - количество ЭФ-2, найденное в аликвоте по градуировочному графику в нг,
- V_a - объем вводимой в хроматограф аликвоты в мкл, (2 мкл)
- V - общий объем пробы в мл (10 мл);
- P - навеска анализируемой пробы в г или объем воды в мл
- Q - пересчетный коэффициент, учитывающий сорбцию ЭФ-2 почвой во времени. Определяют предварительно для разного типа почв.

3. Требования безопасности.

При работе соблюдать правила безопасности принятые для работы с легкометаучими жидкостями, а также требования техники безопасности, регламентируемые инструкциями по эксплуатации, приборов с источниками радиоактивного излучения.

4. Литература.

I. К.Ф.Новикова, Л.И.Лещинская.

"Определение остаточных количеств ЭФ-2 в зерне и воде методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов".

Химия в с.х. № 4, 61-63, 1975г.

5. Авторы.

Настоящие методические указания включают разработку авторских коллективов:

1. И.И.Пиленкова, Р.Г.Юркова.

Уфимский филиал ВНИИ химических средств защиты растений,
г.Уфа.

2. К.Ф.Новикова, Л.И.Лещинская.

ВНИИ химических средств защиты растений, г.Москва.

6. Дополнения.

Настоящие методические указания рекомендованы в добавление к "Определению остаточных количеств ЭФ-2 в зерне методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов", разработанному Новиковой К.Ф., Лещинской Л.И., утвержденному МЗ СССР 22 сентября 1976г. № 1350-75, опубликованному в МУ часть А. УП, стр.24-28, 1976г.