

**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 государственного санитарного врача СССР

А.И.Зайченко

28 января

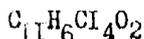
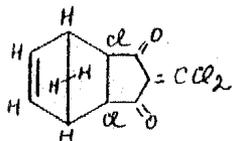
1980г.

№ 2147-80

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

1. Краткая характеристика препарата.

ЭФ-2 програвитель семян. Действующее начало препарата 2-дихлорметилтен-3а-7а-дихлор-3а,4,7,7а-тетрагидро-4,7-метавиндэн-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 вязкость паров  $3,088 \cdot 10^{-4}$  мм рт.ст. при 20°C и  $1,925 \cdot 10^{-3}$  мм рт.ст. при 40°C.  $M_{50}^{25}$  для теплокровных 475 мг/кг. ЦДК в воде 0,01 мг/л, в почве - еще не установлена.

2. Методика определения ЭФ-2 в почве и воде газожидкостной 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 газохроматографическом 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 трехуровневой концентраций представлены в таблице:

Концентрация мг/л (для воды) мг/кг (для почвы)	Среднее значение определения стандартных количеств	Число параллельных определений	Стандартное отклонение ср.	Относительное стандартное отклонение отн.,%	Доверительный интервал среднего при $p=0,95$ и $n=5$ ,%
1	2	3	4	5	6
<b>В о д а</b>					
0,004	97,5	5	3,2	4,0	97,5 $\pm$ 3,9
0,01	98,0	4	2,1	3,4	98,0 $\pm$ 3,4
0,02	100,0	4	2,5	3,9	100,0 $\pm$ 3,9
<b>П о ч в а</b>					
0,1	95,0	4	1,05	1;8	95,0 $\pm$ 1,8
0,5	96,0	6	2,3	2,5	96,0 $\pm$ 2,5
1,0	97,0	4	2,4	4,0	97,0 $\pm$ 3,8

### 2.1.3. Избирательность метода.

Метод селективен; ДДТ, его метаболиты и лямбдан определению 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

Нитрил серноокислый безводный ГОСТ 4166-76, хч

Хроматон *N-AW DMS* (фр. 0,20- 0,25 мм) с 5% метилсили-  
кона SE-30.

Азот 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-1106" с детектором по захвату электро-  
нов или аналогичный прибор,

Вакуумный ротационный испаритель.

Встряхиватель механический.

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

Воронка делительная ГОСТ 10054-75, на 1000 мл

Колбы грушевидные с прилифованной пробкой, ГОСТ 10394-72,  
емкость 100 мл.

Колбы от воронки Бюхнера емкость 1000 и 250 мл

Воронка Бюхнера  $d$  15 см

Ферфоровая ступка с пестиком

Воронка ГОСТ 8613-73  $d$  80 мм

Колбы конические плоскодонные ГОСТ 10394-72, емкость 250 мл

Вакуум-насос (водоструйный, масляный)

Электроплитка

Набор сит "физприбор"

Микрошприц на 10 мкл

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 проба. Средняя проба растирается в ступке и просеивается через сито 0,5 мм. Из просеянной пробы берется для анализа навеска 20 г.

#### 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 емкостью 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 смывают 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 пришлифованной 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 мм/час;

Колонка стеклянная спиральная длиной 1,5 м и внутренним диаметром  $3_{\pm 0,5}$  мм, заполненная хроматоном *N-AW-DMS<sup>1</sup>* (0,2-0,25 мм) с 5% SE-30;

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

Расход газа-носителя (азот особой чистоты) в мл/мин. через колонку  $40_{\pm 2}$ ; через продувочную камеру детектора  $60_{\pm 2}$ ;

Линейность детектирования от 0,02-4 нг;

Объем, вводимый в испаритель, 2 мкл;

Минимально детектируемое количество 0,2 нг;

Абсолютное время удерживания ЭФ-2 1 мин. 55 сек.  $\pm 5$  сек.

Время удерживания хлорорганических пестицидов в этих условиях:

линдан 1 мин. 12 с.

гептахлор 3 мин. 6 с.

пп\*ДДЕ 7 мин. 12с.

пп\*ДДЛ 9 мин. 12с.

пп\*ДДТ II 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; 10,6; 0,8; 1; 2; 3; 4; 5 и 6 нг 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 нг.

#### Альтернативные условия хроматографирования (2)

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

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

В этих условиях времена удерживания

α-ГХЦГ. - 1 мин 3с.

линдана - 1 мин 10с.

ЭФ-2 - 2 мин.

гептахлора - 2 мин. 45с.

пп\*ДДЕ - 5 мин. 3с.

пп ДДД 6 мин 43с

пп ДДГ 8 мин 38с

## 2.6 Обработка результатов анализа.

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

формула:

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

A -- 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

R -- пересчетный коэффициент, учитывающий сорбцию ЭФ-2 почвы во времени. Определяют предварительно для разного типа почв.

## 3. Требования безопасности.

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

## 4. Литература.

И. К.Ф.Новикова, Л.И.Лещинокская.

"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.Пилецкова, Р.Г.Фролова.

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 1975г. № 1350-75, опубликованному в МУ часть 1. УП, стр.24-28, 1976г.