Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

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

**Сборник № 21**
**Часть 2-ая**

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

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

Сборник № 21
Часть 2-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

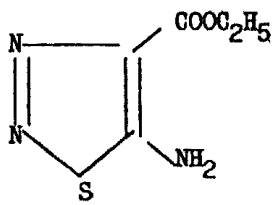
УТВЕРЖДЕНО

МИНИСТЕРСТВОМ

ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
" 29 " июля 1991 г.

№ 6084-91

# ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ТИАДИАЗОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ




М.м. 173,20

Тиадиазол (химическое название: 5-амино-1,2,3-тиадиазол-4-этилкарбоксилат) - белое кристаллическое вещество, т.плавления 132°С (с разложением). Растворим в ацетоне, этаноле, диэтиловом эфире. Практически не растворим в воде. В растворах щелочей и кислот разлагается.

В воздухе присутствует в виде аэрозоля.

Характеристика метода

Метод основан на хроматографическом выделении тиадиазола в тонком слое сорбента с последующим проявлением хроматограмм смесью водных растворов бромфенолового синего и азотнокислого серебра.

Отбор проводится с концентрированием на бумажный фильтр.

Нижний предел измерения тиадиазола 0,04 мг/м$^3$

Диапазон измеряемых концентраций от 0,04 до 2,0 мг/м$^3$

Измерению не мешают дропп, производные тиадиазола.

Суммарная погрешность не превышает $\pm$ 25%

---

Разработчики: И.И.Пиленкова, Р.Г.Юркова,ВНИТИГ., г.Уфа

Время выполнения измерения, включая отбор проб, 2-2,5 ч

Приборы, аппаратура, посуда

Аспирационное устройство.

Фильтродержатель.

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Камера хроматографическая стеклянная типа СП-4,0, ГОСТ 25336-82Е.

Камера для опрыскивания пластинок, ГОСТ 11413-70.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74.

Микрошприц МШ-10.

Капилляр стеклянный.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74Е, вместимостью 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, различной вместимости.

Пробирки конические, ГОСТ 25336-82Е.

Стаканы химические, ГОСТ 25336-82Е, вместимостью 50 мл.

Колбы грушевидные отгонные, ГОСТ 10394-72, вместимостью 100 мл.

Реактивы, растворы,материалы

Тиадиазол с содержанием не менее 96%.

Гексан, ТУ 6-09-3375-78, ч.

Ацетон, ГОСТ 2603-79, чда.

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277-81,хч.

Бромфеноловый синий,ТУ 6-09-1058-76,чда.

Лимонная кислота,ГОСТ 3652-69,чда.

Стандартный раствор тиадиазола концентрации 0,2 мг/мл готовят в мерной колбе вместимостью 100 мл растворением навески 0,0200 г в смеси гексан+ацетон в объемном соотношении 10:3.Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.

Подвижная фаза: смесь гексана и ацетона в объемном соотношении 2:1. Готовят в хроматографической камере за 30 мин до хроматографирования. Высота слоя растворителя 0,5 см.

Проявляющий реактив для обнаружения зон локализации: смесь равных объемов водных растворов 2%-ного азотнокислого серебра и 0,4%-ного бромфенолового синего.Отдельные растворы стабильны в течение 10 дней. Смесь растворов готовят перед употреблением.

Реактив для снятия темного фона: 4%-ный водный раствор лимонной кислоты.Реактив устойчив в течение 10 дней.

Фильтр бумажный обеззоленный "синяя лента" ,ТУ 6-09-1678-77.

Пластинки хроматографические "Силуфол" производства фирмы "Хемапол" ЧСФР или другие пластинки с тонким слоем силикагеля.

Отбор пробы воздуха

Воздух объемным расходом 10 л/мин аспирируют через бумажный фильтр, укрепленный в фильтродержателе.Для анализа отбирают 150 л воздуха.Пробы можно хранить 2 недели.

Проведение измерения

Бумажный фильтр извлекают из фильтродержателя,помещают в химический стакан,заливают 15 мл ацетона,перемешивают стеклянной палочкой 2-3 мин. Ацетон сливают в грушевидную колбу.Экстракцию ацетоном проводят еще 2 раза порциями по 10 мл.Экстракты объединяют в грушевидной колбе. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе до объема 1-2 мл,затем в токе воздуха - досуха.Остаток растворяют в 3 мл смеси.гексан+ацетон (10:3).Из раствора с помощью пипетки отбирают 0,1 мл ,переносят этот объем в коническую пробирку.

На хроматографической пластинке на расстоянии 15 мм от края намечают линию старта.На середину линии старта с помощью микрошприца или стеклянного капилляра количественно наносят раствор пробы из конической пробирки.

Справа и слева от пятна пробы на расстоянии 15 мм друг от друга наносят серию стандартных пятен.Для этого в 6 конических пробирок вносят 1,2,5,10,20.50 мкл стандартного раствора тиадиазола,испаряют раствори-

тель досуха в слабом токе воздуха,остаток в каждой пробирке растворяют в 0,1 мл смеси гексан+ацетон (10:3).Содержимое пробирок наносят количественно на хроматографическую пластинку в виде отдельных пятен на расстоянии 15 мм друг от друга диаметром не более 10 мм.Содержание тиадиазола в пятнах соответствует 0,2; 0,4; 1,0; 2,0; 4,0; 10,0 мкг.

Пластинку помещают в наклонном положении в хроматографическую камеру с подвижной фазой,элюируют на высоту 10 см,вынимают из камеры,подсушивают на воздухе в вытяжном шкафу и обрабатывают из пульверизатора последовательно проявляющим реактивом и реактивом для снятия темной окраски фона.

Тиадиазол проявляется в виде серовато-синих пятен на желтом фоне с $R_f$ 0,50±0,03.Окраска пятен устойчива.

Для количественного определения измеряют с помощью планиметра или прозрачной миллиметровой бумаги площади пятен пробы и стандартного, соответствующего ему по интенсивности окраски.

Концентрацию тиадиазола в воздухе (X) в мг/м$^3$ вычисляют по формуле:

$$X=\frac{A \cdot V_2}{V_1 \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

A – содержание тиадиазола в анализируемом объеме раствора пробы,мкг;

$V_1$ – анализируемый объем раствора пробы,мл;

$V_2$ – общий объем раствора пробы,мл;

$V_{20}$ –объем воздуха (в л),отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям.

Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования при работе в химических лабораториях с органическими растворителями и токсическими веществами.



gost.e-ecolog.ru