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

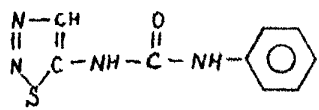
Москва — 1987 г.

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ:
Зам.Главного Государственного
Санитарного врача СССР
_____ А.И.Заиченко
"27" апреля 1984 г.
№ 3006-84

ВРЕМЕННЫЕ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ
КОНЦЕНТРАЦИЙ ДРОППА В ВОЗДУХЕ



М.м. 220,2

Дропп (тидиазурон) – действующее начало.

*N* – фенил – *N'* – I, 2, 3 – тидиазолил-5 – мочевина

Бесцветные кристаллы, Т.пл. 213°С. Давление пара $3 \cdot 10^{-11}$ мм.рт. столба. Растворимость в воде 20 мг/литре, в гексане 6 мг/л, ацетоне 8000 мг/л. В I л диметилсульфоксида и диметилформамида растворяется до 500 г. Дропп – дефолиант применяется в виде 50% смачивающегося порошка.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

I. Характеристика метода

1.I. Определение дроппа основано на газожидкостной хроматографии с применением детектора по захвату электронов. С предварительным гидролизом препарата и бромированием, полученного в результате гидролиза, анилина.

1.2. Предел обнаружения – 0,03 мг в анализируемом объеме

1.3. Предел обнаружения в воздухе 0,00I мг/м$^3$ (при 30 минутном

отборе проб воздуха, расчетный).

1.4. Погрешность определения ± 5,3%

1.5. Диапазон измерительных концентраций 0,001 – 2,0 мг/м$^3$

1.6. Определению не мешают ДДТ, изомеры, ГХЦГ, базудин, бутифос, рогор, фозалон и болстар.

1.7. Ориентировочно безопасный уровень воздействия в воздухе рабочей зоны 2,0 мг/м$^3$ (рекомендуемый).

## 2. Реактивы, растворы и материалы

Дропп, х.ч., Стандартный раствор дроппа готовят следующим образом, 100 мкг дроппа помещают в круглодонную колбу на 0,5 л. Далее проводят гидролиз и бромирование, как указано в пункте 4.

В результате получают трибромanилин в 10,0 мл толуола (2 мкл раствора содержат 20 нг дроппа). Из этого раствора делают разведения толуолом в 10, 100 и 1000 раз.

Калий бромистый, х.ч., ГОСТ 4160–74

Калий броноватокислый, х.ч., ГОСТ 4457–74, 0,2% раствор

Натрий гидроокись, х.ч., ГОСТ 4328–77, 5 N раствор

Натрий сернокислый, ч.д.а., ГОСТ 429–76

Соляная кислота, х.ч., ГОСТ 3118–77 1 N раствор

Толуол, для хроматографии, ТУ 6-09-786-76

Твердый носитель – Хроматон N-AW-ДМСС –
Жидкая фаза SE-30 5%

Изооктан, хч, ГОСТ 5.394-70

## 3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов

Фильтры, синяя лента

Газообразный азот, особой чистоты

Аспирационное устройство

Хроматографическая колонка, стеклянная, длиной 1 м и внутренним

диаметром 3,5 мм

Микрошприц типа МШ-10

Посуда лабораторная , согласно ГОСТ 1770-74

4. Условия отбора проб

Воздух, с помощью аспирационного устройства, со скоростью 5л/мин протягивают через фильтр (синяя лента). Для определения ОБУВ достаточно отобрать 0,15 л.

5. Условия анализа

Фильтр переносят в круглодонную колбу на 0,5 л, прибавляют 25г гидроокиси натрия и 250 мл дистиллированной воды (250 мл 10% гидроокиси натрия).

В течение 30 мин при кипячении с обратным холодильником проводят гидролиз препарата. Образовавшийся, в результате гидролиза, анилин экстрагируют изооктаном порциями по 50, 30, 30 мл. Изооктановый экстракт помещают в делительную воронку. Откуда анилин экстрагируют 1*N* соляной кислотой порциями 10,0: 5,0 и 5,0 мл. Кислотный экстракт количественно переносится в колбу Эрленмеера на 100,0 мл.

Далее проводят бромирование: к водному экстракту добавляют 10,0г бромида калия. Встряхивают до полного растворения, затем добавляют 0,5 мл 0,2% бромата калия. Реакционная смесь становится желтой. Если происходит обесцвечивание добавляют еще 0,5 мл 0,2% бромата калия, пока не установится стабильный желтый цвет. Через 30 мин реакцию бромирования прекращают добавлением сульфита натрия (около 100 мг пока раствор не обесцветится). Реакционная смесь оставляется на 15 мин.

По истечении времени в раствор добавляют 5 мл 5*N* гидроокиси натрия. Затем в реакционную смесь прибавляют 10,0 мл толуола. Кол-

бу энергично встряхивают в течении 2 минут. Дают возможность разделится на слой, шприцом набирают толуоловый слой и 2 мкл вводят в испаритель хроматографа.

Колонка стеклянная длиной I м и внутренним диаметром 0,35.

Заполненая хроматоном N A W -ДМСS + 5% S E-30

| | |
|---|---|
| Температура: термостата колонок | I80°C |
| испарителя | 250°C |
| детектора | 290°C |
| Газ носитель – азот, о.о.ч. | 3 л/час |
| Шкала усилителя | $0,25 \cdot I0^{-I0}$ а |
| Объем вводимой пробы | 2 мкл |
| Время удерживания | 4 мин 50 сек |

Количественное определение проводят I) методом расчета по соотношению площадь пика – концентрация при вводе до анализа проб и после анализа стандартного раствора дропла. Вычисляют среднее арифметическое площадей пиков из 5 определений.

Концентрацию дропла (X) в мг/м$^3$ воздуха вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A_{ст} \cdot S_{пр} \cdot V_1}{S_{ст} \cdot V_{I0} \cdot V}$$

$A_{ст}$ – количество препарата в стандарте введенном в хроматограф, мкг

$S_{пр}$ – площадь пика анализируемой пробы, мм$^2$

$S_{ст}$ – площадь пика стандартной пробы, мм$^2$

$V_1$ – общий объем пробы, мл

$V$ – объем пробы, взятой для хроматографирования, мл

$V_{I0}$ – объем воздуха отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

2) методом абсолютной калибровки по площадям пиков.

Для построения градуировочного графика в хроматограф вводят пос-

ледовательно по 2 мкл стандартного раствора с концентрацией 20 нг; 2 нг: 0,2: 0,02 нг в 2 мкл, что соответствует IO: I: 0,I: 0,0I мкг/мл.

После чего строят график зависимости площади пика от концентрации из 5-ти параллельных определений.

Содержание дроппа в мг/м$^3$ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X=\frac{y \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$y$ – количество дроппа найденного по градуировочному графику, мг

$V_1$ – общий объем раствора, мл

$V$ – объем пробы, вводимой в хроматограф, мкл

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

## УI. Требование безопасности

Соблюдать все требования безопасности, рекомендуемые для работы с органическими растворителями и пестицидами.

## УП. Разработчики

Чешкунов А.Б., Умарова М.М.

Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний.

gost.e-ecolog.ru