

**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.

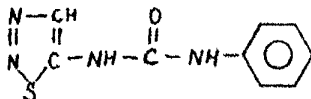
УТВЕРЖДАЮ:
Зам. Главного Государственного
Санитарного врача СССР

----- А.И. Запченко
" 27 " апреля 1984 г.

ВРЕМЕННЫЕ

№ 3006-84

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ
КОНЦЕНТРАЦИЙ ДРОШПА В ВОЗДУХЕ



М.п. 220,2

Дропш (тиадиазурон) — действующее начало.

N — фенил — *N'* — I, 2, 3 — тиадиазолил-5 — мочевила

Бесцветные кристаллы, т.пл. 213°C. 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 диметилсульфооксида и диметилформамида растворяется до 500 г. Дропш — дефолиант применяется в виде 50% смачивающего порошка.

Агрегатное состояние в воздухе — аэрозоль.

I. Характеристика метода

1.1. Определение дропша основано на газожидкостной хроматографии с применением детектора по захвату электронов, с предварительным гидролизом препарата и бромированием, полученного в результате гидролиза, амина.

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

1.3. Предел обнаружения в воздухе 0,001 мг/м³ (при 30 минутном

отборе проб воздуха, расчетный).

1.4. Погрешность определения $\pm 5,3\%$

1.5. Диапазон измерительных концентраций 0,001 - 2,0 мг/м³

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/м³ (рекомендуемый).

2. Реактивы, растворы и материалы

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

В результате получают триброманглин в 10,0 мл толуола (2 мкл раствора содержат ¹20 нг дропна). Из этого раствора делают разведения толуолом в 10, 100 и 1000 раз.

Калий бромистый, х.ч., ГОСТ 4160-74

Калий бромноватокислый, х.ч., ГОСТ 4457-74, 0,2% раствор

Натрий гидроксид, х.ч., ГОСТ 4328-77, 5 N раствор

Натрий селенистый, ч.д.а., ГОСТ 429-76

Соляная кислота, х.ш., ГОСТ 3118-77 1 N раствор

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

Твердый носитель - Хроматон N -AW -DMC₅ -

Лидкая фаза SE-30 5%

Изooктан, 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 МИ-10

Посуда лабораторная, согласно ГОСТ 1770-74

Ч. Условия отбора проб

Воздух, с помощью аспирационного устройства, со скоростью 5 л/мин³ протягивают через фильтр (синяя лента). Для определения ОБУВ достаточно отобрать 0,15 л.

С. Условия анализа

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

В течение 30 мин при кипячении с обратным холодильником проводят гидролиз препарата. Образовавшийся, в результате гидролиза, анилин экстрагируют изоктаном порциями по 50, 30, 30 мл. Изоктановый 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 Эрленмейера на 100,0 мл.

Далее проводят бромирование: к водному экстракту добавляют 10,0 г бромидка 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 сульфата натрия (около 100 мг пока раствор не обесцветится). Реакционная смесь оставляется на 15 мин.

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

ледовательно по 2 мкл стандартного раствора с концентрацией 20 мг; 2 мг; 0,2; 0,02 мг в 2 мкл, что соответствует 10: 1: 0,1: 0,01 мкг/мл

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

Содержание дроппа в мг/м³ 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.

VI. Требование безопасности

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

VII. Разработчики

Чепкунов А.Б., Умарова М.М.

Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний.