

**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.**

**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.**

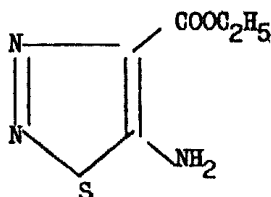
УТВЕРЖДЕНО

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

Тиадiazол (химическое название: 5-амино-1,2,3-тиадiazол-4-этилкарбоксилат) – белое кристаллическое вещество, т.плавления 132°C (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 тиадiazола 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 тиадiazола $0,04 \text{ мг/м}^3$

Диапазон измеряемых концентраций от $0,04$ до $2,0 \text{ мг/м}^3$

Измерению не мешают дрoпш, производные тиадiazола.

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-ІМ, 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-ІО.

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

Тиадiazол с содержанием по монов 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 тиадiazола 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.

Готовит в хроматографической камере за 30 мин до хроматографирования.

Высота слоя растюрителя 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. Пробу 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 тиадинзола, испаряют раствор-

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, элируют 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 $0,50 \pm 0,03$. 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.