

**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**

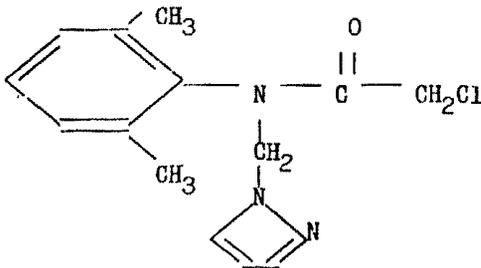
**МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.**

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 29 " июля 1991 г
№ 6138-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ
КОНЦЕНТРАЦИИ БУТИЗАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Краткая характеристика вещества

Бутизан - 2-хлоро-(2,6-диметилфенил)-N-(1H-пиразолилметил)ацетамид



$C_{14}H_{16}ClN_3O$

М.м. 277,76

Препарат представляет собой бесцветные кристаллы Т плав. 85°C , растворимые в большинстве органических растворителей, растворимость в воде 22 мг при 20°C . Давление паров $-0,47 \cdot 10^{-6}$ млбар при 20°C .

Применяется для борьбы со злаковыми сорняками.

ПДК бутизана $0,6 \text{ мг/м}^3$.

2. Характеристика метода

Метод основан на газохроматографическом определении бутизана с использованием детектора по захвату электронов.

Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр "синяя лента").

Предел обнаружения - 1 нг в анализируемом объеме раствора.

Предел измерения в воздухе $-0,05 \text{ мг/м}^3$.

Диапазон измеряемых концентраций $-0,05-5 \text{ мг/м}^3$.

Граница суммарной погрешности измерений $\pm 3,25\%$.

Разработчики: М. Н. Герцок, И. Л. Ястреб, ВНИИГИНТОКС, г. Киев

3. Реактивы, растворы, материалы

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

Ацетон, чда., ГОСТ 2603-79.

Фильтры бумажные беззольные "Синяя лента".

Хроматон N-AW(0,16-0,20) с 5% SE-30 (Хемапол, ЧССР).

Стандартный раствор бутизана, содержащий 100 мкг/мл, готовят раствором 0,01 г препарата в мерной колбе на 100 мл. Рабочие растворы готовят разбавлением стандартного раствора бутизана.

4. Приборы, аппаратура, посуда

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-2451-78.

Баня водяная электрическая, ТУ 64-1-2850-76.

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10696-75.

Весы аналитические лабораторные, ГОСТ 19491-74.

Весы технические ВЛКТ-500.

Воронки химические, ГОСТ 25336-82.

Воронки делительные, ГОСТ 25336-82, на 50, 500 мл.

Испаритель ротационный вакуумный для отгонки растворителей ИР-1М, ТУ 25-11-917-76.

Колбы конические, ГОСТ 25336-82, на 50, 250 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, на 100 мл.

Колбы грушевидные для отгонки растворителей, ГОСТ 25336-82.

Колбы круглодонные со шлифом, ГОСТ 25336-82, на 250, 500 мл.

Колонка стеклянная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Микрошприц на 10 мкл МШ-10, ТУ 5Е-2.833.024.

Пипетки емкостью, ГОСТ 20292-74, 1; 5 мл.

Электроаспиратор, ТУ 64-1-862-77.

Фильтродержатели, ГОСТ 9293-74.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50, 100 мл.

Хроматограф газовый марки "Цвет", оснащенный детектором постоянной скорости рекомбинации, или аналогичный.

5. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 5 мл/мин аспирируют через фильтр "Синяя лента", закрепленный в фильтродержателе в течение 30 мин.

6. Условия анализа

Бумажный фильтр, содержащий аэрозоль, из фильтродержателя помещают в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона. Встряхивают в течение 30 мин. Экстракцию повторяют дважды. Объединенный экстракт сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель под вакуумом досуха. Остаток растворяют в колбе в 1 мл ацетона и хроматографируют.

Определение методом газо-жидкостной хроматографии

Газохроматографическое определение бутизана производят на хроматографе "Цвет-570" с детектором по захвату электронов или аналогичном при следующих условиях хроматографирования:

Носитель-хроматон N-AW (0,16-0,20 мм)

Неподвижная фаза-5% SE-30

Колонка стеклянная 1М x 3 мм

Скорость газа-носителя (азот)-40 мл/мин

Скорость диаграммной ленты потенциометра-240 мм/час

Температура колонки-220°C

Температура детектора-260°C

Температура испарителя-260°C

Вводимый объем-2 мкл

Время удерживания-2,75 мин

Расчет концентрации препарата X мг/м³ в воздухе проводят по формуле

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

G - количество бутизана, найденное по градуировочному графику, мг;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - хроматографический объем пробы, мкл;

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

7. Требования безопасности

Соблюдать все требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемических учреждений системы Минздрава СССР (№ 2455-81 от 20.10.81 г).