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

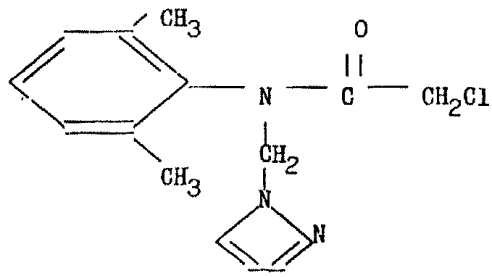
МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

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

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ БУТИЗАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1.Краткая характеристика вещества

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



$C_{14}H_{16}ClN_3O$

М.м.277,76

Препарат представляет собой бесцветные кристаллы Т плав.85°С,растворимые в большинстве органических растворителей,растворимость в воде 22 мг при 20°С.Давление паров -0,47.10^{-6}мбар при 20°С.

Применяется для борьбы со злаковыми сорняками.

ПДК бутизана 0,6 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 мг/$м^3$.

Диапазон измеряемых концентраций-0,05-5 мг/$м^3$.

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

Разработчики:М.Н.Герцюк,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 растворением 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 фильтродержатели 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 х 3 мм

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

Скорость диаграммной ленты потенциометра-240 мм/час

Температура колонки-220^{o}С

Температура детектора-260^{o}С

Температура испарителя-260^{o}С

Вводимый объем-2 мкл

Время удерживания-2,75 мин

Расчет концентрации препарата X мг/м^{3} в воздухе проводят по формуле

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

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

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).

gost.e-ecolog.ru