

**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**

Часть 17-я

**Данные методики апробированы и рекомендованы в
качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками**

"УТВЕРЖДАЮ"

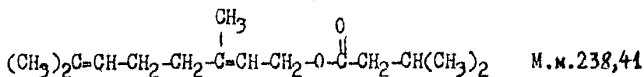
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 21 " ноября 1985 г.

№ 4026-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОВОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
ГЕРАНИЛИЗОВАЛЕРИАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



Геранилизовалериат

Плотность 0,8952 г/см³, в воде не растворяется, неограниченно растворяется в спирте, ацетоне, диэтиловом эфире. Температура кипения 125-130°C при давлении 1 мм рт.ст. Давление пара при 20° 7·10⁻⁴ ± 1·10⁻⁴ мм рт.ст. Показатель преломления 1,4595 при 20°C. Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны - пар.
Д₅₀ более 1000 мг/кг.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на методе газо-жидкостной хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (гептан).
3. Предел обнаружения 0,01 мкг в анализируемом объеме раствора (5 мкл).
4. Предел обнаружения в воздухе 0,5 мг/м³ (при отборе 20 л).
5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5-50,0 мг/м³.
6. Граница суммарной погрешности измерения ± 20%.
7. ОБУВ геранилизовалериата в воздухе рабочей зоны 1 мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы

Геранилизовалериат, 92 %
н-Гептан, ч, ГОСТ 5395-70
Стандартный раствор геранилизовалериата с содержанием 1 мг/мл в н-гептане.
Твердый носитель инертон А W -ДМС (фракция 0,15-0,16 мм),

пропитанный жидкой фазой 0ν -I7 (3%).

Азот технический, ГОСТ 9293-74, в баллоне с редуктором
Водород технический, ГОСТ 3022-70, в баллоне с редуктором
Воздух, ГОСТ 11882-73, в баллоне с редуктором

Ш. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
Стеклоянная колонка длиной 1,2 м, внутренним диаметром 3 мм
Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-1С6
Электроаспиратор М-822, ТУ 64-1-86 2-77
Поглотители типа СВТ, ГОСТ 10378-73
Пипетки мерные, на 1-10 мл, ГОСТ 1770-74
Мерные колбы, емкостью 25 и 100 мл, ГОСТ 1770-74
Пробирки градуированные на 10 мл, ГОСТ 10515-75
Секундомер, ГОСТ 5072-79
Линейка металлическая, с ценой деления 1 мм

Подготовка к определению

1. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку заполняют насадкой (носитель + неподвижная жидкая фаза) механически, осторожно встряхивая или с помощью небольшого вакуума. Кондиционирование колонки производят в токе газа-носителя при постепенном повышении температуры от комнатной до 180°C со скоростью 20°C в час. Подготовка прибора к анализу проводится согласно инструкции по ободуживанию хроматографа.

Условия хроматографирования :

Режим изотермический
Температура колонки 150°C, испарителя: 200°C
Расход газа-носителя азота 40 мл/мин, водорода 30 мл/мин
воздуха 300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты 300 мм/час
Объем вводимой пробы 1-5 мкл
Время удерживания геранилизоваляриата 6 мин
Продолжительность анализа 8 мин
Чувствительность шкалы ν /метра 1,6 \cdot 10⁻¹¹ г.

2. Построение градуировочного графика

Из стандартного раствора геранилизовалериата готовят серию градуировочных растворов, содержащих от 0,01 до 1 мкг/мл геранилизовалериата в н-гептане.

Стандартные растворы вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Для каждой концентрации делают по 5 параллельных определений. Для построения градуировочного графика берут не менее 6 различных концентраций. Измеряют на хроматограмме высоту (площадь) пиков исследуемого вещества. Строят градуировочный график, который выражает зависимость высоты пика (площади) геранилизовалериата от его концентрации в растворе.

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через поглотители, наполненные н-гептаном (5 мл). Для определения Г/2 ОБУВ достаточно отобрать 20 л воздуха. Поглотители должны быть помещены в ледяную воду. Поглотительные растворы, содержащие геранилизовалериат, хранят в закрытой таре в холодильнике при температуре не выше 10°C в течение 3 месяцев.

V. Условия анализа

Поглотительный раствор переводят в градуированную пробирку, промывают н-гептаном поглотительный прибор и доводят объем раствора до 5 мл н-гептаном. Аликвотную часть раствора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Скорость ввода пробы и впрыск должны быть постоянны. При анализе проб делают не менее 3 параллельных определений. Измеряют высоту (площадь) пиков. По градуировочному графику находят концентрацию исследуемого вещества.

Концентрацию геранилизовалериата (X) в воздухе в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_I}{V \cdot V_{20}}$$

где: G - количество геранилизовалериата, найденное по градуировочному графику, мкг;

V_I - общий объем пробы, мл;

V - хроматографируемый объем пробы, мл;

^{210}Po -объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

УІ. Требования безопасности

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

УІІ. Разработчики

Пенчук Я.О., Ильмоя К.А. (Городок санитарно-эпидемиологическая станция, г.Тарту, ЭССР).