

**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**

Москва — 1988

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

"21" ноября 1985 г.

№ 4024-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
СМЕСИ ГЕРАНИЛГЕКСАНОАТА И ГЕРАНИЛОКТАНОАТА В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Составляющие компоненты смеси:

$(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}-\text{C}_5\text{H}_{12}$ М.м. 253,45
Геранилгексаноат - д.в. (2E)-3,7-диметил-2,6-октадиенил-
н-гексаноат

$(\text{CH}_3)_2\text{C}=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{C}(\text{CH}_3)=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}-\text{C}_7\text{H}_{16}$ М.м. 281,51
Геранилоктаноат- д.в. (2E)-3,7-диметил-2,6-октадиенил-н-окта-
ноат

Соотношение компонентов смеси геранилгексаноат - геранилоктано-
ат 1,5:1.

Смесь представляет собой желтоватую прозрачную жидкость. В воде
не растворима, хорошо растворима в спирте, диэтиловом эфире, бен-
золе, гексане, гептане. Показатель преломления $n_D^{20} = 1,465$.
Содержание основных веществ 95%. Агрегатное состояние в воз-
духе рабочей зоны - пары. LD_{50} смеси более 3000 мг/кг.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на методе газо-жидкостной хромато-
графии с использованием пламенно-ионизационного детектора.
2. Отбор проб проводится с концентрированием (гептан).
3. Предел обнаружения 0,01 мкг в анализируемом объеме раст-
вора (5 мл).
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 $\pm 20,0\%$.
7. ОБУВ смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны (рекомендуемый) 1,0 мг/м³.

II. Реактивы, растворы, материалы

Геранилгексаноат, 95%
Геранилоктаноат, 95%
н-Гептан, ч, ГОСТ 5395-70
Твердый носитель инертон А W -ДМС, пропитанный жидкой фазой ОУ-17 (30), фракция 0,125-0,16 мм
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

III. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
Стеклоколонка длиной 1,2 м, внутренним диаметром 3 мм
Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-106
Электроаспиратор М-822, ТУ 64-1-862-77
Поглотители, ТУ 25-11-1081-75
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

I. Приготовление стандартного раствора

Навески геранилгексаноата (25 мг) и геранилоктаноата (38 мг) растворяют в колбе емкостью 50 мл н-гептане, получают растворы с содержанием геранилгексаноата 500 мкг/мл, геранилоктаноата 760 мкг/мл.

2. Построение градуировочного графика

Из стандартного раствора смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата готовят градуировочные растворы с содержанием определяемого вещества от 0,01/мкг/мкл до 1 мкг/мкл.

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 до 200° со скоростью 20° в час. Подготовка прибора к анализу проводится согласно инструкции по обслуживанию хроматографа.

Условия хроматографирования:

Режим - изотермический

Температура колонки 180° , испарителя 220° ,

Расход газа-носителя азота 40 мл/мин, водорода 30 мл/мин, воздуха 300 мл/мин; чувствительность шкалы э/метра $1,6 \cdot 10^{-11} \text{а}$

Скорость диаграммной ленты 130 мм/час

Объем вводимой пробы 1-5 мкл

Время удерживания геранилгексаноата - 3,83 мин, геранилоктаноата - 7,67 мин;

Продолжительность анализа 10 мин.

Стандартные растворы вводят в хроматограф. Для каждой концентрации делают по 5 параллельных определений. Для построения градуировочного графика берут не менее 6 различных концентраций. Измеряют на хроматограммах (площади) ^{высоту} пиков исследуемых веществ. Строят градуировочный график, который выражает зависимость сумм высот (или площадей) пиков геранилгексаноата и геранилоктаноата от их концентрации в растворе.

IV. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через поглотители, наполненные 5 мл н-гептана. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 20 л воздуха. Поглотители должны быть помещены в ледяную воду. Растворы смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в закрытой таре в холодильнике при температуре не выше 10°C могут храниться 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. Аликвотную часть раствора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. Скорость ввода пробы и шприц

должны быть постоянны. При анализе проб делают не менее 3-5 параллельных определений. Измеряют высоту (или площадь) пиков. По градуировочному графику находят концентрацию исследуемого вещества.

Концентрацию смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе (X) в мг/м³ вычисляют по формуле:

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

где: G - количество смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата, найденное по градуировочному графику, мкг;
V_I - общий объем пробы, мл;
V - хроматографируемый объем пробы, мл;
V₂₀ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

VI. 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.).

УП. Разработчики

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