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

т. 16, р. II

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,
болезнями растений и сорняками

Москва — 1987 г.

gost.e-ecolog.ru

"Утверждаю"

Заместитель Главного Государственного
Санитарного врача СССР

(Заиченко А.И.)

"27" апреля 1984 г.

ВРЕМЕННЫЕ № 3002-84

Методические указания

на газохроматографическое определение геранил-бутирата в воздухе.

$(CH_3)_2C = CH - CH_2 - CH_2 - C(CH_3) = CH - CH_2 - O - CO - CH_2 - CH_2 - CH_3$

(2Е)-3,7-диметил-2,6-октадиенил бутаноат

Основные физико-химические свойства

Молекулярная масса	224,3
Плотность при 20°С, г/см³	0,900 - 0,940
Растворимость	в воде плохо растворяется, хорошо растворим в спирте, эфире, бензоле, гексане, гептане
Температура кипения	104°С/1 мм рт.ст.
Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны	пары
Показатель преломления, n_D^{20}	1,460 - 1,462

I. Общая часть.

1. Определение основано на методике газожидкостной хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора. Отбор проб с концентрированием.
2. Предел обнаружения 0,01 мкг в анализируемом объеме раствора.
3. Предел обнаружения 0,5 мг/м³ (расчетный) в воздухе.
4. Погрешность определения 20%.

5. Диапазон измеряемых концентраций от 0,5 мг/м^3 до 50 мг/м^3.
6. Ориентировочный безвредный уровень воздействия (ОБУВ) геранилбутирата составляет 1,0 мг/м^3.
7. Геранилбутират малотоксичен для теплокровных животных. $ЛД_{50}$ > 1000 мг/кг.

II. Приборы, аппаратура, посуда.

1. Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором Цвет 106.
2. Стеклянная колонка 2м х 3мм.
3. Микрошприц МШ-10.
4. Электроаспиратор М-822 для отбора проб газа.
5. Секундомер механический, ГОСТ 5072-79.
6. Весы лабораторные, равноплечие второго класса ВЛР-200г ТУ 25-06. 1131-79Е.
7. Гири второго класса набора Г-2-210, ГОСТ 73-28-73.
8. Металлическая линейка с ценой деления 1 мм.
9. Склянки для промывания газов (поглотители), типа СВТ, ГОСТ 10378-73.
10. Пипетки мерные емкостью 1-10 мл с делениями, ГОСТ 1770-74.
11. Мерные колбы, емкостью 25и 100 мл, ГОСТ 1770-74.
12. Пробирки с градуировкой на 10 мл.

III. Реактивы и материалы.

1. Н-Гептан, ГОСТ 5.395-70.
2. Твердый носитель Инертон *AW DMCS* фракция 0,125-0,16 мм, пропитанный жидкой фазой *OV-17* (3%), производство ЧССР.
3. Азот техн., ГОСТ 9293-74
4. Водород техн., ГОСТ 3022-70
5. Воздух, ГОСТ 11882-73

   } из баллонов с редукторами
6. Геранилбутират, содержание основного продукта по данным ГХ 94%.

IV. Отбор проб воздуха.

Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через поглотители, наполненные н-гептаном. Объем воздуха для определения 1/2 ПДК при

длительности отбора проб не более 30 мин равен 20 л. Поглотители охлаждаются ледяной водой. Растворы гераниилбутирата в н-гептане должны храниться в закрытом виде в холодильнике при температуре не выше 10°С. Срок хранения 3 месяца.

У. Подготовка к определению.

Наполнение хроматографической колонки наполнителем механическое с применением вакуума. Кондиционирование колонки проводят в токе газа-носителя при постепенном повышении температуры от комнатной до 180°С со скоростью 20°С в час. Подготовка прибора к анализу проводится согласно инструкции по обслуживанию хроматографа.

Поглотитель заполняют н-гептаном (5 мл) и присоединяют к электроаспиратору. Воздух протягивают через поглотитель в течение 20 мин с объемным расходом 1 л/мин. Раствор гераниилбутирата в н-гептане переводят из поглотителя в градуированную пробирку и доводят до 5 мл н-гептаном.

УІ. Проведение определения.

Ввод пробы осуществляется через самоуплотняющуюся мембрану. Примечание: скорость ввода пробы и шприц должны быть постоянны.

Условия анализа:

Колонка	1,2м х 3мм, стекло
Наполнитель	Инертон *AW DMCS* ,пропитанный OV -17 (3% от веса твердого носителя)
Хроматограф	Вирухром М-41 или другой прибор с пламенно-ионизационным детектором

Температура:

колонки	150°С
испарителя	200°С
детектора	200°С

Температурный режим изотермический.

Расход	
газа-носителя азота	45 мл/мин
водорода	40 мл/мин
воздуха	300 мл/мин
Давление	
азота	0,09 МПа
водорода	0,09 МПа
воздуха	0,08 МПа
Скорость диаграммной ленты	200 мм/час
Объем вводимой пробы	I - 5 мкл
Время удерживания геранилбутирата	4 мин 30 с
Продолжительность анализа	6 мин.

Приготовление стандартного раствора в гептане.

Навеску геранилбутирата (50 мг) растворяют в колбе на 50 мл.

Приготовление градуировочных растворов.

Из стандартного раствора геранилбутирата приготовляют калибровочные растворы с содержанием определяемого вещества от I до 0,0I мкг/мкл

Построение градуировочного графика.

Градуировочный график выражает зависимость высот пиков геранилбутирата от его концентрации в растворе. Построение градуировочного графика проводится по 6 точкам с пятью параллелями для каждой концентрации определяемого вещества. На рисунке приведена хроматограмма геранилбутирата.

Примечание. Условия анализа и калибровки идентичны.

УII. Обработка результатов.

При определении концентрации геранилбутирата (мг/м^3, мкг/л) отобранного из воздуха в н-гептан, используют формулу

gost.e-ecolog.ru