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
А.И.Заиченко
№ 3000-84
от 27.04.84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по газохроматографическому определению АКГ-80А в воздухе рабочей зоны

I. Краткая характеристика препарата

Плотность при 20°С - 0,940-0,970 г/см^3. Показатель преломления n_D^{20} - I,500-I,505. Неограниченно растворяется в опирте, эфире, ацетоне. В воде не растворяется. Температура кипения - I46-I52°С при3 мм рт. ст.

В воздухе может находиться в виде паров.
ОБУВ в воздухе рабочей зоны - I мг/м^3

2.Методика определения АКГ-80А в воздухе рабочей зоны

2.I.Основные положения

2.I.I.Принцип метода

Определение основано на методе газожидкостной хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора. Отбор проб с концентрированием. Определяется сумма концентраций цис- и транс-изомеров АКГ-80А

2.I.2. Метрологическая характеристика

Предел обнаружения - 0,0I мкг в анализируемом,объёме раствора
Предел обнаружения в воздухе - 0,5 мг/м^3
Граница суммарной погрешности ±20%
Диапазон измеряемых концентраций от 0,5 мг/м^3 до 50 мг/м^3

2.2. Реактивы, растворы, материалы

АКГ-80А, содержание основного продукта 94%

Приготовление стандартного раствора

Навеску АКГ-80А (50мг) растворяют в 50 мл гептана

Приготовление градуировочных растворов

Из отандартного раствора АКГ-80А готовят градуировочные растворы с содержанием определяемого вещества от I до 0,0I мкг/мкл.

н-гептан

Твёрдый носитель Инертон AW-DMCS (0,I25-0,I6), пропитанный жидкой фазой OV-I7 (3%)

Азот технический, ГОСТ 9293-74

Водород технический, ГОСТ 3022-70

Воздух, ГОСТ II882-73

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Стеклянная колонка I,2 м х 3 мм

Микрошприц МШ-IOМ, ТУ 2-833-I06

Аспирационное устройство

Секундомер, ГОСТ 5072-79

Весы лабораторные ВЛР-200, ТУ 25-06.II3I-79Е

Склянки для промывания газов (поглотители) типа СВТ, ГОСТ I0378-73

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ I770-74

Пробирки, градуированные на I0 мл

2.4. Отбор проб

Воздух со скоростью I л/мин аспирируют через поглотители, заполненные н-гептаном. Для определения I/2 ОБУВ следует отобрать 20л воздуха. Поглотители охлаждаются ледяной водой. Пробы должны храниться в закрытом виде в холодильнике при температуре не выше I0°С. Срок хранения 3 месяца.

2.5. Проведение определения

2.5.I. Подготовка прибора и проб к анализу

Заполнение хроматографической колонки наполнителем механическое с применением вакуума. Кондиционирование колонки производят в токе газа-носителя при постепенном повышении температуры от комнатной до I80°С. Подготовка прибора к анализу проводится согласно инструкции по обслуживанию хроматографа.

Раствор АКГ-80А в н-гептане переводят из поглотителя в градуированную пробирку и доводят до 5 мл н-гептаном.

2.5.2. Условия газохроматографического анализа

Ввод пробы осуществляется через самоуплотняющуюся мембрану.

Скорость ввода пробы и шприц должны быть постоянными.

Детектор пламенно-ионизационный

Колонка стеклянная 1,2м х 3мм

Наполнитель Инертон AW-DMCS, пропитанный OV-17 (3%)

Температура

колонки термостата	160°С
испарителя	200°С
детектора термостата	200°С

Температурный режим изотермический

Скорость потока газа-носителя азота	60 мл/мин
водорода	40 мл/мин
воздуха	300 мл/мин
Шкала усилителя	10^{-11}А
Скорость диаграммной ленты	200 мм/час
Объём вводимой пробы	1-5 мкл
Время удерживания АЮГ-80А	13 мин
Продолжительность анализа	14 мин

2.5.3. Обработка результатов анализа

Строят градуировочный график зависимости суммы высот пиков цис- и транс-изомеров от их концентрации в растворе. Построение градуировочного графика проводится по 6 точкам с пятью параллелями для каждой концентрации определяемого вещества.

Условия анализа и калибровки идентичны.

Концентрацию АЮГ-80А в воздухе (мг/м^3) рассчитывают по формуле :

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

где: $\bar{G}$ - количество АЮГ-80А, найденное в хроматографируемом объёме поглотительного раствора, мкг;

V - общий объём поглотительного раствора, мл;

V_1 - объём поглотительного раствора, взятый для хроматографирования, мл;

V_{20} - объём воздуха, взятый для анализа и приведенный к стан-

дартным условиям, а

2. 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, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455-81 от 20.10.81

4. Разработчики

Ильмоя К.А., Пенчук Я.О (Тартуская горсанэпидстанция, г.Тарту)

gost.e-ecolog.ru