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

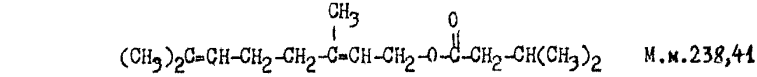
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Москва — 1988

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО
" 21 " ноября 1985 г.
№ 4026-85

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



$(CH_3)_2C=CH-CH_2-CH_2-C(CH_3)=CH-CH_2-O-C(=O)-CH_2-CH(CH_3)_2$ М.м.238,41

Геранилизовалериат

Плотность 0,8952 г/см^3, в воде не растворяется, неограниченно растворяется в спирте, ацетоне, диэтиловом эфире. Температура кипения 125-130°С при давлении 1 мм рт.ст. Давление пара при 20° $7 \cdot 10^{-4} \pm 1 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст. Показатель преломления 1,4595 при 20°С. Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны- пары.
$ДЛ_{50}$ 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/м^3 (при отборе 20 л).

5.Диапазон измеряемых концентраций 0,5-50,0 мг/м^3.

6.Граница суммарной погрешности измерения ± 20%.

7.ОБУВ геранилизовалериата в воздухе рабочей зоны 1 мг/м^3.

II.Реактивы, растворы, материалы

Геранилизовалериат, 92 %

н-Гептан, ч, ГОСТ 5995-70

Стандартный раствор геранилизовалериата с содержанием 1 мг/мл в н-гептане.

Твердый носитель инертон АW -ДМДС (фракция 0,15-0,16 мм),

пропитанный жидкой фазой ОУ -17 (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
Стеклянная колонка длиной 1,2 м, внутренним диаметром 3 мм
Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-1С6
Электроаспиратор М-822, ТУ 64-1-862-77
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°С со скоростью 20°С в час. Подготовка прибора к анализу проводится согласно инструкции по обслуживанию хроматографа.

Условия хроматографирования:

Режим изотермический
Температура колонки 150°С, испарителя 200°С
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 геранилизовалериата 6 мин
Продолжительность анализа 8 мин
Чувствительность шкалы э/метра $1,6 \cdot 10^{-11}$ а.

2. Построение градуировочного графика

Из стандартного раствора геранилизовалериата готовят серию градуировочных растворов, содержащих от 0,01 до I мкг/мкл 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.

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью I л/мин аспирируют через поглотители, наполненные н-гептаном (5 мл). Для определения I/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 10^0C в течение 3 месяцев.

У. 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 шприц 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/м^3 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;

V_{20}-объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

УI. 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., Идьмоя К.А. (Городская санитарно-эпидемиологическая станция, г.Тарту ,ЭССР).

gost.e-ecolog.ru