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

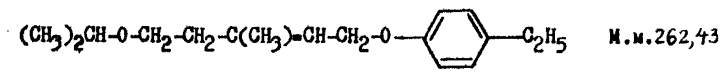
gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ "

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 2I " ноября I985 г.
№ 4025-85

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПРЕПАРАТИВНОЙ ФОРМЫ АПГ-80А-84 В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м.262,43

АПГ-80А-84 , действующее вещество- I-(4-этилфенокси)-3-метил-5-изопропокси-2-пентен. Соотношение цис- и транс-изомеров от I:I до I:3. Препарат включает эмульгатор ОП-7 I4,I%, добавку Э I,4%, добавку П I3,8%, действующее начало 70,7%.
Препарат представляет собой вязкую желтого цвета пасту. С водой образует устойчивую эмульсию. Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны- аэрозоль, пары.
$ЛД_{50}$ для теплокровных животных более I000 мг/кг.

I.Характеристика метода

I.Определение основано на методе газо-жидкостной хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора.

2.Отбор проб проводится с концентрированием (фильтр, гептан).

3.Предел обнаружения 0,0I 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 АПГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны I,0мг/м^3 (рекомендуемый).

II.Реактивы, растворы, материалы

АПГ-80А-84, 94%

н-Гептан, ГОСТ 5395-70

Стандартный раствор АКГ-80А-84 в н-гептане с содержанием I мг/мл.

Твердый носитель инертон AW -ДМСS (фракция 0,I25-0,I6 мм), пропитанный жидкой фазой OV-I7 (3%)

Азот технический, ГОСТ 9293-74 , в баллоне с редуктором

Водород технический, ГОСТ 3022-70, в баллоне с редуктором

Воздух, ГОСТ II882-73, в баллоне с редуктором фильтр

Ш. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Стеклянная колонка длиной I,2 м и внутренним диаметром 3мм

Микрошприц МШ-I0, ТУ 2-833-I06

Электроаспиратор М-822, ТУ 64-I-862-77

Поглотители, ТУ 25-II-I08I-75

Пипетки мерные, на I-I0 мл, ГОСТ I770-74

Мерные колбы, емкостью 25 и I00 мл, ГОСТ I770-74

Пробирки градуированные на I0 мл , ГОСТ I05I5-75

Линейка металлическая, с ценой деления I мм

Подготовка к определению

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

Условия хроматографирования:

Режим изотермический

Температура колонки I80°С, испарителя 220°С

Расход газа-носителя азота 40 мл/мин, водорода 30 мл/мин, воздуха 300 мл/мин. Чувствительность шкалы э/метра $6,4.I0^{-II}$ а.

Скорость диаграммной ленты I80 мм/час

Объем вводимой пробы I-5 мкл

Время удерживания АКГ-80А-84 : 7,7 мин-транс-изомер
6,7 мин - цис-изомер

Продолжительность анализа 10 мин

2. Построение градуировочного графика

Из стандартного раствора АКГ 80А-84 готовят серию градуировочных растворов, содержащих от 0,01 до 1,0 мкг/мкл 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 цис- и транс-изомеров АКГ-80А-84. Строят градуировочный график, который выражает зависимость суммы высот (площадей) пиков цис- и транс-изомеров АКГ-80А-84 от их концентрации в растворе.

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 2 л/мин аспирируют через фильтр, укрепленный в фильтродержателе, с последовательно соединенным поглотительным прибором, заполненным н-гептаном (5 мл). Поглотительные приборы должны быть помещены в ледяную баню. Для определения 1/2 ОБУВ достаточно отобрать 20 л воздуха. Поглотительные растворы АКГ-80А-84 в н-гептане могут храниться в закрытой таре в холодильнике при температуре не выше 10°С в течение 3 месяцев.

У. Условия анализа

Фильтр с пробой переносят в градуированную пробирку. В ту же пробирку сливают содержимое поглотителя и доводят промывными порциями гептана объем раствора до 5 мл. В хроматограф вводят аликвотную часть раствора (1-5 мкл) через самоуплотняющуюся мембрану. Скорость ввода пробы и шприц должны быть постоянны. При анализе проб делают не менее 3 параллельных определений. Измеряют высоту (площадь) пиков цис- и транс-изомера АКГ-80А-84. По градуировочному графику находят концентрацию исследуемого вещества.

Концентрацию АКГ-80А-84 (X) в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле:

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

где: G - количество АКГ-80А-84, найденное по градуировочному графику (сумма изомеров), 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, 20.10.81г).

УП. Разработчики

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

gost.e-ecolog.ru