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.
№ 4024-85

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

Составляющие компоненты смеси:

$(CH_3)_2C = CH-CH_2-CH_2-C(CH_3)= CH-CH_2-O-CO-C_5H_{12}$ М.м.253,45

Геранилгексаноат - д.в. (2Е)- 3,7-диметил-2,6-октадиенил-н-гексаноат

$(CH_3)_2C = CH-CH_2-CH_2-C(CH_3)= CH-CH_2-O-CO-C_7H_{16}$ М.м.281,51

Геранилоктаноат- д.в.(2Е)-3,7-диметил-2,6-октадиенил-н-октаноат

Соотношение компонентов смеси геранилгексаноат -геранилоктаноат I,5:I.

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

I.Характеристика метода

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

2. Отбор проб проводится с концентрированием (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 ± 20,0%.
7. ОБУВ смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны (рекомендуемый) I,0 мг/м^3.

П. Реактивы, растворы, материалы

Геранилгексаноат, 95%
Геранилоктаноат, 95%
н-Гептан, ч, ГОСТ 5395-70
Твердый носитель инертон AW -ДМДS ,пропитанный жидкой фазой ОУ-I7 (30), фракция 0,I25-0,I6 мм
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

Ш. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
Стеклянная колонка длиной I,2 м, внутренним диаметром 3 мм
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
Секундомер , ГОСТ 5072-79
Линейка металлическая, с ценой деления I 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 0,0I/мкг/мкл до I 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 $1,6 \cdot 10^{-11}$а
Скорость диаграммной ленты 180 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) пиков исследуемых веществ. Строят градуировочный график, который выражает зависимость суммы высот (или площадей) пиков геранилгексаноата и геранилоктаноата от их концентрации в растворе.

IУ. 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°С могут храниться 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. 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/м^3 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;

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

gost.e-ecolog.ru