

**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**

ч. 16, р. II

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

Москва — 1987 г.

Заместитель Главного Государственного  
Санитарного врача СССР

(Закченко А.И.)

"27" апреля 1984 г.

**ВРЕМЕННЫЕ** № 3002-84

Методические указания

на газохроматографическое определение геранил-  
бутирата в воздухе.



(2E)-3,7-диметил-2,6-октадиенил бутират

Основные физико-химические свойства

Молекулярная масса	224,3
Плотность при 20°C, г/см <sup>3</sup>	0,900 - 0,940
Растворимость	в воде плохо растворяется, хорошо растворим в спирте, эфире, бензоле, гексане, гептане
Температура кипения	104°C/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 мкг/м<sup>3</sup> (расчетный) в воздухе.
4. Погрешность определения 20%.

5. Диапазон измеряемых концентраций от 0,5 мг/м<sup>3</sup> до 50 мг/м<sup>3</sup>.
6. Ориентировочный безвредный уровень воздействия (ОБУВ) геранил-бутирата составляет 1,0 мг/м<sup>3</sup>.
7. Геранилбутират малотоксичен для теплокровных животных.  
ДЛ<sub>50</sub> > 1000 мг/кг.

## II. Приборы, аппаратура, посуда.

1. Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором Цвет И06.
2. Стеклоаналитическая колонка, 2м x 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. П131-79Б.
7. Гири второго класса набора Г-2-210, ГОСТ 73-28-73.
8. Металлическая линейка с ценой деления 1 мм.
9. Слянки для промывания газов (поглотители), типа СВТ, ГОСТ 10378-73.
10. Пипетки мерные емкостью 1-10 мл с делениями, ГОСТ 1770-74.
- II. 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
6. Геранилбутират, содержание основного продукта по данным ГХ 94%.  
У. 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 геранилбутирата в н-гептане должны храниться в закрытом виде в холодильнике при температуре не выше 10°C. Срок хранения 3 месяца.

#### У. Подготовка к определению.

Наполнение хроматографической колонки наполнителем механического с применением вакуума. Кондиционирование колонки производят в теке газа-носителя при постепенном повышении температур от комнатной до 180°C со скоростью 20°C 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 геранилбутирата 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 x 3мм, стекло
Наполнитель	Инергон AW DMCS ,пропитанный OV -17 (3% от веса твердого носителя)
Хроматограф	Вихрухи М-АІ или другой прибор с пламенно-ионизационным детектором
Температура:	
колонки	150°C
испарителя	200°C
детектора	200°C

Температурный режим изотермический.

<b>Расход</b>	
газ-носителя азота	45 мл/мин
водорода	40 мл/мин
воздуха	300 мл/мин
<b>Давление</b>	
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 гектане  
Навеску геранилбутирата (50 мкг) растворить в колбе на 50 мл.

Приготовление градуировочных растворов.

Из стандартного раствора геранилбутирата готовят калибровочные растворы с содержанием определяемого вещества от I до 0,01 мкг/мл

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.

#### VII. Обработка результатов.

При определении концентрации геранилбутирата (мг/м<sup>3</sup>, мкг/л) отобранного из воздуха в н-гектан, используют формулу