

**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.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного
Санитарного Врача СССР

А.И.Заченко

№ 3000-84

от 27.04.84

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

I. Краткая характеристика препарата

Плотность при 20°C - 0,940-0,970 г/см³. Показатель преломления n_D^{20} - 1,500-1,505. Неограниченно растворяется в спирте, эфире, ацетоне. В воде не растворяется. Температура кипения - 146-152°C при 3 мм рт. ст.

В воздухе может находиться в виде паров.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны - 1 мг/м³

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

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

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

2.1.2. Метрологическая характеристика

Предел обнаружения - 0,01 мкг в анализируемом, объеме раствора

Предел обнаружения в воздухе - 0,5 мг/м³

Граница суммарной погрешности ±20%

Диапазон измеряемых концентрация от 0,5 мг/м³ до 50 мг/м³

2.2. Реактивы, растворы, материалы

АМГ-80А, содержание основного продукта 94%

Приготовление стандартного раствора

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

Приготовление градуировочных растворов

Из стандартного раствора АИГ-80А готовят градуировочные растворы с содержанием определяемого вещества от 1 до 0,01 мкг/мл.

н-гептан

Твердый носитель Инертон АИ-DMCS (0,125-0,16), пропитанный жидкой фазой ОУ-17 (3%)

Азот технический, ГОСТ 9293-74

Водород технический, ГОСТ 3022-70

Воздух, ГОСТ 11882-73

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Стеклоаналитическая колонка 1,2 м х 3 мм

Микрошприц МШ-10М, ТУ 2-833-106

Аспирирующее устройство

Секундомер, ГОСТ 5072-79

Весы лабораторные ВЛР-200, ТУ 25-06.1191-79Б

Склянки для промывания газов (поглотители) типа СВТ,

ГОСТ 10378-73

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74

Пробирки, градуированные на 10 мл

2.4. Отбор проб

Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через поглотители, заполненные н-гептаном. Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 20л воздуха. Поглотители охлаждаются ледяной водой. Пробы должны храниться в закрытом виде в холодильнике при температуре не выше 10°C. Срок хранения 3 месяца.

2.5. Проведение определения

2.5.1. 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 180°C. Подготовка прибора к анализу проводится согласно инструкции по обслуживанию хроматографа.

Раствор АИГ-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 шприца должны быть постоянны-

ми.

Детектор пламенно-ионизационный

Колонка стеклянная 1,2 м x 3 мм

Наполнитель Инертон АУ-ЭМС, пропитанный ОУ-17 (3%)

Температура

колони термостата 160°C

испарителя 200°C

детектора термостата 200°C

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

Объем вводимой пробы 1-5 мкл

Время удерживания АУГ-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 о пяти параллелями для каждой концентрации определяемого вещества.

Условия анализа и калибровки идентичны.

Концентрацию АУГ-80А в воздухе (мг/м³) рассчитывают по формуле :

$$X = \frac{G \cdot Y}{Y_1 \cdot Y_{20}}$$

где: G - количество АУГ-80А, найденное в хроматографируемом объеме поглотительного раствора, мкг;

Y - общий объем поглотительного раствора, мл;

Y₁ - объем поглотительного раствора, взятый для хроматографирования, мл;

Y₂₀ - объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к стан-

дартным уловили, и

3. 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.В (Тартуская горсанэпидотация, г.Тарту)