

**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**

"УТВЕРЖДАЮ"

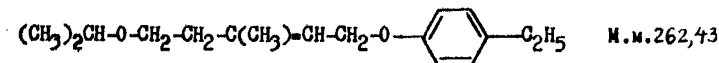
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 21 " ноября 1985 г.

№ 4025-85

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



АЛГ-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.

ДЛ₅₀ для теплокровных животных 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 (фильтр, гептан).

3. Предел обнаружения 0,01 мкг в анализируемом объеме раствора (5 мкл).

4. Предел обнаружения в воздухе 0,5 мг/м³ (при отборе 20 л).

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5-50,0 мг/м³.

6. Граница суммарной погрешности измерения ± 20%.

7. ОБУВ АЛГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны I, 0мг/м³ (рекомендуемый).

П. Реактивы, растворы, материалы

АЛГ-80А-84, 94%

н-Гептан, ГОСТ 5395-70

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

Твердый носитель инертон АУ -ДМС (фракция 0,125-0,16 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
фильтр

III. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором
Стеклоянная колонка длиной 1,2 м и внутренним диаметром 3 мм
Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-106

Электроаспиратор М-822, ТУ 64-1-862-77

Поглотители, ТУ 25-II-1081-75

Пипетки мерные, на 1-10 мл, ГОСТ 1770-74

Мерные колбы, емкости 25 и 100 мл, ГОСТ 1770-74

Пробирки градуированные на 10 мл, ГОСТ 10515-75

Линейка металлическая, с ценой деления 1 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 производится в ток газа-носителя при постепенном повышении температуры от комнатной до 200°C со скоростью 20° в час. Подготовка прибора к анализу проводится согласно инструкции по обслуживанию хроматографа.

Условия хроматографирования:

Режим изотермический

Температура колонки 180°C, испарителя 220°C

Расход газа-носителя азота 40 мл/мин, водорода 30 мл/мин, воздуха 300 мл/мин. Чувствительность шкалы э/метра 6,4.10⁻¹¹в.

Скорость диаграммной ленты 180 мм/час

Объем вводимой пробы 1-5 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 АИГ 80А-84 готовят серию градуировочных растворов, содержащих от 0,01 до 1,0 мкг/мл 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 АИГ-80А-84. Строят градуировочный график, который выражает зависимость суммы высот (площадей) пиков цис- и транс-изомеров АИГ-80А-84 от их концентрации в растворе.

IV. 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 АИГ-80А-84 в н-гептане могут храниться в закрытой таре в холодильнике при температуре не выше 10°C в течение 3 месяцев.

V. 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 АИГ-80А-84. По градуировочному графику находят концентрацию исследуемого вещества.

Концентрацию АУГ-80А-84 (X) в воздухе в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}$$

где: G - количество АУГ-80А-84, найденное по градуировочному графику (сумма изомеров), мкг;

V₁ - общий объем пробы, мл ;

V - хроматографируемый объем пробы, мл ;

V₂₀ - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

У1. 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., Ильмова К.А. (Городская санитарно-эпидемиологическая станция, г.Тарту, ЭССР).