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

г. 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.Заиченко

№ 3153-84
от 27.II.84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по газохроматографическому определению фарнезилацетата в воздухе рабочей зоны

I.Краткая характеристика препарата

$(CH_3)_2C{=}CH{-}CH_2{-}CH_2{-}C(CH_3){=}CH{-}CH_2{-}CH_2{-}C(CH_3){=}CH{-}CH_2{-}O{-}CO{-}CH_3$

(2Е,6Е)-3,7,II-триметил-2,6,I0-додекатриенилацетат М.м.264,3

Плотность при 20°С - 0,9I6 г/см³. В воде не растворяется. Хорошо растворим в спирте, эфире, бензоле, гексане, гептане. Температура кипения - I25-I27°С/I мм рт.ст.

В воздухе может находиться в виде паров.

ОБУВ фарнезилацетата в воздухе рабочей зоны - I мг/м³.

2. Методика определения фарнезилацетата в воздухе рабочей зоны

2.I.Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Определение основано на методе газожидкостной хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора. Отбор проб с концентрированием.

2.I.2. Метрологическая характеристика

Предел обнаружения - 0,0I мкг в анализируемом объёме раствора

Предел обнаружения - 0,5 мг/м³

Диапазон измеряемых концентраций от0,5 до 50 мг/м³

Граница суммарной погрешности ± 20%

2.2. Реактивы, растворы, материалы

н-гептан

Фарнезилацетат (Е,Е- изомера 75-85%).

Навеску фарнезилацетата (50мг) растворяют в н-гептане в мерной колбе на 50 мл

Твёрдый носитель Инертон AW-DMCS, фракция 0,125-0,160мм, пропитанный жидкой фазой OV-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

Стеклянная колонка 1,2м х 3мм

Микрошприц МШ-10М, ТУ 2-833-106

Аспирационное устройство

Секундомер механический, ГОСТ 5072-79

Весы лабораторные ВЛР-200, ТУ 2506-1131-79Е

Поглотители, ТУ 25-11-1081-75

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

Колбы мерные, вместимость 25 и 100 мл, ГОСТ 1770-74

Пробирки градуированные на 10 мл

2.4. Отбор проб

Воздух со скоростью 1 л/мин протягивают через поглотители, наполненные н-гептаном. Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 20 л воздуха. Поглотители охлаждаются ледяной водой. Растворы фарнезилацетата в н-гептане могут храниться в закрытом виде в холодильнике при температуре не выше 10°С. Срок хранения проб 3 месяца.

2.5. Проведение определения

2.5.I. Подготовка прибора и проб к анализу

Заполнение хроматографической колонки механическое с применением вакуума. Кондиционирование колонки производят в токе газа-носителя при постепенном повышении температуры от комнатной до I80°С со скоростью 20°С в час. Подготовка прибора к анализу проводится согласно инструкции по обслуживанию хроматографа.

Раствор фарнезилацетата 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 шприц должны быть постоянными.

Детектор пламенно-ионизационный

Колонка стеклянная I,2м х 3мм

Наполнитель Инертон AW-DMCS, пропитанный 3% OV-I7

Температура колонки	I60°С
испарителя	200°С
детектора	200°С
Температурный режим изотермический	
Скорость потока газа-носителя азота	70 мл/мин
водорода	30 мл/мин
воздуха	300 мл/мин
Шкала усилителя	$I0^{-II}$А
Скорость диаграммной ленты	200 мм/час
Объём вводимой пробы	I-5 мкл
Время удерживания фарнезилацетата	7,5 мин
Продолжительность анализа	I0 мин

2.5.3. Обработка результатов анализа

Строят градуировочный график зависимости высот пиков фарнезилацетата от его концентрации в растворе. Для этого, из стандартного

раствора фарнезилацетата готовят растворы с содержанием определяемого вещества от I до 0,0I мкг/мкл. Построение градуировочного графика проводят по 6 точкам с пятью параллелями для каждой концентрации фарнезилацетата.

Условия анализа и градуировки идентичны

Концентрацию фарнезилацетата (мг/м^3) в воздухе рассчитывают по формуле:

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

где G - количество фарнезилацетата, найденное в хроматографируемом объёме пробы, мкг;

V - общий объём пробы, мл;

V_I - объём пробы, взятый для хроматографирования, мл;

V_{20} - объём воздуха, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям, л

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 № 2455-8I от 20.I0.8I

4. Разработчики

Ильиоя Ж.А., Пенчук Я.О. (Тартуоская горсанэпидстанция, г. Тарту)