Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны

№ 4024-85 ● Действующий акт

(утв. Минздравом СССР 21.11.1985 № 4024-85)

Утверждаю
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
А. И. Заиченко

21 ноября 1985 г. № 4024-85

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

Настоящие Методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Агропрома СССР и лабораторий других министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками Госагропрома СССР.

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

Составляющие компоненты смеси:

```
(CH ) C=CH-CH -CH -C(CH )=CH-CH -O-CO-C H                    M.м. 253,45.
   3 2       2   2     3       2       5 12
```

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

```
(CH ) C=CH-CH -CH -C(CH )=CH-CH -O-CO-C H                    M.м. 281,51.
   3 2       2   2     3       2       7 16
```

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

Соотношение компонентов смеси геранилгексаноат — геранилоктаноат — 1,5:1.

Смесь представляет собой желтоватую прозрачную жидкость. В воде не растворима, хорошо растворима в спирте, диэтиловом эфире, бензоле, гексане, 20 гептане. Показатель преломления n = 1,465. Содержание основных веществ — D 95%. Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны — пары. ЛД смеси — 50 более 3000 мг/кг.

I. Характеристика метода

1. Определение основано на методе газожидкостной хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора.

2. Отбор проб проводится с концентрированием (гептан).

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

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

5. Диапазон измеряемых концентраций — 0,5 — 50,0 мг/куб. м.

6. Граница суммарной погрешности измерения +/- 20,0%.

7. ОБУВ смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны (рекомендуемый) — 1,0 мг/куб. м.

II. Реактивы, растворы, материалы

Геранилгексаноат, 95%.

Геранилоктаноат, 95%.

н-Гептан, ч., ГОСТ 5395-70.

Твердый носитель инертон AW-ДМДС, пропитанный жидкой фазой OV-17 (30), фракция 0,125 — 0,16 мм.

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.

III. Приборы и посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Стеклянная колонка длиной 1,2 м, внутренним диаметром 3 мм.

Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-106.

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

Поглотители, ТУ 25-11-1081-75.

Пипетки мерные на 1 — 10 мл, **ГОСТ 1770-74**.

Мерные колбы емкостью 25 и 100 мл, **ГОСТ 1770-74**.

Пробирки градуированные на 10 мл, ГОСТ 10515-75.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Линейка металлическая с ценой деления 1 мм.

Подготовка к определению

1. Приготовление стандартного раствора

Навески геранилгексаноата (25 мг) и геранилоктаноата (38 мг) растворяют в колбе емкостью 50 мл в 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 0,01 мкг/мкл до 1 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 °С со скоростью 20 °С в час. Подготовка прибора к анализу проводится согласно инструкции по обслуживанию хроматографа.

Условия хроматографирования

Режим — изотермический.

Температура колонки — 180 °С, испарителя — 220 °С.

Расход газа-носителя азота — 40 мл/мин., водорода — 30 мл/мин., -11 воздуха — 300 мл/мин.; чувствительность шкалы э/метра — 1,6 х 10 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 высоту (площади) пиков исследуемых веществ. Строят градуировочный график, который выражает зависимость суммы высот (или площадей) пиков геранилгексаноата и геранилоктаноата от их концентрации в растворе.

IV. 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.

V. 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/куб. м вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \times V}{V \times V_{20}}$$

где:

G — количество смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата, найденное по градуировочному графику, мкг;

V — общий объем пробы, мл; 1

V — хроматографируемый объем пробы, мл;

V — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным 20 условиям, л.

VI. 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 (N 2455-81, 20.10.81).

VII. Разработчики

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