

УТВЕРЖДАЮ
Директор
ООО «Асплант Евро Кемикалс»
О.О. Подгородецкая
«11» мая 2022 г



ИНСТРУКЦИЯ
по применению средства инсектицидного
«ГЕПАРД»

Минздрав РБ
Государственное учреждение
«РЕСПУБЛИКАНСКИЙ ЦЕНТР
ГИГИЕНЫ, ЭПИДЕМИОЛОГИИ
И ОБЩЕСТВЕННОГО ЗДОРОВЬЯ»
Для нормативной документации

1 Общие сведения

1.1 «ГЕПАРД» – это надёжное и эффективное средство инсектицидное в виде суспензионного концентрата широкого спектра действия, от белого до бежевого цвета. Разбавляется водой. Массовая доля активно действующих веществ пропоксур 13,3% , пирипроксифен 2,4%, альфа-циперметрин 0,95%. Упаковка – пластиковые флаконы 50 мл, 100 мл, 250 мл, 0,5 л, 1 л, 5 л. Срок хранения 24 месяца от даты производства. Изготовитель – Асплант-Скотницицы Спупка Явна, Польша.

1.2. Средство инсектицидное «ГЕПАРД» предназначено для эффективного уничтожения тараканов на объектах различного назначения: производственных, жилых, в образовательных и административных помещениях, в подвалах жилых домов, на объектах коммунально-бытового назначения (гостиницы, общежития, спорткомплексы и т.д), на предприятиях общественного питания (рестораны, столовые и т.д), в учреждениях здравоохранения при проведении заключительной дезинсекции, в школах, детских садах, яслях (за исключением спален, столовых и игровых комнат), в больницах (за исключением палат с больными) в санитарные и выходные дни организациями занимающимися дезинфекционной деятельностью.

1.3. По параметрам острой токсичности при введении в желудок средство относится к умеренно опасным веществам (3 класс опасности в соответствии ГОСТ 12.1.007-76). По параметра острой токсичности при нанесении на кожу средство относится к малоопасным веществам (4 класс опасности в соответствии ГОСТ 12.1.007-76). Раздражающее действие при однократной накожной аппликации отсутствует. Ирритивное действие — слабое раздражение. Кожно-резорбтивное действие длительность -28 дней отсутствует. Раздражающее действие на кожу при повторных аппликациях отсутствует. Острая ингаляционная опасность в насыщающих концентрациях паров- 3 класс опасности по степени летучести. Ингаляционная опасность в режиме применения: зона острого биоцидного действия — более 100, зона подострого биоцидного действия -более 10. Сенсибилизирующее действие -отсутствие эффекта (4 класс).

2. Способ применения и норма расхода

2.1 Для приготовления 1,5 % раствора рабочей жидкости, концентрат ГЕПАРД следует разбавить с водой комнатной температуры согласно таблице №1 (см. таблицу №1 ниже). Норма расхода на невпитывающей поверхности 50 мл/м².

Таблица №1. Количество средства и воды, необходимые для приготовления рабочего раствора:

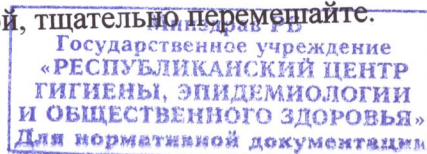
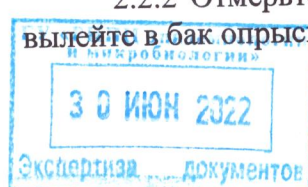
Количество средства инсектицидного «ГЕПАРД»	Количество рабочей жидкости (ГЕПАРД+ВОДА)	Площадь покрытия (при расходе раб. жидкости 50 мл/м ²)
15 мл	1,0 л	ок. 20 м ²
75 мл	5,0 л	ок. 100 м ²
150 мл	10,0 л	ок. 200 м ²
225 мл	15,0 л	ок. 300 м ²
375 мл	25,0 л	ок. 500 м ²
1000 мл	67,0 л	ок. 1350 м ²

2.2 Порядок приготовления рабочей жидкости:

2.2.1 Хорошо перемешайте содержимое ГЕПАРД перед использованием.

2.2.2 Отмерьте необходимое количество концентрата ГЕПАРД согласно таблице №1 и

вылейте в бак опрыскивателя, частично заполненного водой, тщательно перемешайте.



2.2.3 Дополните бак водой и еще раз перемешайте до получения однородной суспензии.

2.2.4 Три раза промойте водой опорожненную упаковку (если ГЕПАРД использован до конца) и используемые ёмкости, а промывные воды влейте в бак опрыскивателя.

2.2.5 Немедленно начните процедуру дезинсекции, используйте готовую рабочую жидкость в течение 4-х часов.

Внимание! При работе с продуктом, его растворами и во время последующей уборки обрабатываемых помещений, обязательно использовать средства индивидуальной защиты: защитную рабочую одежду, резиновые или синтетические перчатки, респираторы.

УНИЧТОЖЕНИЕ ТАРАКАНОВ

Обрабатывают места обитания тараканов и пути их проникновения в помещение: щели вдоль плинтусов и прилегающие к ним участки стен и пола, вдоль труб водопроводной, канализационной систем, щели в стенах, за дверными коробками, и т.п.; за предметами обстановки (буфеты, столы, полки, стеллажи) с задней стороны.

Обработку проводят одновременно во всех помещениях, где обнаружены тараканы. При большой заселенности насекомыми обрабатываются смежные помещения в целях ограждения их от заселения тараканами. Повторные обработки проводят по энтомологическим показаниям.

2.3 Выполнение процедуры дезинсекции

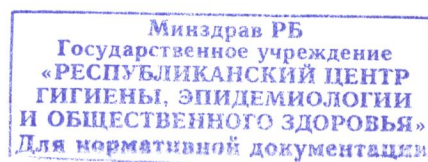
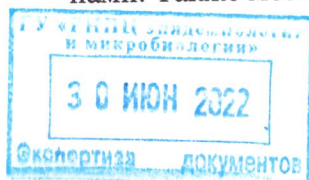
2.3.1 Во время работы с препаратом запрещается принимать пищу, пить и курить, следует соблюдать правила безопасности. Используйте защитную рабочую одежду, перчатки (резиновые или синтетические) и респираторы как во время работы с препаратом, так и во время последующей уборки обрабатываемых помещений!

Перед проведением дезинсекции продукты питания, воду и посуду необходимо убрать в плотные емкости и накрыть пленкой или вынести из помещения. Следует избавиться от пищевых отходов и мусора, освободить места, куда могут проникнуть насекомые, обеспечить свободный доступ к плинтусам, отодвинуть мебель. Из цехов промышленных предприятий вынести продукцию, которая может адсорбировать препарат. В момент обработки в помещении не должны находиться посторонние лица и животные.

2.3.2 Препарат наносят методом крупнокапельного распыления непосредственно на обрабатываемую поверхность. Обработку можно производить из большинства опрыскивателей, обычно используемых для борьбы с насекомыми в закрытых помещениях. Основное правило правильно проведенной процедуры методом крупнокапельного распыления – это тщательное покрытие жидкостью (до начала ее минимального стекания) поверхностей, подверженных дезинсекции. Распылять следует не более 1/3 поверхности помещения. Прыскайте крупными каплями непосредственно на данную поверхность. Распылять следует на места гнездования насекомых (углы стен, щели в полу и стене, переходы кабелей и трубопроводы, пространства за плинтусами и обоями, задние части мебели, вытяжки и т. д.). Не направляйте распыл рабочей жидкости на продукты и места приготовления пищи. Средство инсектицидное нельзя распылять вблизи машин и электрооборудования, находящегося под напряжением, чтобы не вызвать короткое замыкание.

2.3.3 Не использовать препарат для распыливания на поверхности, контактирующие с пищевыми продуктами. Не опрыскивать кровати и детские игрушки. Дезинсекцию нельзя ни в коем случае проводить в присутствии людей, больных и детей. Следует избегать использования препарата на сквозняках, чтобы избежать его попадания в другие помещения.

2.3.4 Особенно тщательно следует обрабатывать места скопления и размножения насекомых: плинтусы, углы, всякого рода выемки и трещины, места между мебелью, полом и стенами. Также места около окон и места, на которые падает солнечный свет.



После работы тщательно вымыть аппаратуру с мылом, умыться водой и мылом, прополоскать рот и сменить одежду. Остатки неиспользованной рабочей жидкости следует разбавить водой и опрыскать обрабатываемые поверхности.

После окончания дезинсекции объект необходимо оставить на срок от 4 до 48-ми часов для полного высыхания обработанных поверхностей и получения необходимого эффекта. После чего объект хорошо проветрить (мин. 1 час) и провести влажную уборку на поверхностях, с которыми будут иметь контакт люди (особенно тщательно провести уборку в местах, с которыми будут иметь контакт дети!), с использованием мыльно-содового раствора и средств индивидуальной защиты. Уборку проводят не позднее, чем за 3 часа до использования объекта по назначению.

3. Меры предосторожности и предупреждения

Не допускать контакта средства с пищевыми продуктами и водой.

К работе с продуктом не допускаются лица младше 18 лет, беременные и кормящие женщины, лица, имеющие аллергические заболевания и/или повышенную чувствительность к средству или его компонентам.

При работе с продуктом, его растворами и во время последующей уборки обрабатываемых помещений, обязательно использовать средства индивидуальной защиты: защитную рабочую одежду, резиновые или синтетические перчатки, респираторы.

Обработку помещений следует проводить в отсутствие людей, домашних животных, птиц. Продукты, посуду и аквариумы перед обработкой следует удалить или тщательно укрыть. При обработке цехов промышленных предприятий предварительно убрать и тщательно укрыть продукцию, которая может адсорбировать средство. Помещение после обработки следует хорошо проветрить не менее 1 часа в отсутствие людей. Обработку в детских и пищевых учреждениях следует проводить в санитарные или выходные дни. После проведения дезинсекции следует провести влажную уборку помещения с использованием мыльно-содового раствора.

Помещениями, обработанными средством, нельзя пользоваться до их уборки, которую проводят не позднее, чем за 3 часа до использования объекта по назначению. Уборку проводят в перчатках, респираторе, защитной одежде.

Работающие со средством должны соблюдать следующие меры предосторожности: перед началом работы со средством дезинструктор проводит инструктаж по технике безопасности и мерам оказания первой помощи.

Каждые 45-50 минут работы со средством необходимо делать перерыв на 10-15 минут, во время которого обязательно выйти на свежий воздух, сняв спецодежду и респиратор.

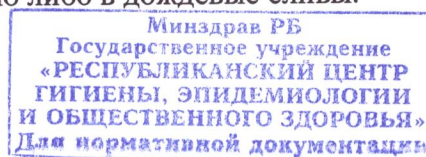
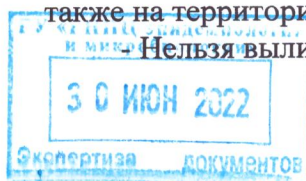
Средство хранят в неповрежденной плотно закрытой таре вдали от огня и нагревательных приборов, отдельно от пищевых продуктов, лекарственных средств, в недоступных для детей местах.

При работе со средством использовать средства индивидуальной защиты: защитную рабочую одежду, резиновые или синтетические перчатки, респираторы.

- Запрещается в момент дезинсекции нахождение в помещениях животных и людей.
- Мойте руки во время перерывов в работе с продуктом.
- После процедуры тщательно вымыть лицо и руки с мылом, помыть аппаратуру.
- Избегать попадания в окружающую среду, загрязнения земли, поверхностных и канализационных систем, водоёмов. В случае загрязнения окружающей среды сообщить в соответствующие органы.

- Запрещается применение средства в зоне непосредственной охраны водозаборов воды, а также на территории курортов, национальных парков и заповедников.

Нельзя выливать остатки препарата в канализацию либо в дождевые сливы.



- Остатки неиспользованной рабочей жидкости разбавить водой и обработать ранее опрыскиваемые поверхности.

- Пустую тару необходимо промыть три раза водой и промывные воды вылить в ёмкость с рабочей жидкостью. Воду, использованную для мытья оборудования, вылить на ранее опрыскиваемые поверхности.

- Запрещается использовать пустые упаковки от препарата для других целей, запрещается сжигать.

Содержимое/упаковку удалять в организации, имеющие соответствующие полномочия, в соответствии с национальными / международными нормами.



H302	Вредно при проглатывании
H332	Вредно при вдыхании
H410	Оказывает весьма токсичное воздействие на водные организмы, вызывая долгосрочные изменения
P101	В случае необходимости обращения за медицинской помощью показать емкость или этикетку
P102	Хранить в недоступном для детей месте
P233	Хранить емкость герметично закрытой
P234	Хранить исключительно в оригинальной таре
P264	Тщательно вымыть руки и лицо после использования
P270	Не есть, не пить и не курить в ходе использования продукта
P273	Не допускать попадания в окружающую среду
P301+	При проглатывании: в случае ухудшения самочувствия обратиться в токсикологический центр/ к врачу
P312	
P330	Прополоскать рот
P391	Собрать пролившееся вещество
P411	Хранить при температуре 0 – 30 °С
P501	Содержимое/ емкость передать для утилизации на предприятие, обладающее соответствующими полномочиями согласно местному/ международному законодательству

4. Первая помощь при отравлении

Общие рекомендации:

Прекратить контакт/ воздействие. В случае контакта с препаратом, вызывающим недомогание, немедленно вызвать скорую помощь. Показать врачу маркировку на этикетке или в паспорте безопасности препарата. Сообщить врачу об оказанной пострадавшему первой помощи. Потерявшему сознание ничего не давать перорально. Ни в коем случае не вызывать рвоту. Если пострадавшего рвет, придать ему безопасное положение, чтобы он не захлебнулся рвотой.

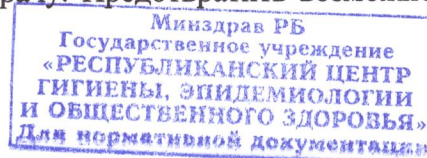
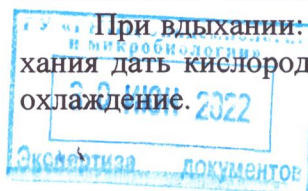
Снять загрязненную продуктом одежду.

Меры безопасности для лиц, оказывающих первую помощь: Не предпринимать действий, которые могут представлять опасность для спасающего, если только он не прошел специальную подготовку. Рекомендуется использовать средства индивидуальной защиты.

При попадании на кожу: Снять всю загрязненную одежду. Незамедлительно промыть кожу водой, затем водой с мылом. В случае проявления раздражения обратиться к врачу. Загрязненную одежду выстирать перед следующим использованием.

При попадании в глаза: Промывать открытые глаза специальной жидкостью для промывания глаз либо чистой водой как минимум 10 минут. Обратиться к врачу.

При вдыхании: Вывести пострадавшего с места воздействия. В случае затрудненного дыхания дать кислород. Если необходимо, обратиться к врачу. Предотвратить возможное переохлаждение.



При проглатывании: Тщательно прополоскать рот водой (не давать пить молоко, масло, алкоголь). Немедленно обратиться к врачу, показать этикетку продукта.

ВНИМАНИЕ! Потерявшему сознание ничего нельзя давать перорально и нельзя вызывать рвоту!

Информация для врача: При проглатывании применить промывание желудка. Можно подавать: Phenobarbital, Diphenyl Hydantoin либо их смесь. При попадании в легкие может вызвать симптомы пневмонии. Пострадавшего следует разместить в хорошо проветриваемом помещении либо на свежем воздухе. Применять симптоматическое лечение. Антигистаминное лечение при возникновении аллергических симптомов.

В случае экстренного обращения в учреждение или центр острых отравлений иметь при себе емкость от продукта, этикетку либо паспорт безопасности.

5. Транспортирование и хранение

5.1 Хранить только в оригинальной упаковке, плотно закрытой, при температуре от 0°C до плюс 30°C. Не допускать перемерзания средства. Не удалять этикетки. Хранить в недоступном для детей месте! Срок хранения 24 месяца от даты производства.

5.2. Для транспортировки классифицируется согласно RID/ADR как класс 9, №ООН 3082. Перевозить крытыми транспортными средствами в соответствии с требованиями, изложенными в положениях, касающихся перевозки опасных грузов.

Любые действия, связанные с манипуляцией и перемещением продукта, следует производить при соблюдении герметичности индивидуальных упаковок.

Избегайте ситуаций, которые угрожают неконтролируемой потерей герметичности упаковок. В случае разгерметизации упаковки, утечки продукта, необходимо перекрыть источник утечки, перелить продукт в пустую емкость. Разлитый продукт посыпать поглощающим материалом (песком, кизельгуром), собрать в контейнер и направить на утилизацию. Место загрязнения промыть водой. Работы по уборке проводить при хорошей вентиляции, использовать защитную одежду, респиратор.

6. Методы контроля

6.1 Определение содержания пропоксура

6.1.1 Методика основана на определении пропоксура с использованием ВЭЖХс УФ детектором. Идентификация вещества проводится по времени удерживания при длине волны 220 нм, а количественное определение – методом абсолютной калибровки.

6.1.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы:

- жидкостной хроматограф Agilent 1260 Infinity с диодно-матричным детектором по ТНПА изготовителя;

- весы лабораторные OhausAdventureAR2140 (точность 0,0005 г) по ТНПА изготовителя;

- барометр-анероид БАММ-1 по ТНПА изготовителя;

- термогигрометр ИВА-6Н по ТНПА изготовителя;

- пробирки градуированные вместимостью 10 см³ по ГОСТ 25336;

- цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50 и 100 см³ по ГОСТ 25336;

- колбы мерные вместимостью 100; 250; 500, 1000 см³ по ГОСТ 1770;

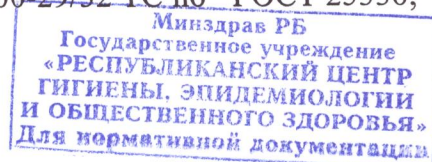
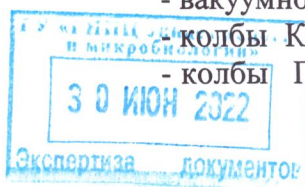
- дозаторы Socorex Acura 825.0010 (объем 0,005–0,01 см³), 825.0200 (объем 0,02–0,2 см³), 825.1000 (объем 0,1–1 см³), 835.10 (объем 1–10 см³ по ТНПА изготовителя;

- хроматографическая колонка HypersilODS, длина 250 мм, внутренний диаметр 4,0 мм, зернение 5 мкм по ТНПА изготовителя;

- вакуумное устройство для фильтрования растворителей по ТНПА изготовителя;

- колбы К-1-250-29/32 ТС, К-1-50-29/32 ТС, К-1-100-29/32 ТС по ГОСТ 25336;

- колбы Гр-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336;



- стаканчики для взвешивания СВ-24/10, СВ-34/12;
 - система для деионизации воды Barhstead Easy Pure II (Thermo Scientific) по ТНПА изготовителя;
 - пропоксур, аналитический стандарт с содержанием активного вещества 97,00 % по ТНПА изготовителя;
 - ацетонитрил для ВЭЖХ по ТНПА изготовителя;
 - вода дистиллированная, деионизированная по ГОСТ 6709;
 - фильтры бумажные «синяя лента», беззольные по ТНПА изготовителя;
 - нейлоновые мембранные фильтры с диаметром пор 0,45 мкм по ТНПА изготовителя.
- Допускается использование других средства измерений, вспомогательных устройств и реактивов и материалов по точности не уступающие указанным.

6.1.3 Условия выполнения измерений

- температура воздуха (20±5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм ртутного столба);
- влажность воздуха не более 80 %.

6.1.4 Подготовка и кондиционирование колонки

Хроматографическую колонку устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре 30 °С и скорости потока подвижной фазы для ВЭЖХ 0,4 см³/мин в течение 30 мин.

Включают детектор и ожидают стабилизации базовой линии.

6.1.5 Приготовление стандартных растворов

Для приготовления основного раствора пропokusура в ацетонитриле массовой концентрацией 100 мкг/см³ навеску пропokusура 0,01 г растворяют в 100см³ ацетонитрила в мерной колбе вместимостью 100 см³. Раствор хранят в стеклянной герметически закрытой посуде в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С не более 6 месяцев.

Рабочий раствор пропokusура с массовой концентрацией 25,0 мкг/см³ готовят из его основного раствора путем соответствующего разбавления ацетонитрилом. Раствор хранят в стеклянной герметически закрытой посуде в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 месяца.

Градуировочные растворы пропokusура с массовыми концентрациями 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 мкг/см³ готовят из рабочего раствора пропokusура с массовой концентрацией 25,0 мкг/см³ соответствующим разбавлением ацетонитрилом. Растворы хранят в стеклянной герметически закрытой посуде в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 месяца.

6.1.6 Построение градуировочных графиков

Построение калибровочного графика проводят с целью выявления диапазона линейной зависимости площади пика на хроматограмме от концентрации вещества в растворе.

В хроматограф вводят последовательно 3 раза по 10 мкл каждого из полученных градуировочных стандартных растворов пропokusура с концентрациями 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 мкг/см³, измеряют площадь пиков, рассчитывают среднее значение площади пика для каждой концентрации и строят график зависимости высоты пика или площади от концентрации пропokusура (мкг/см³).

Градуировочный график представляет собой линейную зависимость площади пика от массовой концентрации пропokusура в диапазоне от 0,25 до 5,0 мкг/см³ и имеет вид $Y = bx$.

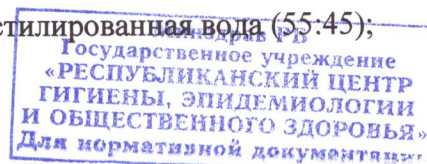
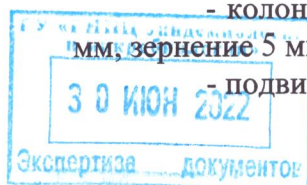
Время выхода пропokusура определяют при хроматографировании градуировочных растворов.

Условия хроматографирования:

- хроматограф жидкостной с диодно-матричным детектором;
- колонка хроматографическая Hypersil ODS, длина 250 мм, внутренний диаметр 4,0

мм, зернение 5 мкм;

- подвижная фаза для ВЭЖХ: ацетонитрил – бидистиллированная вода (55:45);



- скорость потока подвижной фазы 0,4 см³/мин;
- температура колонки 30 °С;
- рабочие длины волн 220 нм;
- объем вводимой пробы 10 мкл.

6.1.7 Приготовление раствора инсектицида

Навеску инсектицида массой 1,0 г растворяют в 60 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 200 см³. Раствор перемешивают и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Из полученного раствора берут 0,5 см³ и разбавляют ацетонитрилом в мерной колбе вместимостью 100 см³.

6.1.8 Проведение измерений

Измерения проводят на жидкостном хроматографе с диодно-матричным детектором при условиях хроматографирования, указанных в п. 6.1.6.

Каждый раствор хроматографируют не менее 2-х раз. Идентификацию пиков пропоксура проводят по времени удерживания, которое устанавливают при хроматографировании градуировочных растворов. На хроматограммах измеряют площади хроматографических пиков.

6.1.9 Обработка результатов

Содержание пропоксура в препарате (X, %) рассчитывают по формуле (1):

$$X = \frac{C \times 200 \times 100}{0,5 \times 10^6 \times m} \times 100, \quad (1)$$

где С — массовая концентрация пропоксура в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/ см³;

m — масса инсектицида, г.

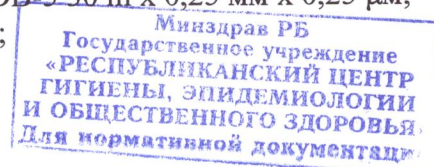
За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между наибольшим и наименьшим значениями которых не превышает допустимое, равное 1 %; пределы относительной суммарной погрешности составляют ± 5 % при доверительной вероятности 0,95.

6.2. Определение содержания альфа-циперметрина

6.2.1 Методика основана на определении альфа-циперметрина методом ГЖХ с использованием ДЭЗ после экстракции веществ из проб органическим растворителем. Идентификация вещества проводится по времени удерживания, а количественное определение — методом абсолютной калибровки.

6.2.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы:

- хроматограф газожидкостный «Agilent» с ДЭЗ по ТНПА изготовителя;
- весы лабораторные электронные Adventurer AR 2140 с пределами допустимой погрешности не более ± 0,1 мг по ТНПА изготовителя;
- гигрометр-термометр цифровой ГТЦ-1 с абсолютной погрешностью измерения относительной влажности не более ± 3 % и абсолютной погрешностью измерения температуры не более ± 0,5 °С по ТУ ВУ 100039847.056;
- барометр-анероид БАММ-1, пределы основной допускаемой погрешности ± 0,2 кПа по ТНПА изготовителя;
- микрошприц для хроматографа на 10 мм³ по ГОСТ 8043-75;
- весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104;
- пипетки 1-1-1-0,2, 1-1-1-1, 1-1-1-5, 1-1-1-10 по ГОСТ 29227;
- колбы мерные 2-25(50,100)-2 ГОСТ 1770;
- пробирки П-2-10-0,1 ХС ГОСТ 25336;
- колонка капиллярная для газового хроматографа DB-5 30 м x 0,25 мм x 0,25 μм;
- аппарат для встряхивания по ТНПА изготовителя;



- стакан В-100-1 по ГОСТ 25336;
- альфа-циперметрин, аналитический стандарт, с содержанием основного вещества 97,0 % по ТНПА изготовителя;
- азот газообразный из баллона, осч по ГОСТ 9293;
- гелий марки «осч» по ТНПА изготовителя;
- гексан, х.ч. по ТНПА изготовителя.

Допускается использование других средства измерений, вспомогательных устройств и реактивов и материалов по точности не уступающие указанным.

6.2.3 Условия выполнения измерений

- температура воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление 84,0 – 106,7 кПа (630 – 800 мм ртутного столба);
- влажность воздуха не более 80 % при температуре $25 ^\circ\text{C}$.

6.2.4 Подготовка и кондиционирование колонки

Капиллярную колонку DB-5, длиной 30 м, диаметром 0,25 мм, зернением 0,25 мкм, устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре колонки $300 ^\circ\text{C}$, испарителя $250 ^\circ\text{C}$ и при температуре детектора $300 ^\circ\text{C}$, давление газа-носителя (гелий) 150 кПа в течение 60 минут. Кондиционирование колонки продолжают до получения стабильной нулевой линии сигнала детектора.

6.2.5 Приготовление градуировочных растворов

Исходный раствор альфа-циперметрина для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,0100 г альфа-циперметрина, растворяют в $50\text{-}70 \text{ см}^3$ гексана, доводят гексаном до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранят в холодильнике при температуре плюс $4 ^\circ\text{C}$ не более 6 месяцев.

Градуировочный раствор альфа-циперметрина с концентрацией $10,0 \text{ мкг/см}^3$. Готовят из основного стандартного раствора альфа-циперметрина путем соответствующего разбавления гексаном. Раствор хранят в холодильнике при температуре плюс $4 ^\circ\text{C}$ не более 1 месяца.

Градуировочные растворы альфа-циперметрина с концентрациями 0,5; 1,0; 2,0; $5,0 \text{ мкг/см}^3$ готовят из градуировочного раствора альфа-циперметрина с концентрацией $10,0 \text{ мкг/см}^3$ соответствующим последовательным разбавлением гексаном. Растворы хранят в холодильнике при температуре $+4 ^\circ\text{C}$ не более 2 суток.

6.2.6 Построение градуировочного графика

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика от концентрации альфа-циперметрина в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 5-и растворам для градуировки по 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; $10,0 \text{ мкг/см}^3$.

В инжектор хроматографа вводят по 2 мм^3 каждого градуировочного раствора. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений. Устанавливают площади пиков действующего вещества, на основании которых строят градуировочную зависимость.

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

- газовый хроматограф, снабженный детектором электронного захвата;
- капиллярная колонка DB-5 30 м x 0,25 мм x 0,25 $\mu\text{м}$;
- начальная температура термостата колонки - $150 ^\circ\text{C}$ (0,5 мин), подъем температуры со скоростью $50 ^\circ\text{C/мин}$ до $280 ^\circ\text{C}$ (6 мин), затем подъем температуры со скоростью $35 ^\circ\text{C/мин}$ до $310 ^\circ\text{C}$ (1 мин);
- температура испарителя: $280 ^\circ\text{C}$;
- температура детектора $310 ^\circ\text{C}$;
- давление газа-носителя (гелий) 150 кПа;
- объем вводимой пробы 2 мкл;
- линейный диапазон детектирования 1,0 – 20,0 нг.

Время удерживания альфа-циперметрина устанавливают по его стандартному

раствору.

30 ИЮН 2022

Экспертиза документов

Минздрав РБ
Государственное учреждение
«РЕСПУБЛИКАНСКИЙ ЦЕНТР
ГИГИЕНЫ, ЭПИДЕМИОЛОГИИ
И ОБЩЕСТВЕННОГО ЗДОРОВЬЯ»
Для нормативной документации

6.2.7 Подготовка образца к измерениям

Перед анализом образец тщательно перемешивают. Взвешивают в стакане навеску анализируемого инсектицида массой 0,8 г взятую с точностью до 0,0002 г, растворяют навеску инсектицида в 20 см³ гексана, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и добавляют гексан до калибровочной метки. Раствор тщательно перемешивают. Из полученного раствора отбирают 5,0 см³ в мерную колбу на 100 см³ и доводят пробу гексаном до метки. Раствор перемешивают и анализируют при условиях хроматографирования указанных в п. 6.2.6.

6.2.8 Проведение измерений

Измерения проводят на газожидкостном хроматографе с ДЭЗ при условиях хроматографирования, указанных в п. 6.2.6 настоящей Методики.

Каждый раствор хроматографируют не менее 2 раз.

Идентификацию пиков альфа-циперметрина проводят по времени удерживания, которое устанавливают при хроматографировании градуировочных растворов.

6.2.9 Обработка результатов

Содержание альфа-циперметрина (X, %) рассчитывают по формуле (2):

$$X = \frac{C \cdot 100 \times 100}{5,0 \times m \times 10^6} \times 100\%, \text{ где (2)}$$

где C – массовая концентрация альфа-циперметрина в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см³;

m – масса навески инсектицида, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между наибольшим и наименьшим значениями которых не превышает допустимое, равное 1 %; пределы относительной суммарной погрешности составляют ± 5 % при доверительной вероятности 0,95.

6.3 Определение содержания пирипроксифена

6.3.1 Методика основана на определении пирипроксифена с использованием ВЭЖХ с УФ детектором. Идентификация вещества проводится по времени удерживания при длине волны 220 нм, а количественное определение – методом абсолютной калибровки.

6.3.2. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Средства измерений

Жидкостной хроматограф Agilent 1200 с диодно-матричным детектором	Agilent Technologies
Весы лабораторные специального класса точности с пределом измерений 200 г и пределами допускаемой абсолютной погрешности одного взвешивания не более ±0,0005 г	ГОСТ OIML R 76-1
Измеритель-регистратор параметров микроклимата «ТКА-ПКЛ» (26)-Д с диапазоном измерений относительной влажности от 5 до 98 %, с диапазоном измерений температуры от -30 до +60, °С, атм. давл. 70-120 кПа.	

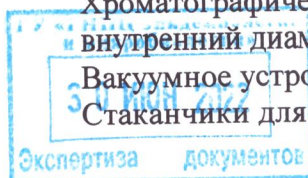
Могут быть использованы другие средства измерений, обеспечивающие выполнение измерений с требуемой точностью.

Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка Hypersil ODS C18, длина 250 мм, Agilent Technologies
внутренний диаметр 4,0 мм, зернение 5 мкм

Вакуумное устройство для фильтрования растворителей

Стаканчики для взвешивания св-24/10, св-34/12



Система для деионизации воды

Виалы вместимостью 2 см³ под винтовую крышку с септой PTFE

ГОСТ 29227-91

Пипетки мерные градуированные 1-2-1-1, 1-2-1-2,
1-2-1-5, 1-2-1-10

ГОСТ 1770-74

Колбы мерные 2а-10-1, 2а-25-1, 2а-50-1, 2а-100-1,
2-200-2

Могут быть использованы другие вспомогательные устройства, не отличающиеся по своим техническим характеристикам.

Реактивы и материалы

Пирипроксифен, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 97 %

«Carlo Erba»

Ацетонитрил, чистый для ВЭЖХ

ГОСТ ISO 3696-2013

Вода второй степени чистоты (деионизированная)

Могут быть использованы другие реактивы и материалы, обеспечивающие выполнение измерений с требуемой точностью.

6.3.3. Требования безопасности

При работе с реактивами и приборами должны соблюдаться требования безопасности, установленные в технических нормативных правовых актах.

Предельно допустимые концентрации применяемых при работе вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должны превышать значений, указанных в ГОСТ 12.1.005-88 «Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Санитарных нормах, правилах и гигиенических нормативах (далее – СанП и ГН) «Перечень регламентированных в воздухе рабочей зоны вредных веществ», утвержденных постановлением Министерства здравоохранения Республики Беларусь № 92 от 11 октября 2017 г. и гигиеническом нормативе «Микроклиматические показатели безопасности и безвредности на рабочих местах», утвержденном постановлением Совета Министров Республики Беларусь № 37 от 25 января 2021 г.

Параметры микроклимата на рабочих местах должны соответствовать требованиям СанПиН «Требования к микроклимату рабочих мест в производственных и офисных помещениях», гигиеническому нормативу «Показатели микроклимата производственных и офисных помещений», утвержденным постановлением Министерства здравоохранения Республики Беларусь от 30 апреля 2013 г. № 33 и гигиеническому нормативу «Микроклиматические показатели безопасности и безвредности на рабочих местах», утвержденному постановлением Совета Министров Республики Беларусь № 37 от 25 января 2021 г.

При выполнении измерений с использованием высокоэффективного жидкостного хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации приборов.

6.3.4 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, изучившие требования безопасности и настоящую Методику.

6.3.5. Условия выполнения измерений

Выполнение измерений в лаборатории по настоящей Методике осуществляется при следующих условиях:

температура воздуха

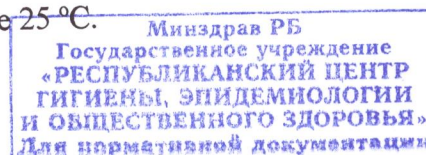
(20±5) °С;

атмосферное давление

84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт. ст.);

влажность воздуха

не более 80 % при температуре 25 °С.



6.3.6. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка средств измерений, приготовление растворов, установление градуировочной характеристики, подготовка проб к анализу.

6.3.7. Подготовка измерительной аппаратуры

Подготовку измерительных приборов к работе, их включение и выведение на рабочий режим осуществляется в соответствии с эксплуатационной документацией.

6.3.8 Подготовка и кондиционирование колонки

Хроматографическую колонку устанавливают в термостате хроматографа и прокачивают при изначальном соотношении подвижных фаз и указанной скорости потока до стабилизации давления, и не менее 10 минут после. Окончательное кондиционирование колонки осуществляют двукратным хроматографированием холостого раствора.

Включают детектор и ожидают стабилизации базовой линии.

6.3.9. Приготовление стандартных растворов

Для приготовления основного раствора пирипроксифена с массовой концентрацией 100 мкг/см³ берут навеску 0,01 г с точностью до ±0,0005 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют около 70 см³ ацетонитрила. Колбу встряхивают до полного растворения вещества, затем доводят до метки ацетонитрилом. Раствор хранят в стеклянной герметически закрытой посуде в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С не более 1 месяца.

Точную массовую концентрацию пирипроксифена в основном растворе C_m , мкг/см³, рассчитывают по формуле:

$$C_m = \frac{m \cdot w \cdot 10^6}{V_{исх}},$$

где m – масса навески пирипроксифена, г;
 w – содержание основного вещества в реактиве, в долях единицы;
 10^6 – коэффициент пересчета граммов в микрограммы;
 $V_{исх}$ – вместимость мерной колбы, см³, $V_{исх} = 100$ см³.

Рабочий раствор пирипроксифена с массовой концентрацией 25,0 мкг/см³ готовят из основного раствора путем соответствующего разбавления ацетонитрилом. Раствор хранят в стеклянной герметически закрытой посуде в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 месяца.

Градуировочные растворы пирипроксифена с массовыми концентрациями 0,25; 0,4; 0,5; 0,75; 1,0 мкг/см³ готовят из рабочего раствора пирипроксифена с массовой концентрацией 25,0 мкг/см³ соответствующим разбавлением ацетонитрилом. Растворы хранят в стеклянной герметически закрытой посуде в холодильнике при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 месяца.

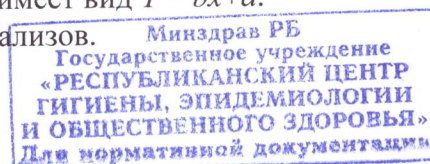
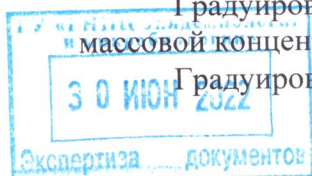
6.3.10 Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади хроматографического пика от массовой концентрации пирипроксифена в каждом градуировочном растворе, устанавливают по одной серии из пяти растворов. Градуировочные растворы хроматографируют не менее трех раз.

Расчет зависимости площади пиков от массовой концентрации проводят с применением программного обеспечения прибора.

Градуировочный график представляет собой линейную зависимость площади пика от массовой концентрации в диапазоне от 0,25 до 1,0 мкг/см³ и имеет вид $Y = bx + a$.

Градуировку проводят перед каждой новой серией анализов.



6.3.11. Условия хроматографирования

Используют следующие условия хроматографирования:
подвижная фаза: ацетонитрил – деионизированная вода (85:15);
скорость потока подвижной фазы: 0,7 см³/мин;
температура колонки: 30 °С;
рабочая длина волны: 220 нм;
объем вводимой пробы: 20 мкл;
время анализа: 12 мин.

Ориентировочное время удерживания пирипроксифена: 6,0 минуты. Точное время удерживания устанавливается по раствору стандартного образца.

6.3.12 Приготовление раствора инсектицида

Образец инсектицида массой 1,00 г растворяют в 60 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 200 см³. Раствор перемешивают и доводят объем до метки ацетонитрилом.

Из полученного раствора берут 0,5 см³ и разбавляют ацетонитрилом в мерной колбе вместимостью 100 см³.

6.3.13 Проведение измерений

Измерения проводят на жидкостном хроматографе с диодно-матричным детектором при условиях хроматографирования, указанных в п. 6.3.11

Каждый раствор хроматографируют не менее 2 раз. Идентификацию пиков пирипроксифена проводят по времени удерживания, которое устанавливают при хроматографировании градуировочных растворов. На хроматограммах измеряют площади хроматографических пиков.

6.3.14 Вычисление результатов анализа

Содержание пирипроксифена в препарате X, %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 200 \cdot 100}{0,5 \cdot 10^6 \cdot m} \cdot 100 \%,$$

где C – массовая концентрация пирипроксифена в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см³;

m – масса анализируемого образца, г.

За результат принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 10 % от величины среднего результата двух определений.

