Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций эмамектина (эмамектина бензоата) в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2542—09

Издание официальное

Москва • 2009

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.2. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ, БИОЛОГИЧЕСКИЕ И МИКРОБИОЛОГИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций эмамектина (эмамектина бензоата) в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2542—09

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций эмамектина (эмамектина бензоата) в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом капиллярной газожидкостной хроматографии:.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—15 с.

1. Разработаны Федеральным научным центром гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана (авторы Юдина Т. В., Федорова Н. Е., Волкова В. Н.)

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно- эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 25 июня 2009 г.).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 4 сентября 2009 г.

4. Введены в действие с 4 ноября 2009 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

1. Погрешность измерений 6
2. Метод измерений 6
3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы 6
3.1. Средства измерений 6
3.2. Реактивы 7
3.3. Вспомогательные устройства, материалы 7
4. Требования безопасности 8
5. Требования к квалификации операторов 8
6. Условия измерений 8
7. Подготовка к выполнению измерений 9
7.1. Очистка ацетонитрила 9
7.2. Приготовление 0,1 %-го раствора орто-фосфорной кислоты 9
7.3. Приготовление реактива для дериватизации 9
7.4. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ 9
7.5. Кондиционирование хроматографической колонки 9
7.6. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения 9
7.7. Установление градуировочной характеристики 10
7.8. Подготовка фильтров для отбора проб воздуха 11
7.9. Подготовка салфеток для проведения смыва 11
8. Отбор и хранение проб воздуха 12
9. Условия проведения смыва 12
10. Выполнение измерений 12
10.1. Воздух рабочей зоны 12
10.2. Дериватизация 13
10.3. Смывы с кожных покровов 13
11. Обработка результатов анализа 13
11.1. Воздух рабочей зоны 13
11.2. Смывы с кожных покровов 14
12. Оформление результатов измерений 15
13. Контроль погрешности измерений 15
14. Разработчики 15

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
4 сентября 2009 г.
Дата введения: 4 ноября 2009 г

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций эмамектина (эмамектина бензоата) в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

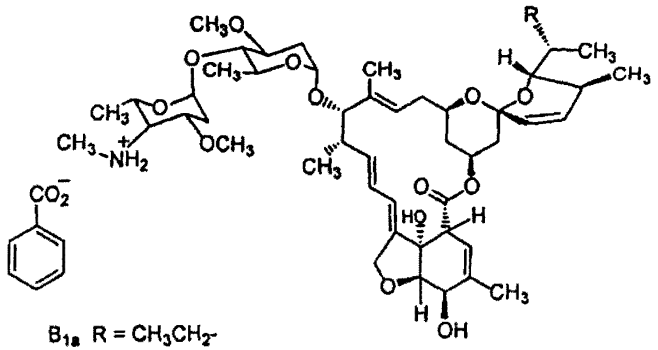
Методические указания
МУК 4.1.2542—09

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов массовой концентрации эмамектина бензоата (далее эмамектина) в диапазонах 0,02—0,2 мг/м^3 и 0,05—0,5 мкг/смыв соответственно.

Эмамектин бензоат – смесь эмамектина бензоата B_{1a} и эмамектина бензоата B_{1b}. Содержание компонента B_{1a} не менее 90 %.

Эмамектин бензоат B_{1a} – *(10E,14E,16E,22Z)-(1R,4S,5′S,6S,6′S,8R,12S,13S,20R,21R,24S)*-6′-[(S)-*втро*-бутил]-21,24-дигидрокси-5′,11,13,22-тетраметил-2-оксо-(3,7,19-триоксатетрацикло[15.6.1.1^{4,8}.0^{20,24}] пентакоза-10,14,16,22-тетраен)-6-спиро-2′-(5′,6′-дигидро-2′Н-пиран)-12-ил 2,6-дидеокси-3-*О*-метил-4-*О*-(2,4,6-тридеокси-3-*О*-метил-4-метиламино-α-L-ликсо-гексопиранозил)-α-L-*арабино*-гексопиранозид.

Эмамектин бензоат B_{1b} – *(10E,14E,16E,22Z)-(1R,4S,5′S,6S,6′S,8R,12S,13S,20R,21R,24S)*-21,24-дигидрокси 6′-изопропил-5′,11,13,22-тетраметил-2-оксо-(3,7,19-триоксатет-рацикло [15.6.1.1^{4,8}.0^{20,24}]пентакоза-10,14,16,22-тетраен)-6-спиро-2′-(5′,6′-дигидро-2′Н-пиран)-12-ил2,6-дидеокси-3-*О*-метил-4-*О*-(2,4,6-тридеокси-3-*О*-метил-4-метил-амино-α-L-ликсо-гексопиранозил)-α-L-*арабино*-гексопиранозид.



B_{1a} R = CH_3CH_2-

B_{1b} R = CH_3-

Компонент	R	Эмпирическая формула	Молекуляная масса
эмамектин бензоат B_{1a}	CH_2-CH_3	$C_{56}H_{81}NO_{15}$	1008,3
эмамектин бензоат B_{1b}	CH_3	$C_{56}H_{79}NO_{15}$	994,2

Эмамектин бензоат – кристаллический порошок, с органическим запахом, цвет от белого до грязно-белого. Температура плавления 141—146 °С (с термальным разложением при нагревании до 300 °С). Плотность от 1,2 г/см^3 (23 °С). Давление паров: 4 × 10^{-6} Па (25°°С). Растворимость в воде (при 25 °С): 0,31 г/дм^3 (дистиллированная вода, pH 6,5), 0,32 г/дм^3 (буферный раствор, pH 5), 0, 024 г/дм^3 (буферный раствор, pH 7), 0, 0001 г/дм^3 (буферный раствор, pH 9). Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, при 25 °С): октанол – 48, ацетон – 140, дихлорметан – > 500, этилацетат – 81, метанол – 270, толуол – 26, гексан – 0, 077, циклогексан – 0,23. Коэффициент распределения н-октанол/вода $\log P_{OW}$ 3,0 ± 0,1 (pH 5), 5,0 ± 0,2 (pH 7), 5,9 ± 0,3 (pH 9). Гидролитически стабилен при pH 5—8 (25°°С). Через 6 недель при pH 9 (25 °С) отмечена деградация, DT_{50} 19,5 недель. Подвержен быстрой фотодеградации, DT_{50} (в исследовании квантового выхода фотолиза) – 0,89 дней.

Агрегатное состояние в воздушной среде – аэрозоль.

Краткая токсикологическая характеристика.

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс (самки) – 53 мг/кг, мышей (самки) – 120—165 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс – > 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс – > 2,12—4,44 мг/дм^3 (4 ч).

Область применения.

Эмамектин – несистемный инсектицид кишечно-контактного действия для защиты томатов, виноградной лозы, капусты и других культур от широкого спектра личинок лепидоптеры.

Рекомендуемый ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,1 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 25 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерений

Измерения концентраций эмамектина выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с флуоресцентным детектором после превращения вещества во флуорогенное производное.

Концентрирование эмамектина из воздуха осуществляют на бумажный фильтр «синяя лента», экстракцию с фильтров проводят ацетонитрилом. Смыв с кожных покровов осуществляют этиловым спиртом.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,02 нг. Средняя полнота извлечения с фильтров – 92,93 %, с поверхности кожи – 80,85 %.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с флуоресцентным детектором, фирмы «Agilent» (США)	Номер Госреестра 16193-06
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797—75
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Колбы мерные 2-100-2, 2-500-2 и 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 0,1; 1,0; 2,0; 5,0 см^3	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные 2 класса точности вместимостью 10 см^3	ГОСТ 1770
Пробоотборное устройство ПУ-4Э исп.1 (ЗАО «ОПТЭК», г. Санкт-Петербург)	Номер Госреестра 14531—03
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 055 °С	ТУ 215-73Е

Цилиндры мерные 2 класса точности вместимостью 50, 500, 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Эмамектин бензоат, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 98,1 %, (фирма «Сингента»)	
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ-6-09-4326—76
Вода бидистиллированная, деионизованная или перегнанная над $KMnO_4$	ГОСТ 6709
1-N-метилимидазол, purem; ≥ 99 %, Fluka	
Трифторуксусный ангидрид, purem; ≥ 98,0 % (GC), Fluka	
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995
Этиловый спирт (этанол)	ГОСТ Р 51652 или ГОСТ 18300

Допускается использование реактивов иных производителей с более высокой квалификацией, не требующих выполнения п. 7.1 (очистки растворителей).

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851—78
Баня ультразвуковая	
Бумажные фильтры «синяя лента», обеззоленные	ТУ 6-09-2678—77
Бязь хлопчатобумажная белая	
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147
Воронки конусные диаметром 40—45 мм	ГОСТ 25336
Груша резиновая	
Колба Бунзена	ГОСТ 25336
Колбы грушевидные на шлифе *вместимостью 150 $см^3$*	ГОСТ 9737
Лед	
Насос водоструйный	ГОСТ 25336
Пинцет	
Стаканы химические с носиком, вместимостью 150 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянные емкости вместимостью 100 $см^3$ с герметичной металлической крышкой	
Стеклянные палочки	

Ротационный вакуумный испаритель В-169
фирмы Buchi, Швейцария
Установка для перегонки растворителей
Фильтродержатель
Набор для фильтрации растворителей
через мембрану
Хроматографическая колонка стальная,
длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм,
содержащая Eclipse XDB C18, зернение 5 мкм
Шприц для ввода образцов для жидкостного
хроматографа вместимостью 50—100 мм^3

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования по электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостный хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе на должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на жидкостном хроматографе.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

• процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С и относительной влажности не более 80 %.

• выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка ацетонитрила (при необходимости), приготовление растворов для градуировки и внесения, реактива для дериватизации, раствора ортофосфорной кислоты, подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка фильтров и салфеток для отбора проб, отбор проб.

7.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора не менее 1 ч, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия.

7.2. Приготовление 0,1 %-го раствора орто-фосфорной кислоты

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 250—300 $м^3$ деионизованной воды, вносят 0,5 $см^3$ орто-фосфорной кислоты, доводят водой до метки, перемешивают.

7.3. Приготовление реактива для дериватизации

Смешивают трифторуксусный ангидрид и свежеперегнанный ацетонитрил в объемном соотношении 1 : 2. Реактив годен к употреблению в течение рабочего дня.

7.4. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 950 $см^3$ ацетонитрила и 50 $см^3$ 0,1 % (по объему) раствора орто-фосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.5. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.4) при скорости подачи растворителя 1,3 $см^3$/мин до установления стабильной базовой линии.

7.6. Приготовление градуировочных растворов и растворов внесения

7.6.1. Исходный раствор эмамектина для градуировки (концентрация 200 мкг/$см^3$). В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0, 0200 г эмамектина, растворяют в 50—60 $см^3$ ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в морозильной камере при температуре –18 °С в течение 6 мес.

Растворы №№ 1—5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора для градуировки.

7.6.2. Раствор № 1 эмамектина для градуировки и внесения (концентрация 2 мкг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 исходного раствора эмамектина с концентрацией 200 мкг/см^3 (п. 7.6.1), разбавляют ацетонитрилом до метки.

Градуировочный раствор № 1 хранят в морозильной камере при температуре – 18 °С в течение 6 мес.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения действующего вещества методом «внесено-найдено».

7.6.3. Рабочие растворы №№ 2—5 эмамектина для градуировки (концентрация 0,01—0,1 мкг/см^3). В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 0,5; 1,0; 2,5 и 5,0 см^3 градуировочного раствора № 1 с концентрацией 2 мкг/см^3 (п. 7.6.2), доводят до метки ацетонитрилом, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2—5 с концентрацией эмамектина 0,01; 0,02; 0,05 и 0,1 мкг/см^3, соответственно.

Рабочие растворы сразу после приготовления помещают в морозильную камеру, где хранят при температуре – 18 °С в течение 6 мес.

7.6.4. Рабочие растворы №№2а—5а флуорогенного производного эмамектина для градуировки (соответствуют концентрации эмамектина 0,01—0,1 мкг/см^3). В 4 градуированные пробирки вместимостью 10 см^3 вносят по 1 см^3 каждого из 4 рабочих растворов эмамектина №№ 2—5 (п. 7.6.3), прибавляют по 0,1 см^3 1-N-метилимидазола, перемешивают. Смесь охлаждают до 0—5 °С, помещая пробирки с ледяную баню, добавляют по каплям 0,3 см^3 реактива для дериватизации (приготовленного по п. 7.3), перемешивают и выдерживают час при комнатной температуре. Затем в каждую пробирку вносят по 0,6 см^3 деионизованной воды и 3 см^3 ацетонитрила, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2а—5а флуорогенного производного с концентрацией эмамектина 0,01; 0,02; 0,05 и 0,1 мкг/см^3 соответственно.

Рабочие растворы сразу после приготовления помещают в морозильную камеру, где хранят при температуре – 18 °С в течение месяца.

7.7. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (единицы LU*сек) от концентрации эмамектина в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам флуорогенного производного эмамектина №№2а—5а для градуировки.

В инжектор хроматографа вводят по 10 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.7.1. Осуществляют не менее 3 параллельных измерений.

Устанавливают площади пиков флуорогенного производного основного компонента действующего вещества эмаметктина бензоата B_{1a}.

Градуировочный график проверяют ежедневно по анализу одного из градуировочных растворов. Если значение площади отличается более, чем на 6 % от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

7.7.1. Условия хроматографирования. Измерения выполняют при следующих режимных параметрах.

Жидкостный хроматограф с флуоресцентным детектором с переменной длиной волны.

Хроматографическая колонка стальная, длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Eclipse XDB C18, зернение 5 мкм.

Температура колонки: 35 °С.

Длина волны: возбуждение 365 нм.

Длина волны: эмиссия 470 нм.

Объем вводимой пробы: 10 мм^3.

Подвижная фаза: ацетонитрил – 0,1% орто-фосфорная кислота (95 : 5, по объему).

Скорость потока элюента: 1,3 см^3/мин.

Ориентировочное время выхода:

эмаметктин бензоат B_{1b}: 9,749—9,873 мин;

эмаметктин бензоат B_{1a}:11,649—12,192 мин (основной пик).

Линейный диапазон детектирования: 0,02—0,2 нг.

7.8. Подготовка фильтров для отбора проб воздуха

Диаметр бумажного фильтра «синяя лента» должен соответствовать внутреннему диаметру фильтродержателя.

Фильтры последовательно по 3 раза промывают на воронке Бюхнера этанолом, затем ацетонитрилом порциями 25—30 см^3, сушат с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом, затем на воздухе при комнатной температуре. До использования фильтры хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

7.9. Подготовка салфеток для проведения смыва

Вырезают салфетки (лоскуты) из белой бязи размером 10 × 10 см, затем их последовательно обрабатывают 5 %-м раствором углекислого натрия (при кипячении), водой до нейтральной реакции промывных вод, двухкратно промывают этиловым спиртом, сушат на воздухе при ком-

натной температуре. До использования салфетки хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

8. Отбор и хранение проб воздуха

Отбор проб осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны». Воздух с объемным расходом 2—5 $дм^3$/мин аспирируют через бумажный фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель.

Для измерения концентрации эмамектина на уровне предела обнаружения (0,02 $мг/м^3$) необходимо отобрать 10 $дм^3$ воздуха, на уровне 0,5 ОБУВ воздуха рабочей зоны (0,05 $мг/м^3$) – 4 $дм^3$ воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в морозильной камере при температуре – 18 °С – 6 мес.

9. Условия проведения смыва

Смывы проводят в конце работы или после выполнения отдельных операций с открытых и закрытых спецодеждой или другими СИЗ участков тела (лоб, лицо, шея, грудь, предплечье, голень, кисти рук, включая межпальцевые промежутки).

До работы выбирают участок кожи, обрабатывают его для удаления загрязнений, фиксируют площадь (не менее 200 $см^2$). При необходимости отбирают фоновые смывы.

Смыв выполняют способом обмыва фиксированного участка кожи этиловым спиртом, помещая 20 $см^3$ в стеклянную емкостью с металлической крышкой. Тканевой салфеткой, смоченной растворителем, с помощью пинцета (индивидуально) обмывают этот участок сверху вниз. Операцию повторяют дважды.

Срок хранения отобранных проб смывов, помещенных в герметично закрытые емкости, в морозильной камере при температуре –18 °С – 6 мес.

10. Выполнение измерений

10.1. Воздух рабочей зоны

Экспонированный фильтр переносят в химический стакан вместимостью 150 $см^3$, заливают 10 $см^3$ ацетонитрила, помещают на встряхиватель на 10 мин. Растворитель сливают в мерный цилиндр с пришлифованной пробкой вместимостью 25 $см^3$, фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями растворителя объемом 5 $см^3$, выдерживая на встряхивателе по 5 мин.

Объем объединенного в цилиндре экстракта доводят до 20 см^3 ацетонитрилом, перемешивают. Аликвоту полученного раствора объемом 1 см^3 с помощью пипетки переносят в градуированную пробирку вместимостью 10 см^3 и подвергают дериватизации по п. 10.2.

10.2. Дериватизация

К ацетонитрильному раствору в пробирке (полученному по п. 10.1 или 10.3) прибавляют 0,1 см^3 1-N-метилимидазола, перемешивают. Смесь охлаждают до 0—5 °С, помещая пробирки с ледяную баню, добавляют по каплям 0,3 см^3 реактива для дериватизации (приготовленного по п. 7.3), перемешивают и выдерживают час при комнатной температуре. По окончании процесса в пробирку вносят 0,6 см^3 деионизованной воды и 3 см^3 ацетонитрила, тщательно перемешивают и анализируют в условиях хроматографирования, указанных в п. 7.7.1.

Пробу вводят в инжектор хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площадь пика флуорогенного производного эмамектина бензоата B_{1a} (основной пик), с помощью градуировочного графика определяют концентрацию эмамектина в хроматографируемом растворе.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор флуорогенного производного эмамектина с концентрацией 0,1 мкг/см^3, разбавляют ацетонитрилом (не более чем в 5 раз).

10.3. Смывы с кожных покровов

Пробу смыва сливают (через воронку) в колбу для упаривания, с помощью пинцета извлекают салфетку, помещают в конусную химическую воронку, установленную в муфту колбы для упаривания, тщательно отжимают и промывают этиловым спиртом трижды порциями по 10 см^3, предварительно ополаскивая растворителем емкость, в которой находилась проба.

Объединенный раствор упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 5 см^3 ацетонитрила, помещая колбу на ультразвуковую баню на 2 мин. Аликвоту раствора объемом 1 см^3 с помощью пипетки переносят в градуированную пробирку вместимостью 10 см^3 и подвергают дериватизации по п. 10.2.

11. Обработка результатов анализа

11.1. Воздух рабочей зоны

Концентрацию эмамектина в пробе воздуха (X), мг/м^3, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \times W \times K}{V_{20}}, \text{ где}$$

C – концентрация эмамектина в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см^3;

W – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

K – коэффициент пересчета, учитывающий объем экстракта с фильтра, используемый для анализа, равный 20;

V_t – объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), дм^3.

$$V_t = R \times P \times \frac{u \times t}{(273 + T)}, \text{ где}$$

T – температура воздуха при отборе проб (на входе в аспиратор), °С;

P – атмосферное давление при отборе пробы, мм рт. ст.;

u – расход воздуха при отборе пробы, дм^3/мин;

t – длительность отбора пробы, мин;

R – коэффициент, равный 0,386 для воздуха рабочей зоны.

За результат анализа ($\bar{X}$) принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 ($\bar{X} = \frac{(X_1 + X_2)}{2}$), расхождение между которыми не превышает значений норматива оперативного контроля сходимости (d):

$$|X_1 - X_2| \le d,$$

$$d = d_{отн} \times \frac{\bar{X}}{100}, \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

d – норматив оперативного контроля сходимости, мг/м^3;

$d_{отн.}$ – норматив оперативного контроля сходимости, % (равен 11 %).

11.2. Смывы с кожных покровов

Концентрацию эмамектина в пробе смыва X, мкг/смыв, рассчитывают по формуле:

$$X = C \times W \times K, \text{ где}$$

C – концентрация эмамектина в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см^3;

W – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, $см^3$;

K – коэффициент пересчета, учитывающий объем пробы, используемый для анализа, равный 5.

Примечание Идентификация и расчет концентрации вещества в пробах могут быть проведены с помощью компьютерной программы обработки хроматографических данных, включенной в аналитическую систему.

12. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде:

Результат анализа $\bar{X}$ в $мг/м^3$ или мкг/смыв (с указанием площади смыва в $см^2$), характеристика погрешности δ, % (± 25 %), $P = 0,95$ или

$\bar{X} \pm \Delta$ $мг/м^3$ (мкг/смыв, площадь смыва, $см^2$), $P = 0,95$, где

Δ – абсолютная погрешность.

$$\Delta = \frac{\delta \times \bar{X}}{100}, \text{ мг/м}^3 \text{ (мкг/смыв)}$$

Результат измерений должен иметь тот же десятичный разряд, что и погрешность.

Если содержание вещества менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

*«содержание эмамектина в пробе воздуха рабочей зоны – менее 0,02 мг/м³; смыва – менее 0,05 мкг/смыв»**

** – 0,02 мг/м³; 0,05 мкг/смыв – пределы обнаружения при отборе 10 дм³ воздуха рабочей зоны; в пробе смыва (фиксированная площадь смыва, 200 см²)соответственно.*

13. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ ИСО 5725–1-6. 2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

14. Разработчики

Юдина Т. В., Федорова Н. Е., Волкова В. Н. (ФГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Роспотребнадзора»)

Измерение концентраций эмамектина (эмамектина бензоата) в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2542—09

Технический редактор А. В. Терентьева

Подписано в печать 01.12.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

gost.e-ecolog.ru