Государственное
санитарно-эпидемиологическое
нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1025—1026—01
МУК 4.1.1130—1152—02
МУК 4.1.1154—1165—02

Выпуск 1

МОСКВА
2004

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний

МУК 4.1.1025—1026—01;
МУК 4.1.1130—02—4.1.1152—02;
МУК 4.1.1154—02—4.1.1165—02

Выпуск 1

ББК 51.23
О60
О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава Росси, 2004.—352 с.

ISBN 5—7508—0491—7

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (чл.-корр. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. Довгилевич А. В.); Всероссийским НИИ фитопатологии (А. М. Макеев и др.); Всероссийским НИИ защиты растений (В. И. Долженко и др.); Санкт-Петербургским НИИ лесного хозяйства (Маслаков С. Е., Л. В. Григорьева и др.), при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов).

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Минздраве России.

3. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 5—7508—0491—7

© Минздрав России, 2004
© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004

Содержание

Измерение концентраций Ципродинила в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1025—01 5
Определение остаточных количеств Ципродинила в воде, почве, яблоках, грушах и косточковых методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1026—01 13
Определение остаточных количеств Ацетамиприда в воде, почве, огурцах, томатах, клубнях и ботве картофеля, зерне и соломе пшеницы и в кормовом разнотравье методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1130—02 22
Измерение концентрации Ацетамиприда в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1131—02 36
Определение остаточных количеств 2,4-Д в воде, зерне, соломе зерновых культур и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1132—02 42
Определение остаточных количеств этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1133—02 52
Измерение концентраций этилгексилового эфира 2,4-Д в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1134—02 57
Определение остаточных количеств карфентразон-этила в воде и его метаболита карфентразона в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1135—02 64
Измерение концентраций карфентразон-этила методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1136—02 76
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила по его основному метаболиту квизалофоп-свободной кислоте в воде, почве, в семенах и масле льна, сои, подсолнечника и в соломке льна методом газожидкостной хроматографии МУК 4.1.1137—02 82
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и луке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1138—02 100
Измерение концентраций Квизалофоп-П-тефурила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1139—02 111
Определение остаточных количеств Люфенурона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02 118
Измерение концентраций Люфенурона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1141—02 128
Определение остаточных количеств Тиаметоксама и его метаболита (ЦГА 322704) в воде, почве, картофеле, зерне и соломе зерновых колосовых культур, яблоках, огурцах, томатах, перце, баклажанах, горохе и сахарной свекле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1142—02 134
Измерение концентраций Тиаметоксама методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе: МУК 4.1.1143—02 148
Определение остаточных количеств Трифлусульфурон-метила в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1144—02 155
Измерение концентраций Трифлусульфурон-метила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1145—02 166

Определение остаточных количеств Фамоксадона в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе, соломе и зерне зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1146—02 174
Измерение концентраций Фамоксадона (ДРХ-JE 874) в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии МУК 4.1.1147—02 186
Определение остаточных количеств Флудиоксонила в воде почве зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне и соломе хлебных злаков зерне кукурузы семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1148—02 194
Определение остаточных количеств Цимоксанила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, ягодах винограда, плодах огурца хроматографическими методами: МУК 4.1.1149—02 212
Измерение концентраций Цимоксанила методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1150—02 225
Определение остаточных количеств Циперметрина в шампиньонах методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1151—02 232
Измерение концентраций Этоксилата изодецилового спирта (ТРЕНДА 90) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.1152—02 238
Газохроматографическое измерение массовой концентрации Ацетохлора в атмосферном воздухе: МУК 4.1.1154—02 244
Измерение концентраций Ацифлуорфена в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами: МУК 4.1.1155—02 254
Измерение концентраций бенсульфурон-метила в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1156—02 267
Измерение концентрации бета-цифлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1157—02 275
Измерение концентрации Бромоксинил октаноата в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1158—02 282
Измерение концентраций Бромуконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1159—02 289
Измерение концентраций Диметипина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1160—02 296
Измерение массовой концентрации Карбендазима в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1161—02 303
Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1162—02 316
Измерение концентраций Метосулама в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1163—02 326
Измерение концентраций Прохлораза в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1164—02 334
Измерение массовой концентрации тетраконазола методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1165—02 343

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко
Дата введения: 1 января 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.1162—02

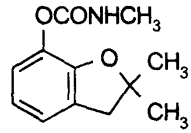
Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в нем массовой концентрации карбофурана в диапазоне 0,02—0,2 мг/м^3.

Карбофуран – действующее вещество препаратов:

ХИНУФУР, ВС (436 г/л), фирма производитель Агро-Кеми КФТ, Венгрия;

ФУРАДАН, ТПС 350г/кг, фирма производитель ФМС и Европа НВ, США;

2,3-дигидро-2,2-диметилбензофуран-7-илметилкарбамат (IUPAC)



$C_{12}H_{15}NO_3$ М. м. 221,3

Белое кристаллическое вещество со слабым запахом фенола. Температура плавления 150—152 °С. Давление паров при 33 °С: 2,7 мПа. Растворимость в органических растворителях при 25 °С (г/кг): 1-метил-2-пирролидон – 300; диметилформамид – 270; диметилсульфоксид – 250; ацетон – 150; ацетонитрил – 140; дихлорметан – 120; циклогекса-

нон – 90; бензол, этанол – 40. Растворимость в воде при 25 °С – 351 мг/дм^3.

Карбофуран стабилен в водных растворах при pH 3; с увеличением pH его стабильность уменьшается: период полураспада при pH 5 – 28 дней, при pH 7 – 21 день, при pH 9 – 0,9 дня.

Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны – пары и аэрозоль.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 9,17 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс > 10 700 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK_{50}) для крыс – 75 мг/м^3.

Область применения

Карбофуран – системный инсектицид и акарицид широкого спектра действия, рекомендуемый против почвообитающих и листогрызущих (членистоногих) вредителей, а также для протравливания семян.

ПДК в воздухе рабочей зоны – 0,05 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 18 %, при доверительной вероятности 0,95.

2. Метод измерения

Измерения концентраций Карбофурана выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с ультрафиолетовым детектором с использованием жидкостного хроматографа.

Концентрирование Карбофурана из воздуха осуществляют на активированный уголь, экстракцию с активированного угля проводят смесью хлороформа с диэтиловым эфиром (соотношение 2 : 1, по объему).

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 2 нг.

Определению не мешают компоненты препаративной формы.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф Perkin-Elmer (США) с ультрафиолетовым детектором или другой с аналогичными или улучшенными характеристиками	№ Госреестра 15945—97

Микроколоночный жидкостный хроматограф Милихром с ультрафиолетовым детекторо	ТУ 25-7405.0009—89
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—80Е
Аспирационное устройство ЭА-1	ТУ 25-11-1414—78
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797—75
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1 °С, пределы измерения 0—55 °С	ТУ 215—73Е
Мерные колбы, вместимостью 50 и 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 20292—74Е

Допускается использование средств измерения с аналогичными ил лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Карбофуран с содержанием д. в. 97,0 %	
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-4326—76
Вода бидистиллированная или деионизированная	
Уголь активированный, марки БАУ или КСТ	ГОСТ 611—752
Хлороформ, хч	ТУ 6-09-4263—76
Этиловый спирт	ГОСТ 5964—67
Эфир диэтиловый (для наркоза, Фармакопея СССР)	ГОСТ 6265—74

3.3. Вспомогательные устройства

Воронки химические, конусные, диаметром 34—40 мм	ГОСТ 25336—82Е
Воронка Бюхнера, диаметром 20 мм	ГОСТ 9147—80Е
Колба Бунзена	ГОСТ 25336—82Е
Колбы грушевидные со шлифом, вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 10394—72
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Пробирки центрифужные	ГОСТ 25336—82Е
Пробирки колориметрические плоскодонные с притертой пробкой, высотой 150 мм и внутренним диаметром 15 мм	ГОСТ10515—75
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	ТУ 25-11-917—76
Холодильник водяной, обратный	ГОСТ 9737—70

Колонка хроматографическая аналитическая,
длиной 64 мм, внутренним диаметром 2 мм,
заполненная Сепарооном С 18, зернением 5 мкм ТУ 25-7405.003—86
Шприц для ввода образцов для жидкостного
хроматографа, вместимостью 50 мкл
Установка для перегонки растворителей
при атмосферном давлении
Груша резиновая
Стеклянные палочки
Эксикатор ГОСТ 25336—82 Е

Допускается применение другого оборудования и хроматографических колонок с аналогичными техническими характеристиками, обеспечивающими аналогичное разделение.

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1005—88.

4.2. При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих квалификацию не ниже инженера-химика, с опытом работы на жидкостном хроматографе.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТ 15150—69 при температуре воздуха (20 ± 10) °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности не более 80 %.
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят очистку ацетонитрила, подготовку подвижной фазы для ВЭЖХ, приготовление растворов, под-

готовку трубок с активированным углем, кондиционирование хроматографических колонок, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Очистка ацетонитрила

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

7.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

7.2.1. Подвижная фаза № 1 для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 помещают 650 см^3 ацетонитрила, доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.2.2. Подвижная фаза № 2 для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 50 см^3 ацетонитрила, доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.3. Приготовление растворов

7.3.1. Исходный раствор карбофурана для градуировки (концентрация 1 мг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,1 г карбофурана, растворяют в 50—70 см^3 ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

7.3.2. Раствор № 1 карбофурана для градуировки (концентрация 10 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 исходного стандартного раствора карбофурана с концентрацией 1 мг/см^3 (п. 7.3.1), разбавляют ацетонитрилом до метки. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

7.3.3. Рабочие растворы №№ 2—7 карбофурана для градуировки (концентрация 0,1—2,0 мкг/см^3)

В 5 мерных колб вместимостью 100 см^3 помещают по 1,0; 2,0; 3,0; 5,0 и 10 см^3 стандартного раствора № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3 (п. 7.3.2), доводят до метки подвижной фазой № 1 (п. 7.2.1), тщательно

перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2—6 с концентрацией карбофурана 0,1; 0,2; 0,3; 0,5 и 1,0 мкг/см^3, соответственно.

Раствор № 7 с концентрацией 2,0 мкг/см^3 готовят аналогично, используя мерную колбу вместимостью 50 см^3 и 10 см^3 раствора № 1. Растворы хранятся в холодильнике не более 3 дней.

7.3.4. Рабочие растворы №№ 8—12 карбофурана для градуировки (концентрация 1,0—40 мкг/см^3)

В 3 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 1,0; 2,0 и 4,0 см^3 исходного стандартного раствора с концентрацией 1,0 мг/см^3 (п.7.3.1), доводят до метки подвижной фазой № 2 (п. 7.2.2), тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 8—10 с концентрацией карбофурана 10, 20 и 40 мкг/см^3, соответственно.

Растворы №№ 11—12 с концентрацией 2,0 и 3,75 мкг/см^3 готовят из раствора № 9 (концентрация 20 мкг/см^3) разбавлением подвижной фазой № 2 (п. 7.2.2), используя мерные колбы вместимостью 50 см^3 и 5,0 и 9,38 см^3 раствора № 9.

Растворы хранятся в холодильнике не более 3 дней.

7.4. Подготовка трубок с активированным углем

В U-образную стеклянную трубку помещают 0,5 г активированного угля, с двух концов уплотняют тампонами из стекловаты.

Заполненные U-образные трубки активируют путем постепенного нагревания в муфельной печи до 350—400 °С, выдерживания при этой температуре в течение 10—15 минут. Допустимо хранение активированных трубок, закрытых заглушками, в вакуумном эксикаторе не более 3 суток перед отбором проб.

7.5. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны». При осуществлении измерения по п. 7.7.1 в течение 15 мин последовательно отбирают 3 пробы, для чего воздух аспирируют в течение 5 мин с объемным расходом 2—3 дм^3/мин через стеклянную U-образную трубку, заполненную активированным углем.

При измерении по п. 7.7.2 отбирается одна проба в течение 15 минут с объемным расходом аспирируемого воздуха 3 дм^3/мин.

Для измерения концентрации карбофурана на уровне 0,5 ПДК воздуха рабочей зоны по п. 7.7.1 необходимо отобрать 8 дм^3 воздуха, по

п. 7.7.2 – 40 дм^3 воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильной камере при 4 °С – 14 дней.

7.6. Кондиционирование хроматографических колонок

Промывают колонку подвижной фазой № 1 или № 2 в течение 30 мин при скорости подачи растворителя 1 см^3/мин (измерение по п. 7.7.1) или 100 мм^3/мин (измерение по п. 7.7.2) до установления стабильной базовой линии.

7.7. Установление градуировочной характеристики

7.7.1. Метод 1 (жидкостный хроматограф Perkin-Elmer)

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (отн. единицы) от концентрации карбофурана в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной градуировки по 5 сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5 растворов №№ 2—7, готовят по п. 7.3.3. В инжектор хроматографа вводят по 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.7.1.1.

При проведении измерений с детектированием при длине волны 220 нм используют растворы для градуировки №№ 2—6, при длине волны 280 нм – растворы №№ 3—7.

7.7.1.1. *Условия хроматографирования*

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Perkin-Elmer (США)

Основная неподвжная фаза: Zorbax ODS, зернением 5 мкм колонк стальная длиной 25 см, внутренним диаметром 4,0 мм, содержащая

Температура колонки	комнатная
Подвижная фаза	ацетонитрил–вода (35 : 65, по объему)
Скорость потока элюента	1 мл/мин
Рабочая длина волны	220 (или 280) нм
Чувствительность	0,005 ед. абсорбции на шкалу
Объем вводимой пробы	20 мкл
Время выхода карбофурана	8,4—8,7 мин
Линейный диапазон детектирования	2—20 нг (при длине волны 220 нм)

* Детектирование при длине волны 280 нм используют при наличии в натурных проба воздуха примесей, поглощающих в области 220 нм, время выхода которых совпадает временем выхода карбофурана.

4—40 нг (при длине волны 280 нм)

Альтернативная неподвижная фаза

Колонка стальная длиной 25 см, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Hipersil ODS, зернением 5 мкм.

Условия хроматографирования те же.

Время выхода карбофурана 9,3—9,6 мин.

Градуировочный график проверяют ежедневно по анализу 1—2 стандартных растворов различной концентрации. Если получаемые результаты отличаются более, чем на ± 10 % от данных, заложенных на графике, градуировочный график строят заново, используя свежеприготовленные рабочие стандартные растворы.

7.7.2. Метод 2 (жидкостный хроматограф Милихром)

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика (мм) от концентрации карбофурана в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной градуировки по 5 сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5 растворов №№ 8—12, готовят по п. 7.3.4. В инжектор хроматографа вводят по 10 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.7.2.1.

7.7.2.1. *Условия хроматографирования*

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Милихром (Россия)

Колонка стальная длиной 64 мм, внутренним диаметром 2 мм, заполненная Сепароном С18, зернением 5 мкм

Температура колонки	комнатная
Подвижная фаза	ацетонитрил–вода (50 : 50, по объему)
Скорость потока элюента	100 мкл/мин
Рабочая длина волны	220 нм
Чувствительность	0,4 ед. абсорбции на шкалу
Объем вводимой пробы	10 мкл
Время выхода карбофурана	около 4,0 мин
Линейный диапазон детектирования	20—400 нг

8. Выполнение измерений

8.1. Подготовка проб к анализу

Активированный уголь и стекловату с отобранной пробой переносят в пробирку с притертой пробкой вместимостью 15 мл, заливают 6–7 мл смеси хлороформа с диэтиловым эфиром (соотношение 2 : 1, по объему), оставляют на 10 минут, периодически перемешивая. Растворители сливают, фильтруя через стекловату. Сорбент еще дважды обрабатывают новыми порциями смеси растворителей объемом 6—7 мл.

Объединенный экстракт упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани 40—45 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы № 1 (п. 7.2.1) или в 0,5 мл подвижной фазы № 2 (п. 7.2.2), фильтруют через слой стекловаты, помещенный в конусную химическую воронку и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в п.п. 7.7.1.1 или 7.7.2.1.

Пробу вводят в инжектор хроматографа не менее двух раз. Измеряют площадь или высоту пика, при ручной обработке хроматограмм высоты пиков измеряют на хроматограмме с помощью линейки с точностью до 0,5 мм.

Перед анализом испытываемой пробы проводят хроматографирование холостой пробы – экстракта активированного угля из неэкспонированной пробоотборной трубки.

Образцы, дающие пики большие чем стандартный раствор с концентрацией 1,0 (или 2,0) мкг/мл (измерение по п. 7.7.1.1) или 40 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой № 1 или № 2 соответственно.

9. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию карбофурана в пробе воздуха рабочей зоны, X, мг/м^3, при использовании градуировочного графика рассчитывают по формуле:

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

C – концентрация карбофурана в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади (или высоты) хроматографического пика, мкг/см^3;

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

V_{20} – объем пробы воздуха, отобранного для анализа, приведенного к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), дм^3.

$$V_{20} = 0{,}386\frac{P}{273+T}\cdot ut\text{, где}$$

T – температура воздуха при отборе пробы (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.

Примечание: Идентификация и расчет концентрации карбофурана в пробах могут быть проведены с помощью программ обработки хроматографических данных с применением компьютеров, подключенных к хроматографу.

10. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде результата анализа $\bar{X}$ (мг/м^3), характеристики погрешности δ, %, $P = 0{,}95$ ($\bar{X} \pm \Delta$ мг/м^3, $P = 0{,}95$), где

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \bar{X}}{100}\text{, мг/м}^3$$

За результат анализа ($\bar{X}$) принимается среднее арифметическое результатов параллельных определений X_1 и X_2 ($\bar{X} = (X_1 + X_2)/2$), расхождение между которыми не превосходит значений норматива оперативного контроля сходимости d, равного 10 %.

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность.

12. Разработчики

Ракитский В. Н., член-кор. РАМН, проф., Юдина Т. В., Федорова Н. Е., Волкова В. Н. (Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана, г. Мытищи Московской обл.).

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых *продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах* окружающей среды

Сборник методических указаний

Выпуск 1

Редакторы Акопова Н. Е., Кожока Н. В. Кучурова Л. С., Максакова Е. И.
Технические редакторы Климова Г. И., Ломанова Е. В.

Подписано в печать 29.01.04

Формат 60x88/16 Печ. л. 22.0

Тираж 1500 экз. Заказ 6417

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11
Отделение реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано в филиале Государственного ордена Октябрьской Революции
ордена Трудового Красного Знамени Московского предприятия
«Первая Образцовая типография» Министерства Российской Федерации
по делам печати, телерадиовещания и средств массовых коммуникаций
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10, тел.: 235-20-30

gost.e-ecolog.ru