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.

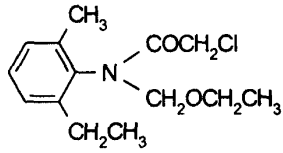
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение массовой концентрации Ацетохлора в атмосферном воздухе

Методические указания
МУК 4.1.1154—02

Настоящие методические указания устанавливают газохроматографическую методику количественного химического анализа атмосферного воздуха для определения в нем ацетохлора в диапазоне концентраций 0,0004—0,004 мг/м^3.

Ацетохлор – действующее вещество гербицида Харнес (Монсанто, США), 2-хлор-N-этоксиметил-6'-этилацетат-*о*-толуидин (IUPAC).



$C_{14}H_{20}ClNO_2$ М. м. 269,8

Бесцветное маслянистое вещество с ароматическим запахом. Температура плавления – 0 °С, кипения – 162 °С при 7 мм рт. ст. Плотность при 25 °С – 1,123, вязкость – 51,1. Давление паров при 25 °С: $3,4 \times 10^{-8}$ мм рт. ст. Хорошо растворим в ацетоне, бензоле, диэтиловом эфире, толуоле, этаноле. Растворимость в воде при 25 °С – 223 мг/дм^3, pH 4,7.

Агрегатное состояние в воздухе – пары и аэрозоль.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая оральная токсичность (LD_{50}) для крыс – более 2 148 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов – более 4 166 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс – более 5 000 мг/м^3 (4 ч).

ОБУВ в атмосферном воздухе – 0,0005 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерения

Измерения концентрации ацетохлора выполняют методом газожидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов (ДПР) с использованием насадочной (метод 1) или капиллярной колонок (метод 2).

Концентрирование ацетохлора из воздуха осуществляют на фильтр из пенополиуретана, экстракцию с фильтра проводят ацетоном.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,02 нг.

Определению не мешают компоненты препаративной формы.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

При выполнении измерений массовой концентрации ацетохлора *применяют следующие средства измерения, реактивы, вспомогательные* устройства и материалы.

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф «Цвет», снабженный детектором постоянной скорости рекомбинации ионов (ДПР) с пределом детектирования по линдану 4,1 × 10^{-13} г/см^3 или другой с аналогичными или улучшенными характеристиками	ТУ 25-0585.110—86
Микрошприцы типа МШ-1, вместимостью 1 мм^3	ТУ 5Е2-833-024
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 мм^3	ГОСТ 20292—74Е

Допускается использование средств измерения с аналогичными лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Ацетохлор с содержанием д. в. 99,4 % (Монсанто, США)	
Азот, осч из баллона	ГОСТ 9293—79
Ацетон, осч	ГОСТ 2603—79
н-гексан, хч	ТУ 6-09-4521—77
Кислота серная, хч	ГОСТ 4204—77
Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328—77
Хроматон-супер с 5 % OV-17 (0,16—0,20 мм), Хемапол, Чехия	
Хромосорб W-HP с 1 % XE-60 + 1 % SE-30 (0,12—0,16 мм), Хемапол, Чехия	

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Бюксы стеклянные, диаметром 60 мм, высотой 30 мм	ГОСТ 25336—82Е
Воронка Бюхнера, диаметром 65 мм	ГОСТ 9147—80Е
Груша резиновая	
Колба Бунзена	ГОСТ 25336—83Е
Колбы грушевидные со шлифом	
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Пенополиуренат пористый ППУ	ТУ 2254-153-04691277
Ректификационная стационарная установка РУТ	ТУ 25-11-1103—75
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М	ТУ 25-11-917—76
Стеклянные палочки	
Установка для перегонки растворителей при атмосферном давлении	
Фильтродержатели пластмассовые, диаметром 48—50 мм	
Хроматографическая колонка стеклянная, длиной 1 или 2 м, внутренним диаметром 3 мм	
Хроматографическая колонка капиллярная, 30 м × 0,25 мм × 0,25 мкм, PE-5 (5 % фенилметилсилоксана) DB™-5 (J&W Scientific)	

Допускается применение других капиллярных 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 газового 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 газовом 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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовка органических растворителей, приготовление растворов, подготовка фильтров и хроматографических колонок, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка гексана

Гексан встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до тех пор, пока свежая порция кислоты не перестанет окрашиваться. Затем гексан последовательно промывают водой, 2 %-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, сушат над гидроксидом натрия и перегоняют.

7.1.2. Очистка ацетона

Растворитель сушат над молекулярными ситами 4А и подвергают фракционной перегонке на ректификационной колонке, целиком собранной из стекла с числом теоретических тарелок не менее 30. Сосуд для перегонки погружают в водяную баню и через приемник пропускают медленно струю сухого азота. Затем температуру водяной бани повышают до 70—75 °С и прибор промывают парами ацетона, после чего холодильник заполняют водой. До начала отбора главной фракции приемник несколько раз промывают дистиллятом. Перегонку продолжают до тех пор, пока в сосуде для перегонки не останется приблизительно 100 $см^3$ ацетона. Температуру водяной бани следует снижать по мере уменьшения объема ацетона, во всех случаях она не должна превышать температуру кипения ацетона более чем на 20°.

7.1.3. Контроль чистоты ацетона

В круглодонную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 30 $см^3$ ацетона, упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха, в колбу вносят 1 $см^3$ гексана и анализируют раствор в условиях хроматографирования по п.п. 7.5.1.1, 7.5.1.2 или 7.5.2.1.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. Исходный стандартный раствор ацетохлора (С = 100 мкг/$см^3$)

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,0100 г ацетохлора, растворяют в 50—70 $см^3$ ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение 3 месяцев.

7.2.2. Стандартный раствор № 1 ацетохлора (С = 1 мкг/$см^3$)

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 1 $см^3$ основного стандартного раствора ацетохлора (п. 7.2.1) с концентрацией 100 мкг/$см^3$, разбавляют ацетоном до метки. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

7.2.3. Рабочие растворы №№ 2—8 ацетохлора для градуировки (С = 0,02—0,2 мкг/$см^3$)

В 5 мерных колб вместимостью 50 $см^3$ помещают по 1,0; 2,0; 4,0; 8,0 и 10 $см^3$ стандартного раствора № 1 (п. 7.2.2) с концентрацией 1 мкг/$см^3$, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2—8 с концентрацией ацетохлора 0,02;

0,04; 0,06; 0,1 и 0,2 мкг/см^3, соответственно. Растворы хранятся в холодильнике в течение 15 дней.

7.3. Приготовление фильтров для отбора проб воздуха

Из пенополиуретана вырезают фильтр толщиной 2—2,5 мм, диаметром 48—50 мм, соответствующим внутреннему диаметру фильтродержателя. Фильтр 3 раза промывают ацетоном порциями 25—30 см^3 на воронке Бюхнера, сушат с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом, затем на воздухе при комнатной температуре.

7.4. Приготовление и кондиционирование хроматографических колонок

7.4.1. Насадочная колонка, заполненная 5 % OV-17 на хроматоне-супер

Готовую насадку (5 % OV-17 на хроматоне-супер, 0,16—0,20 мм) засыпают в стеклянную колонку длиной 2 м, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 260 °С в течение 10—12 часов.

7.4.2. Насадочная колонка, заполненная 1 % XE-60 + 1% SE-30 на Хромасорбе W-HP

Готовую насадку (1 % XE-60 + 1 % SE-30 на Хромосорбе W-HP, 0,12—0,16 мм) засыпают в стеклянную колонку длиной 1 м, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 150 °С – 2 часа, 200 °С – 1 час, 250 °С – 2 часа.

7.4.3. Капиллярная колонка

Капиллярную колонку устанавливают в термостат хроматографа, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем со скоростью 1 см^3/мин при температуре термостата колонок 280 °С в течение 3 суток. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют стабильность нулевой линии при рабочей температуре термостата колонок.

7.5. Установление градуировочной характеристики

7.5.1. Метод 1 (насадочная колонка)

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсолютной градуировки на градуировочных растворах ацетохлора. Она выражает зависимость высоты пика (мм) от концентрации ацетохлора в растворе (мкг/см^3) и строится по 5 сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из 5 растворов №№ 2—8, готовят по п. 7.2.3. В

испаритель прибора вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствор и анализируют в условиях хроматографирования по п.п. 7.5.1.1 и 7.5.1.2.

Градуировочный график проверяют ежедневно по анализу 1—2 градуировочных растворов различной концентрации. Если получаемы результаты отличаются более, чем на ± 10 % от данных, заложенных на графике, градуировочный график строят заново, используя свежеприго товленные рабочие градуировочные растворы.

7.5.1.1. *Хроматографическая колонка длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм, заполненная 5 % OV-17 на Хроматоне-супер (0,16—0,20 мм)*

Температура термостата колонки	250 °С
детектора	320 °С
испарителя	270 °С
Скорость газа-носителя (азота)	30 ± 1 см^3/мин
Рабочая шкала электрометра	32 × 10^{10} Ом
Скорость движения ленты самописца	240 мм/ч
Объем вводимой пробы	1мм^3
Время удерживания ацетохлора	2 мин 28 с
Линейный диапазон детектирования	0,02—0,20 нг

7.5.1.2. *Хроматографическая колонка длиной 1 м, внутренним д метром 3 мм, заполненная 1 % XE-60 + 1 % SE-30 на Хромасорбе W- (0,12—0,16 мм)*

Температура термостата колонки	170 °С
детектора	300 °С
испарителя	250 °С
Скорость газа-носителя (азота)	30 см^3/мин
Рабочая шкала электрометра	32 × 10^{10} Ом
Скорость движения ленты самописца	240 мм/ч
Объем вводимой пробы	1 мм^3
Время удерживания ацетохлора	2 мин
Линейный диапазон детектирования	0,02—0,20 нг

7.5.2. Метод 2 (капиллярная колонка)

Градуировочную характеристику устанавливают методом абсол ной градуировки на градуировочных растворах ацетохлора. Она вы жает зависимость площади пика (отн. единицы) от концентрации аце хлора в растворе (мкг/см^3) и строится по 5 сериям растворов для град ровки. Каждую серию, состоящую из 5 растворов №№ 2—8, готовят

п. 7.2.3. В испаритель прибора вводят по 0,1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.5.2.1.

7.5.2.1. *Условия хроматографирования*

Хроматографическая колонка капиллярная длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщина покрытия 0,25 мкм, РЕ-5 (5 % фенилметилсилоксана) DB^{TM}-5.

Температура инжектора	240 °С
детектора	300 °С
термостата колонки	от 100 до 185 °С со скоростью 20°/мин
	от 185 до 195 °С со скоростью 1°/мин
	от 195 до 300 °С со скоростью 30°/мин
	300 С – 8 мин
Скорость газа-носителя (азота) через колонку	1 см^3/мин
поддув детектора	30 см^3/мин
Шкала аттенюатора	150 мвольт
Объем вводимой пробы	0,1 мм^3
Время удерживания ацетохлора	12,8—13,5 мин
Линейный диапазон детектирования	0,02—0,20 нг

7.6. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят в соответствии с ГОСТ 17.2.3.01—86. Воздух с объемным расходом 2,5 дм^3/мин аспирируют через фильтр из пенополиуретана, помещенный в фильтродержатель. Желательно отобрать не менее 2 параллельных проб воздуха. Для измерения концентрации ацетохлора на уровне 0,8 ОБУВ атмосферного воздуха необходимо отобрать 50 дм^3 воздуха.

Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты в холодильную камеру при 4 °С, – 10 дней.

8. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой переносят в бюкс, заливают 10 см^3 ацетона, закрывают крышкой, оставляют на 30 мин, периодически перемешивая. Растворитель сливают, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр еще дважды обрабатывают новыми порциями ацетона объемом 10 см^3.

Объединенный экстракт упаривают в грушевидной колбе на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани 35—40 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха,

остаток растворяют в 1 см^3 гексана и анализируют при условиях хроматографирования, указанных в пп. 7.5.1.1, 7.5.1.2 или 7.5.2.1.

Пробу вводят в испаритель 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 неэкспонированного пенополиуретанового фильтра.

9. Обработка результатов измерений

9.1. Массовую концентрацию ацетохлора в пробе воздуха X, (мг/м^3), при использовании градуировочного графика рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C}{V_o}, \text{ где}$$

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

V_o – объем воздуха, отобранного для анализа, приведенного к нормальным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 0 °С).

$$V_o = 0{,}357\frac{P}{273+T}\cdot ut, \text{ где}$$

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

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

u – расход воздуха, дм^3/мин;

t – длительность отбора пробы.

Если пробоотборное устройство фиксирует объем воздуха (V, дм^3), в вышеприведенной формуле произведение ut заменяется на V.

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

10. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

• результат анализа $\bar{X}$ (мг/м^3), характеристика погрешности δ, %, $P = 0{,}95$ или

$\bar{X} \pm \Delta$, 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.

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

Результаты измерений оформляют в виде протокола.

11. Разработчики

Ракитский В. Н., чл.-кор. РАМН, проф., Юдина Т. В., Федорова Н. Е., Мошлакова Л. А., Ларькина М. В., Волчек С. И. (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