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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник методических указаний

Выпуск 3
Часть 6
МУК 4.1.1408—4.1.1411—03

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.23+51.21
О60
О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005.— Вып. 3.—Ч. 6.—52 с.

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (акад. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. А. В. Довгилевич); при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов). Разработчики методик указаны в конце каждой из них.

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по госсанэпиднормированию при Минздраве России.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко 24 июня 2003 г.

4. Введены с 30 июня 2003 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.23+51.21

Редакторы Аванесова Л. И., Максакова Е. И.
Технический редактор Климова Г. И.

Подписано в печать 12.05.05

Формат 60x88/16 Печ. л. 3,25
Заказ 12

Тираж 3000 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 Издательским отделом
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отдел реализации, тел. 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2005
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005

Содержание

Определение остаточных количеств десмедифама
в почве, корнеплодах и ботве сахарной, столовой
и кормовой свеклы методом высокоэффективной
жидкостной хроматографии. МУК 4.1.1408—03 4

Измерение концентраций десмедифама в воздухе
рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест
методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.
МУК 4.1.1409—03 16

Определение остаточных количеств диквата в почве
и клубнях картофеля спектрофотометрическим методом.
МУК 4.1.1410—03 26

Определение остаточных количеств имазапира
в дикорастущих грибах и ягодах методами высокоэффективной
жидкостной и газожидкостной хроматографии.
МУК 4.1.1411—03 39

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра
здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
24 июня 2003 г.
Дата введения: 30 июня 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

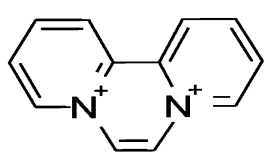
Определение остаточных количеств диквата в почве и клубнях картофеля спектрофотометрическим методом

Методические указания
МУК 4.1.1410—03

Настоящие методические указания устанавливают спектрофотометрический метод для определения в почве и клубнях картофеля массовой концентрации диквата в диапазонах соответственно 0,2—2,0 мг/кг и 0,05—0,5 мг/кг.

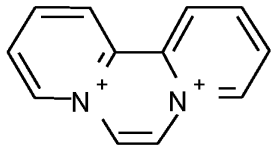
Дикват – действующее вещество препарата Реглон Супер, ВР (150 г/л), фирма производитель Сингента АГРО АГ, Швейцария.

1,1'-этилен-2,2'-дипиридилий; 9,10-дигидро-8а,10а-диазонийфенантрен; (ИЮПАК)



Эмпирическая формула: $C_{12}H_{12}N_2$ М. м.: 184,2

1,1'-этилен-2,2'-дипиридилий используется в виде дибромида:
1,1 – этилен-2,2 – дипиридилий дибромид (ИЮПАК)



Эмпирическая формула: $C_{12}H_{12}N_2Br_2$ М. м.: 344,1

Химически чистый дикват дибромид представляет гигроскопическое белое кристаллическое вещество с температурой разложения 300° С. Давление паров: менее 0,01 мПа (моногидрат). Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{OW} log P = – 4,60.

Хорошо растворим в воде (700 г/л), плохо в спиртах и практически нерастворим в неполярных органических растворителях.

Вещество стабильно в нейтральном и кислом растворах, но легко гидролизуется в щелочной среде. Разлагается под действием УФ-облучения (DT_{50} менее недели).

Сильно связывается почвами и быстро разрушается почвенными микроорганизмами (DT_{50} не адсорбированного диквата менее недели).

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 408, для мышей – 234 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс >800 мг/кг. Вызывает раздражение кожи и глаз у кроликов.

Гигиенические нормативы для дикват дибромида: ОДК в почве – 0,2 мг/кг; ПДК в воде водоемов – 0,02 мг/дм^3; МДУ в картофеле 0,05 мг/кг.

Область применения препарата. Дикват дибромид – контактный гербицид сплошного действия. Используется для уничтожения однолетних широколистных сорняков в виноградниках, садах, посевах овощных и декоративных культур, водной растительности в водоемах, а также для предуборочной десикации семенников сахарной свеклы, клевера, сорго, подсолнечника, льна, хлопчатника, рапса, сои, риса. Применяется в дозах от 0,4 до 1,0 кг/га.

1. Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода представлены в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20					
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Относительно отклонение, %	Доверительный интервал среднего, %
Дерново-подзолистая почва	0,2	0,2—2,0	70,9	5,7	2,5	± 5,3
Черноземная почва	0,2	0,2—2,0	71,7	7,3	3,3	± 6,8
Картофель	0,05	0,05—0,5	78,5	6,4	2,8	± 5,7

Таблица 2

Полнота извлечения диквата из модельных матриц (n = 5)

Матрица	Внесено, мг/кг	Найдено, %	Доверительный интервал среднего, %
Дерново-подзолистая почва	0,2	68,9	± 7,0
	0,4	67,6	± 5,5
	1,0	70,5	± 3,0
	2,0	76,5	± 3,0
Черноземная почва	0,2	69,0	± 10,0
	0,4	68,6	± 9,4
	1,0	72,2	± 3,5
	2,0	76,9	± 7,1
Картофель	0,05	75,4	± 6,4
	0,10	79,5	± 5,2
	0,15	77,6	± 6,3
	0,5	81,5	± 4,9

2. Метод измерений

Методика основана на спектрофотометрическом определении диквата после его восстановления дитионитом натрия в элюате, полученном при извлечении вещества из образцов почвы и картофеля серной кислотой при кипячении и очистке экстракта на колонке с катионитом.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в современной технологии выращивания картофеля.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Спектрофотометр двулучевой «Hitachi», мод.124 (Япония) или спектрофотометр СФ-46 (ЛОМО, Россия)	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности +/- 0,038 г	ГОСТ 7328
Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100, 250, 1 000 и 2 000 $см^3$	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 2 класса точности вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой, вместимостью 20 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2 класса точности вместимостью 10, 25, 50, 100, 200, 500 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Дикват дибромид (моногидрат) с содержанием д. в. 99,7 % (50,9 % катионов) (Зенека, Великобритания)	
Аммония хлорид, хч	ГОСТ 3773

Катионообменная смола Дауэкс 50 (50—100 меш), Na-форма (фирмы «Серва», Германия) или Дауэкс 50 WX8 (100—200 меш), Na-форма (фирмы «Флука», Швейцария)	
Вода дистиллированная или деионизованная	ГОСТ 6702
Кислота серная концентрированная, хч	ГОСТ 4204
Кислота соляная (хлороводородная), хч	ГОСТ 3118
Натрия гидроксид (едкий натр), хч	ГОСТ 4236
Натрия дитионит, хч	ТУ 6-09-01-283—75
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
Этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусная кислота, динатриевая соль (Трилон Б)	ГОСТ 10652

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Бумажные фильтры «красная лента», обеззоленные или фильтры из хроматографической бумаги	
Ватман 3 ММ	ТУ 6-09-2678—77
Вакуумный эксикатор	ГОСТ 9737
Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147
Воронка делительная, вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30—37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Гомогенизатор	
Груша резиновая	
Дефлегматор елочный	ГОСТ 9773
Индикаторная бумага универсальная	
Колбонагреватель электрический или электрическая плитка	ТУ 92-275—76
Колбы плоскодонные, вместимостью 100, 220 и 400—500 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе, вместимостью 500 и 2000 $см^3$	ГОСТ 9737
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см, внутренним диаметром 10 мм	
Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696
Сито с диаметром отверстий 1 мм	
Стаканы химические, вместимостью 100, 500 и 2 000 $см^3$	ГОСТ 25336

Стекловата
Стеклянные палочки
Холодильник водяной обратный ГОСТ 9737
Часовые стекла

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

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

4.2. При выполнении измерений с использованием спектрофотометра соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

5. Требования к квалификации операторов

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

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 спектрофотометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: приготовление растворов, установление градуировочной характеристики, подготовка хроматографической колонки.

7.1. Приготовление 0,3 М раствора гидроксида натрия

Навеску гидроксида натрия массой 3 г помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в 100—150 $см^3$ дистиллированной воды, доводят водой до метки, перемешивают.

7.2. Приготовление 2,5%-ного раствора хлорида аммония

В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 25 г хлорида аммония, растворяют в 600—700 $см^3$ дистиллированной воды, доводят водой до метки, перемешивают.

7.3. Приготовление восстанавливающего реактива

Навеску дитионита натрия массой 0,1 г растворяют в 0,3 М водном растворе гидроксида натрия (приготовленном по п. 7.1) в мерной колбе вместимостью 50 $см^3$. Восстанавливающий реактив используют в течение 30 мин после приготовления.

7.4. Приготовление 5 %-ного раствора этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТУ)

В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 50 г двунатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты, растворяют в 600—700 $см^3$ дистиллированной воды, доводят водой до метки, перемешивают.

7.5. Приготовление 2 н соляной кислоты

В мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$ помещают 500 $см^3$ дистиллированной воды, вносят 158 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят водой до метки дистиллированной водой.

7.6. Подготовка хроматографической колонки

Навеску катионита Дауэкс 50 в натриевой форме* массой 5 г (при анализе почвы), 3,5 г (при анализе картофеля) помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, заливают 40—25 $см^3$ воды. Через 30 мин суспензию переносят в хроматографическую колонку длиной 25 см, внутренним диаметром 10 мм, нижняя часть которой уплотнена тампоном из стекловаты. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента, затем колонку последовательно промывают 20 $см^3$ насыщенного раствора хлорида натрия и 50 $см^3$ дистиллированной воды со скоростью 5 $см^3$/мин, после чего она готова к работе.

Примечание. При отсутствии катионита в натриевой форме используют ионообменную смолу в Н+-форме, подготовив ее по следующей методике.:

Образец катионита Дауэкс 50 в $Н^+$-форме помещают в химический стакан, заливают 5-кратным (по объёму) количеством дистиллированной воды и оставляют для набухания на 24 ч. После этого воду декантируют, катионит обрабатывают 2 н. водным раствором гидроксида натрия при перемешивании в течение 2 ч. Затем раствор декантируют и

смолу многократно промывают водой до нейтральной реакции. Отмытый катионит переносят на воронку Бюхнера, отфильтровывают и подсушивают до сыпучего состояния.

7.7. Приготовление градуировочных растворов

7.7.1. Исходный раствор диквата для градуировки (концентрация 250 мкг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 25 см^3 помещают 0,0123 г диквата дибромида (моногидрат), растворяют в 15 см^3 насыщенного водного раствора хлорида аммония, доводят насыщенным раствором хлорида аммония до метки, тщательно перемешивают.

7.7.2. Раствор диквата № 1 для градуировки (концентрация 10 мкг/см^3)

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 2 см^3 исходного стандартного раствора диквата с концентрацией 250 мкг/см^3 (п. 7.7.1), разбавляют насыщенным раствором хлористого аммония до метки.

Растворы хранят при комнатной температуре в темноте.

Этот стандартный раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения диквата из исследуемых образцов.

7.8. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость интенсивности оптической плотности (единицы оптической плотности) от содержания диквата в растворе (мкг), устанавливают методом абсолютной калибровки по 8 растворам для градуировки.

7.8.1. Выполнение измерений в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм

В 8 градуированных пробирок (цилиндров) с пришлифованной пробкой помещают по 10 см^3 насыщенного раствора хлорида аммония и вносят по 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,6, 1,0, 1,5 и 2,0 см^3 стандартного раствора диквата № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3, что соответствует содержанию 1, 2, 3, 4, 6, 10, 15 и 20 мкг диквата. Доводят объём в каждой пробирке до 20 см^3 насыщенным раствором хлорида аммония, приливают по 4 см^3 раствора дитионита натрия, перемешивают (путем 2 кратного переворачивания пробирок, без встряхивания!) и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 379 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм относительно холостой пробы,

содержащей 20 см^3 насыщенного раствора хлорида аммония и 4 см^3 раствора дитионита натрия.

7.8.2. Выполнение измерений в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм

В 8 градуированных пробирок (цилиндров) с пришлифованной пробкой помещают по 10 см^3 насыщенного раствора хлорида аммония и вносят по 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 3,0, 5,0, 7,5 и 10,0 см^3 стандартного раствора диквата № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3, что соответствует содержанию 5, 10, 15, 20, 30, 50, 75 и 100 мкг диквата. Доводят объем в каждой пробирке до 20 см^3 насыщенным раствором хлорида аммония, приливают по 4 см^3 раствора дитионита натрия, перемешивают (путем 2 кратного переворачивания пробирок, без встряхивания!) и измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 379 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно холостой пробы, содержащей 20 см^3 насыщенного раствора хлорида аммония и 4 см^3 раствора дитионита натрия.

С использованием обеих кювет осуществляют не менее 3 параллельных измерений и находят среднее значение для каждой концентрации. Строят градуировочный график зависимости величины оптической плотности раствора при длине волны 379 нм от содержания диквата в мкг.

8. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79).

Отобранные пробы почвы и картофеля, хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более 3 дней. Для длительного хранения пробы почвы доводят до воздушно-сухого состояния и хранят в холодильнике.

Пробы клубней картофеля для длительного хранения замораживают и хранят при температуре –18° С.

Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, образцы картофеля измельчают.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция

9.1.1. Почва

К образцу воздушно-сухой почвы массой 25 г в круглодонной колбе емкостью 500 см^3 добавляют 65 см^3 дистиллированной воды и затем осторожно приливают 35 см^3 концентрированной серной кислоты. Колбу с подсоединенным к ней елочным дефлегматором и обратным холодильником помещают на электрический колбонагреватель (плитку) и кипятят ее содержимое в течение 5 ч. Реакционную массу охлаждают. На этой стадии можно оставить раствор на ночь. Остывшую суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через фильтр из хроматографической бумаги Ватман 3 ММ. Осадок на фильтре промывают тремя порциями дистиллированной воды по 200 см^3. Фильтраты объединяют и подвергают очистке по п. 9.2.

9.1.2. Картофель

Образец измельченного картофеля массой 250 г помещают в стакан вместимостью 1 000 см^3, добавляют 200 см^3 воды и гомогенизируют в течение 2 мин. Полученную массу переносят в круглодонную колбу вместимостью 2 000 см^3, обмывают стакан 50 см^3 воды, раствор также переносят в колбу. Осторожно приливают 15 см^3 концентрированной серной кислоты. Колбу с подсоединенным к ней обратным холодильником и елочным дефлегматором помещают на электрический колбонагреватель и кипятят ее содержимое в течение 5 ч. Реакционную массу охлаждают. На этой стадии можно оставить раствор на ночь. Остывшую суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через фильтр из хроматографической бумаги Ватман 3 ММ (или бумажный фильтр «красная лента» в 2 слоя). Осадок на фильтре промывают двумя порциями дистиллированной воды по 100 см^3. Переливают фильтрат в химический стакан вместимостью 2 дм^3, доводят pH до 8—9 (по индикаторной бумаге) добавлением твердого гидроксида натрия (70—20 г) при постоянном перемешивании. Добавляют 50 см^3 раствора ЭДТУ (приготовленного по п. 7.4), перемешивают, контролируют pH раствора (по индикаторной бумаге), если его значение выходит из диапазона 6—7, доводят его значение до указанных показателей, добавляя по каплям раствор ЭДТУ. Снова фильтруют раствор через фильтр, промывая стакан и фильтр 100 см^3 дистиллированной воды. Фильтраты объединяют и подвергают очистке по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта на колонке с катионитом

9.2.1. Почва

Объединенный фильтрат, полученный по п. 9.1, вводят со скоростью 3 $см^3$/мин в хроматографическую колонку, подготовленную по п. 7.6. С этой целью фильтрат переносят в делительную воронку, помещенную над колонкой, устанавливают (регулируя кран) скорость пропускания раствора 3 $см^3$/мин. Последовательно промывают колонку 50 $см^3$ воды, 100 $см^3$ 2 н хлороводородной кислоты, 50 $см^3$ воды, 50 $см^3$ 2,5 %-ного раствора хлорида аммония и 1 $дм^3$ воды, которые отбрасывают. На этой стадии можно оставить колонку на ночь, при условии, что слой ионообменной смолы покрыт раствором. Дикват элюируют из колонки 50 $см^3$ насыщенного раствора хлорида аммония со скоростью не более 1 $см^3$/мин в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Раствор перемешивают.

9.2.2. Картофель

Объединенный фильтрат, полученный по п. 9.1, вводят со скорость 5—10 $см^3$/мин в хроматографическую колонку, подготовленную по п. 7.6. С этой целью фильтрат переносят в делительную воронку, помещенную над колонкой, устанавливают (регулируя кран) скорость пропускания раствора 5—10 $см^3$/мин. Промывают колонку 200 $см^3$ 2,5 %-ного раствора хлорида аммония, которые отбрасывают. На этой стадии можно оставить колонку на ночь, при условии, что слой ионообменной смолы покрыт раствором. Дикват элюируют из колонки 50 $см^3$ насыщенного раствора хлорида аммония со скоростью не более 1 $см^3$/мин в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Раствор перемешивают.

9.3. Условия фотометрирования

9.3.1. Почва

20 $см^3$ полученного по п. 9.2.1 элюата переносят в пробирку с притертой пробкой вместимостью 25 $см^3$, добавляют 4 $см^3$ восстанавливающего реактива (приготовленного по п. 7.3), осторожно перемешивают (двухкратным переворачиванием пробирки, без встряхивания). Одновременно во вторую пробирку вносят 20 $см^3$ насыщенного раствора хлорида аммония и 4 $см^3$ 0,3 М раствора гидроксида натрия, перемешивают (раствор сравнения). Через 3 мин после добавления восстанавливающего реактива измеряют оптическую плотность анализируемого

образца на спектрофотометре в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм при длине волны 379 нм относительно раствора сравнения.

9.3.2. Картофель

При проведении измерений в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм аликвоту полученного по п. 9.2.2 элюата объемом 8 см^3 переносят в пробирку (мерный цилиндр) вместимостью 25 см^3, доводят объем раствора до 20 см^3 насыщенным раствором хлористого аммония.

При проведении измерений в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм аликвоту полученного по п. 9.2.2 элюата объемом 20 см^3 переносят в пробирку с притертой пробкой вместимостью 25 см^3.

В каждую пробирку добавляют 4 см^3 восстанавливающего реактива (приготовленного по п. 7.3), осторожно перемешивают (двухкратным переворачиванием пробирки, без встряхивания). Одновременно во вторую пробирку вносят 20 см^3 насыщенного раствора хлорида аммония и 4 см^3 0,3 М раствора гидроксида натрия, перемешивают (раствор сравнения). Через 3 мин после добавления восстанавливающего реактива измеряют оптическую плотность анализируемого образца на спектрофотометре в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм (или 10 мм) при длине волны 379 нм относительно раствора сравнения.

10. Обработка результатов анализа

Содержание диквата в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot B}{P \cdot C}, \text{ где}$$

X – содержание диквата в пробе, мг/кг;

A – содержание диквата, найденное по калибровочному графику, мкг;

B – общий объем элюата, см^3;

C – объем элюата, взятого для фотометрирования, см^3;

P – масса анализируемого образца, г.

11. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями МИ 2335—95.

ГСИ «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

12. Разработчики

Картофель – Юдина Т. В., Федорова Н. Е., Волкова В. Н., Рогачева С. К. (ГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана Минздрава России», г. Мытищи Московской обл.).

Почва – Микитюк О. Д., Макеев А. М. (ВНИИ фитопатологии, Московская область, п/о Большие Вяземы).

gost.e-ecolog.ru