Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования 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 4.1.1802—4.1.1820—03;
4.1.1822—4.1.1826—03

Выпуск 5

Издание официальное

Москва • 2007

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ

Главный Государственный санитарный врач

Российской Федерации

Первый заместитель министра здравоохранения

Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

18.12.03

МУК 4.1.1804-03

Дата введения - с 1 апреля 2004 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению остаточных количеств просульфурона в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур, зеленой массе и зерне кукурузы, семенах льна методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

1. ВВОДНАЯ ЧАСТЬ

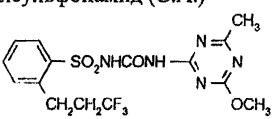
Фирма производитель: Сингента Кроп Протекшн (Швейцария)

Торговое название: ПИК

Действующее вещество: просульфурон (AE F115005)

1-(4- метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил) -3-[2-(3,3,3-трифторпропил)-фенилсульфонил]мочевина (ИЮПАК)

N-[[(4- метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил]-2-(3,3,3-трифторпропил)бензолсульфонамид (С.А.)



Эмпирическая формула: $C_{15}H_{16}F_3N_5O_4S$

Молекулярная масса: 419,4

Химически чистый просульфурон представляет собой белое кристаллическое вещество без запаха

Температура плавления: 155°С (с разложением)

Давление паров при 25°С: < 3,5 х 10^{-3} мПа

Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{ow} log P = 1,5 (pH 5,0), -0,21 (pH 6,9), - 0,76 (pH 9) (25°С)

Плотность 1,45 г/см^3

Генри < 3 х 10^{-4} Па х $м^3$ х $мол^{-1}$

Растворимость (г/л) при 25°С: гексан - 0,0064, толуол – 6,1, этанол – 8,4, этилацетат – 56, ацетон - 160, дихлорметан –180; растворимость в воде (мг/л): 87 (pH 5), 4000 (pH 6,8), 43000 (pH 7,7).

Быстро гидролизуется при pH 5 (DT_{50} = 5-10 дней) и очень медленно при pH 7 и 9.

В биологически активных почвах в аэробных условиях просульфурон достаточно быстро разлагается (DT_{50} = 5- 23 дня, DT_{90} = 30 - <100 дней (обычно 60 дней). В силу высокой скорости разрушения в почве гербицид не вымывается глубже, чем на 50 см.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс и мышей - 986 и 1247 мг/кг, соответственно; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов более 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс более 5000 мг/$м^3$ воздуха. Просульфурон не оказывает раздражающего действия на слизистые оболочки глаз и кожу кроликов и не обладает тератогенным и мутагенным эффектами.

Гербицид практически нетоксичен для птиц, рыб, пчел, диких животных, дождевых червей, дафний и водорослей.

Гигиенические нормативы для просульфурона в России не установлены.

Область применения препарата

Просульфурон - послевсходовый гербицид системного действия из класса сульфонилмочевин. Вещество достаточно хорошо поглощается листьями и передвигается в акропетальном и базипетальном направлениях в различные органы растения. Просульфурон в дозах от 12 до 40 г д.в. на 1 га эффективно уничтожает однолетние и многолетние двудольные сорные растения в посевах зерновых злаков, кукурузы и сорго, на пастбищах и в дернине. Проходит регистрационные испытания в России и странах СНГ под торговым названием Пик, ВДГ (750 г/кг) в качестве гербицида на зерновых колосовых культурах при норме расхода 15 - 45 г/га и однократной обработке за сезон в период от фазы кущения до начала выхода в трубку.

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПРОСУЛЬФУРОНА В ВОДЕ, ПОЧВЕ, ЗЕРНЕ И СОЛОМЕ ЗЕРНОВЫХ КОЛОСОВЫХ КУЛЬТУР, ЗЕЛЕНОЙ МАССЕ И ЗЕРНЕ КУКУРУЗЫ, СЕМЕНАХ ЛЬНА МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

2.1 Основные положения

2.1.1 Принцип метода

Метод основан на определении просульфурона с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с ультрафиолетовым детектором после извлечения препарата из воды хлористым метиленом, из почвы, семян льна и соломы водным ацетонитрилом, из зерна и зеленой массы смесью метанол-фосфатный буфер при ультразвуковой обработке, последующей очистки экстрактов путем перераспределения действующего вещества между несмешивающимися растворителями и на колонке с силикагелем.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2 Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в интенсивной технологии выращивания зерновых культур, кукурузы и льна.

2.1.3 Метрологическая характеристика метода

Таблица

Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20					
	Предел обнаружения, мг/дм^3 мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3 мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Относительное отклонение, %	Доверительный интервал среднего, %
Вода	0,001	0,001-0,01	91,9	3,1	1,4	±2,9
Почва	0,01	0,01 – 0,1	82,6	5,1	2,3	±4,7
Зерно	0,01	0,01-0,1	79,0	5,8	2,6	±5,4
Солома	0,05	0,05-0,5	82,0	4,1	1,9	±3,8
Зеленая масса	0,05	0,05-0,5	80,2	5,6	2,5	±5,2
Зерно кукурузы	0,01	0,01-0,1	78,1	5,3	2,4	±5,0
Семена льна	0,05	0,05-0,5	79,6	5,4	2,4	±5,0

2.2 Реактивы, растворы, материалы

Просульфурон с содержанием д.в. 99,5% (Сингента, Швейцария)

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79
Ацетонитрил, ч, ТУ 6-09-3534-82
Вода бидистиллированная, ГОСТ 7602-72
Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78
Калий углекислый, хч, ГОСТ 4221-76
Калий фосфорнокислый однозамещенный, чда, ГОСТ 4198-75
Кальция хлорид, хч., ГОСТ 4161-77
Кислота ортофосфорная, 85,6%, хч., ГОСТ 6552-80
Кислота серная, хч., ГОСТ 4204-77
Натрия гидроксид, хч., ГОСТ 4328-77
Натрия сульфат безводный, хч., ГОСТ 4166-76
Натрий фосфорнокислый двузамещенный, 2-х водный, чда, ГОСТ 11773-76
Натрия хлорид, хч, ГОСТ 4233-77
Спирт метиловый, хч., ГОСТ 6995-77
Фосфора пентоксид, ч, МРТУ 6-09-5759-69
Хлористый метилен, ГОСТ 12794-80
Элюент №1 для колоночной хроматографии: смесь гексан-ацетон (8:2, по объему)
Элюент №2 для колоночной хроматографии: смесь гексан-ацетон (7:3, по объему)
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил - метанол - 0,005 М ортофосфорная кислота (38 : 10 : 52, по объему)
Силикагель марки Л (40-100 мкм) для колоночной хроматографии (Хемапол, Чехия) 1 степени активности, или силикагель КСК (60-100 меш)
Стекловата
Хлопковая вата
Фильтры бумажные, синяя лента, ТУ 6-09-1678

2.3 Приборы, аппаратура, посуда

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Knauer (Германия) или аналогичный
Хроматографическая колонка стальная, длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, заполненная Диасфером 110-С18 или Диасорбом 130-С16 Т (ЗАО БиоХимМак СТ, РФ; 119899, Москва, Ленинские горы)
Шприц для ввода образцов в жидкостной хроматограф
Весы аналитические типа ВЛР-200, ГОСТ 19401-74
Водоструйный насос, ГОСТ 10696-75
Встряхиватель механический, ТУ 64-1-1081-73
Иономер ЭВ-74, ГОСТ 22261-76, или аналогичный
Мельница электрическая лабораторная, ТУ 46-22-236-79 или аналогичная
Ротационный испаритель тип ИР-1М, ТУ 25-11-917-76
Сито с диаметром отверстий 1 мм

Баня ультразвуковая, модель D 50, Branson Instr. Co., США или аналогичная

Воронка Бюхнера, ГОСТ 0147-73

Воронки делительные вместимостью 100, 250 мл, ГОСТ 25336-82

Воронки для фильтрования, стеклянные, ГОСТ 8613-75

Колба Бунзена, ГОСТ 5614-75

Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 100, 250 и 500 мл, ГОСТ 9737-70

Колбы конические с притертыми пробками вместимостью 250 мл, ГОСТ 25336-82

Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100 и 1000 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы грушевидные вместимостью 100, 250 и 500 мл, ГОСТ 25336-82

Пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл, ГОСТ 20292-74Е

Пробирки градуированные с притертыми пробками вместимостью 5 и 10 мл, ГОСТ 10515-75

Цилиндры мерные вместимостью 50, 100, 250 и 500 мл, ГОСТ 1770-74

2.4 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 г.).

Отобранные пробы зерна, семян и соломы подсушивают до стандартной влажности и хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре не выше 4°С не более трех месяцев. Пробы зеленой массы замораживают при температуре –18°С и хранят в морозильной камере не более трех месяцев. Пробы воды хранят при температуре не выше 4°С в течение 2 дней, при температуре -18°С в течение месяца.

Пробы почвы высушивают при комнатной температуре в отсутствии прямого солнечного света до воздушно-сухого состояния и хранят в темном сосуде не более трех месяцев.

Перед анализом зерно, семена и солому размалывают на мельнице, зеленую массу измельчают ножницами, сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

2.5 Подготовка к определению

2.5.1 Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Органические растворители перед началом работы очищают,сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан и хлористый метилен встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до тех пор, пока свежая порция кислоты не перестанет окрашиваться. Затем растворители последовательно промывают водой, 2%-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего сушат над гидроксидом натрия и перегоняют.

Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием.

Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 л ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г K_2CO_3).

Силикагель I степени активности встряхивают с двойным объемом ацетона и затем фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Силикагель на фильтре промывают 1,5 объемом ацетона и затем высушивают при температуре 130^{0}С в течение 2 часов.

2.5.2 Приготовление 2 М и 0,005 М растворов ортофосфорной кислоты

Для получения 2М раствора H_3PO_4 отмеряют 137 мл 85,6%-ной ортофосфорной кислоты, переносят в мерную колбу емкостью 1000 мл, добавляют 500-600 мл бидистиллированной воды, перемешивают и доводят объем водой до метки.

Для получения 0,005 М раствора H_3PO_4 отбирают 2,5 мл приготовленного 2 М раствора ортофосфорной кислоты, переносят в колбу на 1000 мл, добавляют бидистиллированную воду до метки и перемешивают.

2.5.3 Приготовление фосфатного буферного раствора № 1 (pH 7)

0,73 г Na_2HPO_4 x $2H_2O$ и 0,38 г KH_2PO_4 переносят в мерную колбу емкостью 250 мл, добавляют 150-200 мл бидистиллированной воды, перемешивают до полного растворения осадка, доводят водой до метки, контролируют pH полученного раствора с помощью иономера, доводя его значение до 7 с помощью 1 N раствора гидроксида натрия.

2.5.4 Приготовление фосфатного буферного раствора № 2 (pH 10)

1,42 г безводного Na_2HPO_4 и 40 г NaCl растворяют в химическом стакане в 400 мл воды и доводят pH раствора до 10 путем добавления по каплям 1 N раствора гидроксида натрия при перемешивании. Щелочность раствора контролируют с помощью иономера.

2.5.5 Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

При подготовке подвижной фазы для анализа просульфурона отмеряют 380 мл ацетонитрила и 100 мл метанола, переносят в колбу на 1000 мл, добавляют 520 мл 0,005 М ортофосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют, дегазируют.

2.5.6 Кондиционирование колонки

Промыть колонку для ВЭЖХ 20 мл смеси ацетонитрил-вода (1:1, по объему), а затем смесью ацетонитрил-метанол-0,005 М ортофосфорная кислота (38:10:52, по объему) (п.2.5.2) в течение 30 минут при скорости подачи растворителя 1 мл/мин. Включить детектор и подождать стабилизации базовой линии (5-15 минут).

2.5.7 Приготовление стандартных растворов

Основной стандартный раствор просульфурона с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в метаноле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранят в холодильнике при температуре -12^0С не более одного месяца.

Рабочие стандартные растворы с концентрациями 0,025;0,05; 0,125 и 0,25 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора просульфурона соответствующим последовательным разбавлением подвижной фазой для ВЭЖХ (п. 2.5.5) непосредственно в день проведения анализа. Раствор хранят в холодильнике не более суток.

При изучении полноты открывания просульфурона в модельных матрицах используются ацетоновые растворы вещества.

2.5.8 Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 20 мкл рабочего стандартного раствора просульфурона с концентрацией 0,025; 0,05; 0,125 и 0,25 мкг/мл. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений и находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации препарата в растворе в мкг/мл.

2.5.9 Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1,0 см вставляют тампон из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 5 г силикагеля в 30 мл гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и колонку последовательно промывают 20 мл элюента № 2 (гексан-ацетон, 7:3) и 20 мл элюента №1 (гексан-ацетон, 8:2) со скоростью 1-2 капли в секунду.

2.5.10 Проверка хроматографического поведения просульфурона на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора просульфурона с концентрацией 20 мкг/мл, отдувают растворитель потоком теплого воздуха, остаток растворяют в 5 мл элюента №1 и наносят на подготовленную колонку. Промывают колонку 20 мл элюента №1 и затем 50 мл элюента №2 со скоростью 1-2 капли в секунду. Отбирают фракции по 5 мл каждая, упаривают досуха, остаток растворяют в 5 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п.2.5.5) и анализируют на содержание просульфурона по п.2.7.

Фракции, содержащие просульфурон, объединяют и вновь анализируют по п.2.7. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

ПРИМЕЧАНИЕ: Профиль вымывания просульфурона с колонки может меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

2.6 Описание определения

2.6.1.1 Вода. К образцу предварительно отфильтрованной воды объемом 100 мл добавляют 1,18 г $Na_2HPO_4 \times 2H_2O$, перемешивают до растворения соли и pH раствора доводят до 10 с помощью 1 N раствора гидроксида натрия. Полученный раствор переносят в делительную воронку емкостью 250 мл, промывают смесью гексан-хлористый метилен (20:80, по объему) трижды (25+15+10 мл), которую отбрасывают. Водную фазу подкисляют 2М ортофосфорной кислотой до pH 3 (контролируя его значения на иономере), переносят в делительную воронку и просульфурон экстрагируют смесью гексан-хлористый метилен (65:35, по объему) трижды (30+2x15 мл). Объединенную органическую фазу пропускают через 1-см слой хлопковой ваты и упаривают на роторном испарителе досуха при температуре 30°С. Сухой остаток растворяют в 4 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п.2.5.5) и анализируют на содержание просульфурона по п.2.7.

2.6.1.2. Почва. Навеску (20 г) воздушно-сухой почвы помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 125 мл 90%-ного водного ацетонитрила и встряхивают в течение 30 минут на аппарате для встряхивания. Суспензию помещают в ультразвуковую баню на 3 минуты и затем фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Остаток почвы на фильтре промывают 75 мл 90%-ного ацетонитрила. Из объединенного фильтрата отбирают аликвоту раствора (около 45 мл), эквивалентную 5 г почвы. Дальнейшую очистку проводят по пп. 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.1.3 Зерно, семена, зеленая масса, солома. Навеску (10 г) размолотого зерна помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 125 мл смеси метанол-фосфатный буфер №1 pH 7,0 (80:20, по объему) и перемешивают в течение 30 минут на аппарате для встряхивания. Суспензию помещают в ультразвуковую баню на 3 минуты и затем фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Остаток на фильтре промывают 75 мл смеси метанол-фосфатный буфер № 1 (80:20, по объему). Из объединенного фильтрата отбирают аликвоту раствора (около 45 мл), эквивалентную 2,5 г зерна.

Навеску (10 г) размолотых семян льна помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 125 мл 90%-ного водного ацетонитрила и перемешивают в течение 30 минут на аппарате для встряхивания. Суспензию помещают в ультразвуковую баню на 1 минуту и затем фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Остаток на фильтре промывают 75 мл 90%-ного ацетонитрила. Из объединенного фильтрата отбирают аликвоту раствора (около 45 мл), эквивалентную 2,5 г семян.

Навеску (20 г) измельченной зеленой массы помещают в коническую колбу емкостью 500 мл, приливают 200 мл смеси метанол-фосфатный буфер №1 (80:20, по объему) и встряхивают в течение 1 часа на аппарате для встряхивания. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Остаток на фильтре промывают 75 мл смеси метанол-фосфатный буфер №1. Из объединенного фильтрата отбирают аликвоту раствора (около 25 мл), эквивалентную 2 г ткани.

Навеску (5 г) размолотой соломы помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 100 мл 90%-ного водного ацетонитрила и встряхивают в течение 1 часа на аппарате для встряхивания. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр в колбу емкостью 250 мл. Остаток на фильтре промывают 75 мл 90%-ного ацетонитрила. Из объединенного фильтрата отбирают аликвоту раствора (около 65 мл), эквивалентную 2 г соломы. Дальнейшую очистку экстрактов проводят по пп. 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.2 Очистка экстрактов

Отобранные аликвоты растительного (из п.2.6.1.3) и почвенного (из п.2.6.1.2) экстрактов упаривают до водного остатка (объем 10-15 мл) на роторном испарителе при температуре 40°С. К оставшемуся водному раствору добавляют 30 мл фосфатного буфера № 2 pH 10 (п.2.5.4), при необходимости доводят pH раствора до 10 с помощью 2 N раствора гидроксида натрия. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 100-150 мл, промывают трижды смесью гексан-хлористый метилен (20:80, по объему) порциями по 25 мл, которую отбрасывают. Водную фазу переносят в химический стакан и подкисляют 2 М ортофосфорной кислотой до pH 3. Переносят раствор вновь в делительную воронку и просульфурон трижды (30+2x15 мл) экстрагируют смесью гексан - хлористый метилен (65:35, по объему). Объединенную органическую фазу пропускают через 1-см слой хлопковой ваты и упаривают на роторном испарителе досуха при температуре 30°С.

2.6.3 Очистка на колонке с силикагелем

Остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п.2.6.2 экстрактов зерна, семян, зеленой массы, соломы и почвы, переносят 3 порциями (2+2+1 мл) элюента № 1 (гексан-ацетон, 8:2) в подготовленную хроматографическую колонку (п.2.5.9). Колонку промывают 25 мл элюента №1, которые отбрасывают. Вещество элюируют 30 мл элюента № 2 (гексан-ацетон, 7:3), отбрасывая первые 15 мл и собирая последующие 15 мл. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30°С. Сухой остаток экстрактов зерна и семян растворяют в 1 мл, почвы - в 2 мл, а зеленой массы и соломы в 4 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п.2.5.5) и анализируют на содержание просульфурона по п. 2.7.

ПРИМЕЧАНИЕ: При использовании новой партии сорбента или растворителей проводится проверка хроматографического поведения просульфурона на колонке с силикагелем.

2.7 Условия хроматографирования

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Knauer (Германия).

Хроматографическая колонка стальная, 4x150 мм, заполненная Диасфером 110-С18 (5 мкм)

Подвижная фаза: ацетонитрил - метанол - 0,005М ортофосфорная кислота (38:10:52, по объему).

Скорость потока элюента: 1 мл/мин

Температура колонки: комнатная.

Рабочая длина волны: 226 нм

Чувствительность: 0,005 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 20 мкл

Минимально определяемое количество просульфурона - 0,5 нг

Время выход просульфурона: около 14 мин.

Альтернативная неподвижная фаза: Диасорб 130-С16Т (5 мкм)

Подвижная фаза: ацетонитрил-метанол-0,005 М ортофосфорная кислота (35:10:55, по объему)

Время выхода просульфурона: около 12 мин.

Каждую анализируемую пробу вводят 3 раза и вычисляют среднюю высоту пика.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,25 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

2.8 Обработка результатов анализа

Содержание просульфурона рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \times A \times V}{H_0 \times m}$$, где

X - содержание просульфурона, мг/дм^3 или мг/кг;

H_1 - высота пика образца, мм;

H_0 - высота пика стандарта, мм;

A - концентрация стандартного раствора просульфурона , мкг/мл;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m - масса или объем анализируемой части образца, г или мл (для воды - 100 мл; для почвы, зерна и соломы соответственно – 5, 2,5 и 2 г).

3.ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, электронагревательными приборами.

4.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.

5. РАЗРАБОТЧИКИ

Назарова Т.А., науч. сотр., канд. биол. наук; Микитюк О.Д., ст. науч. сотр., канд. биол. наук; Макеев А.М., зав. лабораторией, канд. биол. наук.

ВНИИ фитопатологии, 143050, Московская обл., п/о Большие Вяземы, тел. 592-92-20

Подпись руки Назаровой Т.А., Микитюка О.Д., Макеева А.М. заверяю

Зав. канцелярией ВНИИФ

(Эльцберг Е.Р.)

gost.e-ecolog.ru