Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение пентахлорфенола в пищевых продуктах

Методические указания
МУК 4.1.2479—09

Издание официальное

Москва • 2009

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пентахлорфенола в пищевых продуктах: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—16 с.

1. Разработаны ГУ НИИ питания РАМН (академик РАМН В. А. Тутельян, С. А. Хотимченко, К. И. Эллер, В. В. Пименова, М. Г. Киселева, С. В. Волкович, Ю. В. Медведев).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 25 декабря 2008 г. № 3).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г. Онищенко 2 февраля 2009 г.

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор А. В. Терентьева

Подписано в печать 31.07.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз.

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

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

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

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
2 февраля 2009 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение пентахлорфенола в пищевых продуктах

Методические указания МУК 4.1.2479—09

Общие положения и область применения

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в пищевых продуктах массовых концентраций пентахлорфенола (ПХФ) в диапазоне 0,005—1,0 мг/кг.

Предназначены для органов и организаций Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, осуществляющих контроль качества и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов, находящиеся в обращении на территории Российской Федерации, в т.ч. импортируемых в Российскую Федерацию.

Методические указания могут быть использованы другими лабораторными центрами, осуществляющими контроль качества и безопасности пищевых продуктов и аккредитованными в установленном порядке.

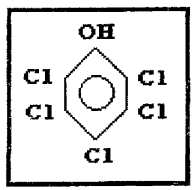
1. Краткая характеристика пентахлорфенола

Общепринятое название: пентахлорфенол (ПХФ).

Название по номенклатуре ИЮПАК: 2,3,4,5,6-пентахлорфенол.

Синонимы: пентахлорфенол, 1-гидроксипентахлорбензол, хлорофен, пенхлорол, пента.

Структурная формула:



C_6Cl_5OH
Мол.масса: 266,34

CAS номер: 87-86-5

Физические свойства: белый или слегка коричневатый порошок, с характерным фенольным запахом, температура плавления 190 °С, температура кипения 310 °С, плотность D 1,978 г/см^3, константа диссоциации pKa 4,7. Растворим в большинстве органических растворителях: ацетон (500 г/л), бензол (150 г/л), этанол (1 200 г/л), метанол (1 800 г/л); малорастворим в воде (2 г/л). Растворим в маслах.

Форма выпуска: порошок.

Область применения. ПХФ используют в качестве фунгицида, бактерицида, гербицида, инсектицида, а также как консервант древесины.

Токсичность. Высоко токсичное соединение: при оральном введении крысам LD_{50} составляет 27 мг/кг. При контакте с кожей появляются белые пятна; ингаляция вызывает сильную головную боль, усталость, утомляемость, потливость, жажду, обмороки, повышение температуры тела.

Гигиенические нормативы. Согласно европейским стандартам содержание ПХФ в воде не должно превышать 9,0 нг/л (WHO, 2001). Установленное U.S.EPA суточное потребление при оральном поступлении ПХФ, вызывающее минимальный риск для здоровья человека, составляет 0,005 мг/кг/сутки, а при хроническом его потреблении – 0,001 мг/кг/сутки.

Рекомендуемый гигиенический норматив для Российской Федерации: содержание пентахлорфенола в пищевых продуктах не допускается (на уровне предела обнаружения метода).

2. Методика определения ПХФ в продуктах питания методом газо-жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. *Принцип метода.* Методика основана на определении ПХФ в продуктах питания методом газо-жидкостной хроматографии (ГЖХ) с использованием электронзахватного детектора (ЭЗД) после экстракции ПХФ из подкисленной анализируемой пробы органическим растворите-

лем, переэкстракции ПХФ в водную фазу при подщелачивании, подкислении пробы и вновь экстракции ПХФ органическим растворителем. Количественное определение проводится методом внутреннего стандарта после метилирования диазометаном. В качестве внутреннего стандарта используется альдрин.

2.1.2. *Метрологические характеристики метода, установленные для разных концентраций ПХФ в пробе.*

Метрологические характеристики	Концентрация ПХФ в пробе	
	0,01—0,5 мг/кг	> 0,5 мг/кг
Границы относительной погрешности (показатель точности) ($\pm\delta$), %, P=0,95	± 18,18	± 13,09
Стандартное отклонение повторяемости (σ_r), мг/кг	0,005	0,139
Предел повторяемости (r), мг/кг	0,013	0,385
Предел обнаружения, мг/кг	0,001	
Полнота извлечения веществ, %	75,8	88,3

* - Метрологические характеристики рассчитаны для образцов с содержанием пентахлорфенола 0,02 мг/кг и 1,0 мг/кг.

2.2. Реактивы

н-Гексан, хч	ТУ 6-09-4521—84
Этиловый эфир	ГОСТ 84-2006—88
Трихлорметан, хч	ТУ 6-09-4263—76
Гидразин-гидрат, чда	ГОСТ 5832—65
Кали едкое, Lachema, Чехия	
Тетраборат натрия, декагидрат, ч	ГОСТ 8429—77
Натрий сульфат безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Кислота серная, хч концентрацией 17,91 моль/л	ГОСТ 4204—77
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Пентахлорфенол, «PolyScience Corporation», США	

ГСО 7296-96 альдрина, Государственный инженерный центр «РЕАКТИВ», стандартный образец в ацетоне концентрацией 0,1 мг/мл.

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Газовый хроматограф с детектором электронного захвата и инжектором с делением потока «split-splitless injector» для капиллярной колонки

Капиллярная колонка с жидкой фазой DB-5 или SE-54 или Rtx-5 или HP-5, длина колонки 30—50 м, внутренний диаметр колонки – 0,2—0,32 мм, толщина пленки жидкой фазы – 2—5 мкм	
Система ГЖХ-МС: масс-спектрометр Polaris-Q фирмы Finnigan (США)	
Интегратор или другой регистрирующий прибор	
Баллон с сжатым азотом квалификации осч.	
Микрошприцы МШ-10 и аналогичные (Hamilton, США)	
Аппарат для встряхивания проб типа АВУ-6С	ТУ 64-1-2451—78
Центрифуга ОПн-8УХЛ 4.2	ТУ5.375-4261—76
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ± 0,0001 г.	ГОСТ 24104
Ротационный испаритель ИР-1М или аналогичный	ТУ 25-11-917
Дистиллятор	
Блендер	
Воронка делительная на 100 $см^3$	ГОСТ 10054
Колбы мерные наливные 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 1-1000-2	ГОСТ 1770
Колбы плоскодонные с конусом 14/23 вместимостью 100 $см^3$;	ГОСТ 25336
Цилиндры вместимостью 100 $см^3$;	ГОСТ 1770
Пипетки 4-1-2 или 5-1-2, 4-2-10 или 5-2-10, 4-2-25 или 5-2-25	ГОСТ 29227
Вайл (емкость вместимостью 4—6 $см^3$ с герметично завинчивающейся крышкой)	
Фильтры обеззольные ФО-ФС-15 «синяя лента»	ТУ 2642-001-42624157—98
Фильтры капроновые марки 0,45 мкм RC	

Допускается использование приборов и посуды с метрологическими характеристиками и реактивов квалификацией не ниже указанных в МУК.

2.4. Отбор проб

Для учета специфики отбора проб отдельных видов продуктов следует руководствоваться действующей нормативно-технической документацией на конкретную продукцию.

Перед анализом пробу образца перемалывают на мясорубке или в кофемолке и тщательно перемешивают в блендере.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. *Приготовление стандартных растворов ПХФ.* Навеску 0,0025 ± 0,0001 г кристаллического ПХФ количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 150 см^3 гексана, доводят гексаном до метки и тщательно перемешивают. Получают основной стандартный раствор в гексане с массовой долей ПХФ 0,01 мг/см^3;

Для получения рабочих стандартных растворов последовательно разбавляют основной стандартный раствор гексаном. Для этого аликвоты 5,0, 2,0, 1,0 и 0,1 см^3 помещают в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и растворы доводят гексаном до метки; получают рабочие стандартные растворы с содержанием ПХФ 0,0005, 0,0002, 0,0001 и 0,00001 мг/см^3 соответственно.

Основной и рабочие стандартные растворы ПХФ хранят в стеклянной посуде (мерной колбе) с притертой пробкой в прохладном месте (при температуре около 0 °С). Сроки годности основного и рабочих стандартных растворов год.

2.5.2. *Получение диазометана.* Диазометан получают по следующей методике. В реакционную колбу прибора (рис. 1) помещают 6 г гидроксида калия, добавляют 3 см^3 метанола и 3 см^3 гидразин гидрата. В приемную колбу наливают 50 см^3 диэтилового эфира. При включенной через холодильник воде из воронки прикапывают со скоростью 1 капля за 1—2 с хлороформ. Окончание реакции получения диазометана определяют по появлению белых паров или бурой окраски реакционной смеси. Эфирный раствор диазометана интенсивно-желтого цвета хранят в герметично закрытой темной стеклянной посуде на холоду в течение 3—5 дней.

2.5.3. *Приготовление рабочих стандартных растворов метиловых эфиров ПХФ.* По 0,5 см^3 рабочих стандартных растворов ПХФ помещают в вайлы, растворитель упаривают досуха в токе азота, к остатку добавляют по 1,0 см^3 насыщенного раствора диазометана в эфире.

Реакционную смесь выдерживают при комнатной температуре в течение 15—20 мин, после обесцвечивания растворы досуха упаривают

в токе азота и остаток растворяют в 0,2 $см^3$ гексана. Полученный раствор используют для построения калибровочной кривой (рис. 2).

2.5.4.*Приготовление калибровочной смеси стандартных растворов метилового эфира ПХФ и альдрина (внутренний стандарт).* 1 $см^3$ ГСО альдрина помещают в мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$, доводят гексаном до метки и тщательно перемешивают. Получают стандартный раствор альдрина концентрацией 0,0001 мг/$см^3$.

В вайл помещают 0,5 $см^3$ рабочего стандартного раствора ПХФ концентрацией 0,0001 мг/$см^3$ (50 нг). Растворитель упаривают досуха в токе азота, к сухому остатку добавляют 1,0 $см^3$ насыщенного раствора диазометана в эфире. Реакционную смесь выдерживают при комнатной температуре в течение 15—20 мин, после обесцвечивания раствор досуха упаривают в токе азота, к сухому остатку добавляют 0,2 $см^3$ стандартного раствора альдрина (20 нг) и растворитель вновь упаривают в токе азота досуха. Полученный остаток растворяют в 0,2 $см^3$ гексана. Полученный раствор используют для калибровки хроматографа.

2.5.5. *Подготовка пробы пищевого продукта для анализа.*

2.5.5.1. *Приготовление 0,1М раствора тетрабората натрия.* Навеску 38,12 ± 0,01 г тетрабората натрия декагидрата помещают в мерную колбу вместимостью 1 000 $см^3$, до половины заполненную дистиллированной водой, перемешивают до полного растворения соли, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Получают раствор буры концентрацией 0,1М.

2.5.5.2. *Приготовление 3,0 М раствора серной кислоты.* Мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ до половины заполняют дистиллированной водой. Добавляют 16,75 $см^3$ концентрированной серной кислоты, раствор взбалтывают, доводят до комнатной температуры и водой доводят до метки, тщательно перемешивают. Получают раствор серной кислоты концентрацией 3,0М.

2.5.5.3. *Подготовка образца.* Навеску 1,0 г ± 0,01 измельченного и перемешанного в блендере образца пищевого продукта помещают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ дистиллированной воды, 10 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 10 $см^3$ смеси гексан–изопропанол (4 : 1). Смесь встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 30 мин, переносят в центрифужные пробирки, центрифугируют 15 мин при 2 000 об/мин и отделяют органический супернатант. Экстракцию повторяют дважды с 10 $см^3$ смеси гексан–изопропанол (4 : 1) при встряхивании и центрифугировании. Гексановые экстракты объединяют.

Объединенный гексановый экстракт помещают в делительную воронку вместимостью 100 м^3, добавляют 10 м^3 0,1М раствора тетрабората натрия (бура) и смесь встряхивают. Отделяют водную фазу и экстракцию повторяют еще дважды по 10 м^3 раствора буры. Объединенный водный экстракт при необходимости центрифугируют и количественно переносят в делительную воронку вместимостью 100 м^3, подкисляют 3 м^3 3М раствора серной кислоты и ПХФ экстрагируют гексаном 3 раза по 10 м^3. Гексановый экстракт объединяют, сушат над безводным сульфатом натрия, порциями фильтруют через бумажный складчатый фильтр «синяя лента» или, при необходимости, фильтруют через нейлоновый фильтр в вайл и растворитель упаривают досуха в токе азота.

2.5.5.4. *Получение метилового производного ПХФ из экстракта пищевого продукта.* К полученному сухому остатку добавляют по 1,0 м^3 насыщенного раствора диазометана в эфире.

Реакционную смесь выдерживают при комнатной температуре в течение 15—20 мин, после обесцвечивания раствор досуха упаривают в токе азота. К сухому остатку добавляют 0,2 см^3 стандартного раствора альдрина концентрацией 0,0001 мг/см^3 (20 нг, внутренний стандарт), растворитель вновь упаривают досуха в токе азота и остаток растворяют в 0,2 см^3 гексана.

2.6. Описание определения

2.6.1. *Условия ГЖХ анализа.* Хроматографическую колонку кондиционируют до минимального дрейфа базовой линии.

Условия ГЖХ: кварцевая капиллярная колонка 50 м, внутренний диаметр 0,32 мм, жидкая фаза полиметилфенилсилоксан (5 % фенила) DB-5 или SE-54 или Rtx-5 или HP-5:

температура колонки 250 °С;

температура испарителя 280 °С;

температура детектора 300 °С;

время выхода растворителя 2,5—3 мин (для колонки 50 м).

2.6.2. *Анализ пробы.* Анализ проводят в условиях ГЖХ, описанных в п. 2.6.1.

В инжектор газового хроматографа с помощью микрошприца вместимостью 10 мкл последовательно вводят две аликвоты (около 0,0005—0,001 см^3) калибровочной смеси метилового эфира ПХФ и альдрина. При использовании метода внутреннего стандарта нет необходимости вводить в хроматограф точные количества проб. В каждом случае регистрируют время выхода растворителя гексана и времена вы-

хода метил-ПХФ и альдрина. Определяют относительное приведенное время удерживания (наиболее воспроизводимая величина для идентификации) и площади пиков стандарта и внутреннего стандарта ($S_{СТ.}$ и $S_{ВН.СТ}$). Относительные приведенные времена удерживания определяют по следующей формуле:

$$t' = \frac{t_{СТ} - t_0}{t_{ВН.СТ} - t_0}, \text{ где}$$

t' – относительное приведенное время удерживания, мин,

t_0 – время удерживания растворителя, мин,

$t_{СТ.}$ – время удерживания метил-ПХФ, мин,

$t_{ВН.СТ.}$ – время удерживания альдрина, мин.

Площадь пиков определяют по показанию интегратора.

Затем в газовый хроматограф вводят 0,0005—0,001 см^3 раствора, полученного по п. 2.5.5.4. При наличии пика, соответствующего относительному приведенному времени удерживания метил-ПХФ, определяют его площадь ($S_{ОБР}$). Относительное приведенное время удерживания метил-ПХФ в зависимости от условий хроматографии может меняться в пределах 0,48—0,51.

Абсолютные времена удерживания ПХФ в приведенных условиях – 11,2 ± 0,2 мин для метилового эфира ПХФ и 20,7 ± 0,5 – для альдрина (внутренний стандарт) (рис. 3).

2.6.3. *Подтверждение результатов определения с помощью метода ГЖХ-МС.* Анализ ГЖХ-МС проводили на приборе Polaris-Q фирмы Finnigan (США) при следующих условиях: ГЖХ – капиллярная колонка длиной 30 м × 0,25 мм с неподвижной фазой DB-5 при программировании температуры: начальная температура 60 °С, 1 мин – 250 °С, 25 °С/мин, 1 мин – 280 °С, 5 °С/мин.; газ-носитель гелий – 1 мл/мин. Температура инжектора 280 °С, интерфейса ГЖХ-МС – 250 °С. Условия МС: «ионная ловушка», сканирование в режиме полного ионного тока от 39 m/z до 550 m/z. Температура ионной коробочки 250 °С. В результате исследования на хроматограмме получен пик с молекулярным ионом M^+ = 280 (70 %) и фрагментами с m/z 265 (100 %), 237 (82 %) с соответствующими изотопными хлорсодержащими пиками.

Таким образом, масс-спектр исследуемого соединения как по библиотечному поиску, так и по правилам фрагментации соответствует метильному производному ПХФ, масс-спектр которого приведен на рис. 4.

2.7. Обработка результатов измерения

2.7.1. *Калибровка хроматографа и построение градуировочной кривой.* Хроматографируют по 0,001 $см^3$ каждого рабочего раствора метилового эфира ПХФ (п. 2.5.3). Хроматографирование проводят трижды и строят график зависимости средних площадей пиков от концентрации ПХФ в $мг/см^3$ (приложение 1).

2.7.2. *Оформление результатов.* Расчет содержания ПХФ в анализируемой смеси проводят по формуле:

$$M = \frac{K \times m_{ВН.СТ} \times S}{S_{ВН.СТ}}, \text{ где} \qquad (1)$$

M – масса анализируемого вещества (ПХФ), мкг,

$m_{ВН.СТ}$ – масса введенного внутреннего стандарта (альдрин), мкг, (0,02 мкг),

S – площадь пика анализируемого вещества (ПХФ),

$S_{ВН.СТ.}$ – площадь пика внутреннего стандарта (альдрин),

K – поправочный коэффициент вещества (метил-ПХФ) по внутреннему стандарту (альдрин), (формула 2).

Поправочный коэффициент определяют в соответствии с параметрами калибровочной смеси по следующей формуле:

$$K = \frac{m \times S_{ВН.СТ.}}{m_{ВН.СТ} \times S}, \text{ где} \qquad (2)$$

m – масса ПХФ, нг, (50 нг),

$m_{ВН.СТ}$ – масса альдрина, нг, (20 нг),

$S_{ВН.СТ.}$ – площадь альдрина,

S – площадь метил-ПХФ.

Пересчет количества ПХФ на кг исследуемого продукта проводят следующим образом

$$M_1 = \frac{M}{m}, \text{ где}$$

M_1 – содержание ПХФ, мг/кг,

M – масса анализируемого вещества (ПХФ), мкг, (формула 1),

m – масса анализируемой пробы, г, (1 г).

3. Оперативный контроль результатов измерений

3.1. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

Для устранения инструментальных ошибок при газовой хроматографии (постоянство температуры колонки, скорости и деления потока газа и др.) применяют метод внутреннего стандарта, в качестве которого используют вещество с близкими физико-химическими и хроматографическими характеристиками (альдрин). При анализе в каждую пробу добавляют точно известное количество альдрина. Хроматографирование проводят дважды, сравнивают отношение площади пика исследуемого вещества к площади пика внутреннего стандарта и результат считают удовлетворительным, если эта величина не превышает 5 %.

Допустимое расхождение между параллельными измерениями (R) определяют на основании предела повторяемости (r) (табл. 1):

$$R = 0{,}01(r,\%) \times \overline{X}\text{ ,мг/кг}$$

Если расхождение между параллельными определениями не превышает допустимого:

$$\left|C_{(ПХФ)1} - C_{(ПХФ)2}\right| \le R$$

то среднее арифметическое принимают за результат анализа.

При превышении норматива R следует повторить измерения, используя новую пробу.

3.2. Контроль качества результатов измерений

Периодичность контроля погрешности измерений зависит от количества рабочих измерений за контролируемый период и определяется планами контроля.

Образцами контроля являются рабочие пробы продовольственного сырья, пищевых продуктов и БАД. Отбирают пробу и разделяют ее на 2 равные части. Одну из них оставляют без изменений, а к другой добавляют раствор стандарта ПХФ, такое количество, чтобы его массовая доля в пробе по сравнению с исходным значением увеличилась на 50—100 %. Добавка должна вводиться в пробу перед началом пробоподготовки.

Обе пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результаты анализа исходной пробы ($C_{(ПХФ)}$) и пробы с добавкой ($C'_{(ПХФ)}$). Определение проводят в одинаковых условиях,

а именно: анализ проводит один аналитик, с использованием одного набора мерной посуды, реактивов, растворов и т.д.

Алгоритм проведения оперативного контроля погрешности с использованием метода добавок состоит в сравнении результата контрольного определения, равного разности между результатом контрольного измерения пробы с добавкой ($C'_{(ПХФ)}$), пробы без добавки ($C_{(ПХФ)}$) и величиной добавки ($C_{доб(ПХФ)}$) с нормативом оперативного контроля (K). Решение об удовлетворительной погрешности принимается при выполнении следующего условия (при $P = 0,95$):

$$\left|C'_{(ПХФ)} - C_{(ПХФ)} - C_{доб(ПХФ)}\right| \le K$$

Норматив оперативного контроля погрешности рассчитывают по формуле ($P = 0,90$):

$$K = 0,84 \times \left(\Delta^2 C'_{(ПХФ)} + \Delta^2 C_{(ПХФ)}\right)^{\frac{1}{2}}$$

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют с использованием другой пробы.

4. Требования техники безопасности

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

5. Требования к квалификации операторов

Работу по указанной методике могут исполнять высококвалифицированные специалисты в области газожидкостной хроматографии и санитарной химии. Исполнители должны быть проинструктированы об основных мерах техники безопасности при работе с веществами 1—2 класса опасности, органическими растворителями, а также с основными правилами безопасности при работе в химической лаборатории (п. 3).

6. Условия измерений

Помещение лаборатории должно соответствовать санитарным правилам проектирования, оборудования, эксплуатации и содержания производственных и лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ с веществами 1—2 класса опасности, органическими рас-

творителями. Аналитическая лаборатория должна быть оснащена вентиляционной системой согласно ГОСТ 12.4.021.

Температура окружающего воздуха должна быть от 15 до 25 °С. Относительная влажность воздуха не более 80 % при 25 °С. Атмосферное давление 730—760 мм рт. ст. Напряжение электропитания 210—220 В. Частота переменного тока 45—50 Гц.

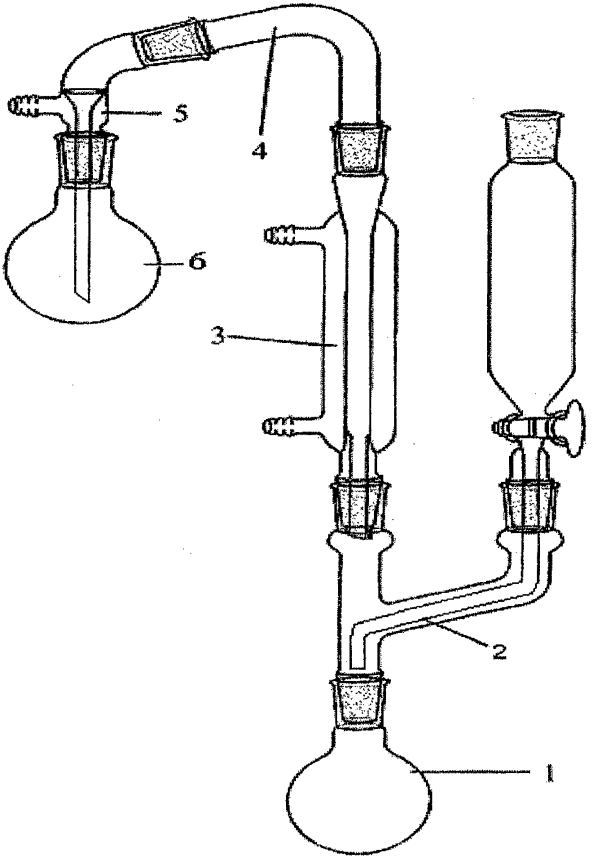


Рис. 1. Прибор для получения диазометана:
1 – реакционный сосуд, 2 – переходник с капельницей, 3 – холодильник, 4 –переходник, 5 – насадка с отводом, 6 – приемная колба

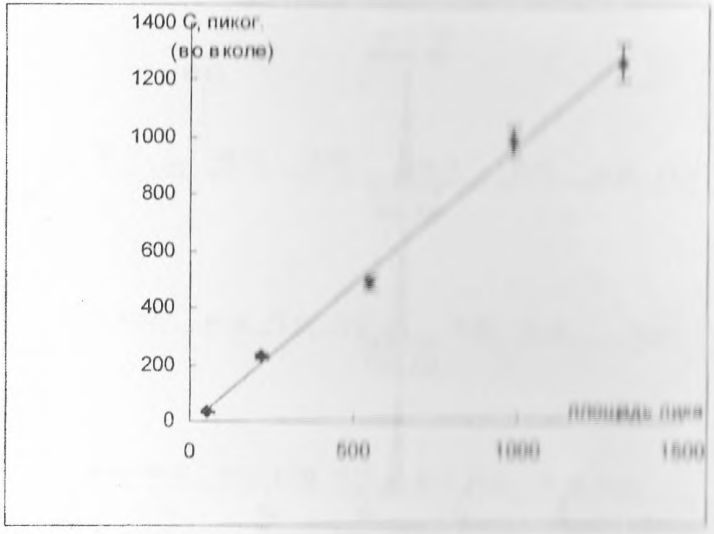


Рис. 2. Пример градуировочной зависимости для определения пентахлорфенола

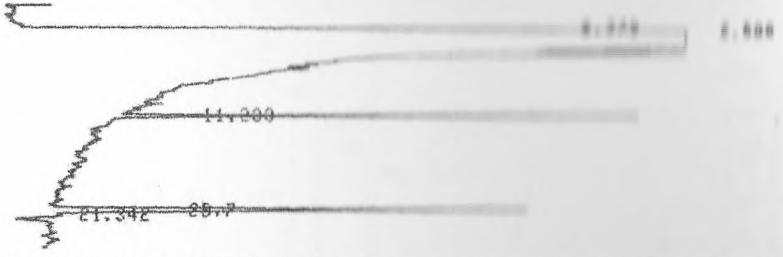
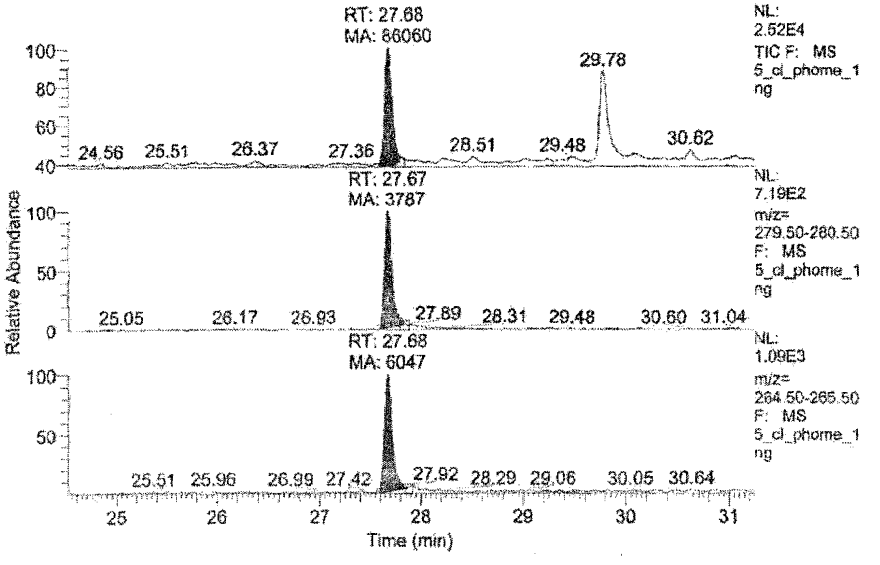


Рис.3. Пример хроматограммы калибровочной смеси: пентахлорфенол (время удерживания 11,2, мин.); альдрин (время удерживания 20,7мин.)



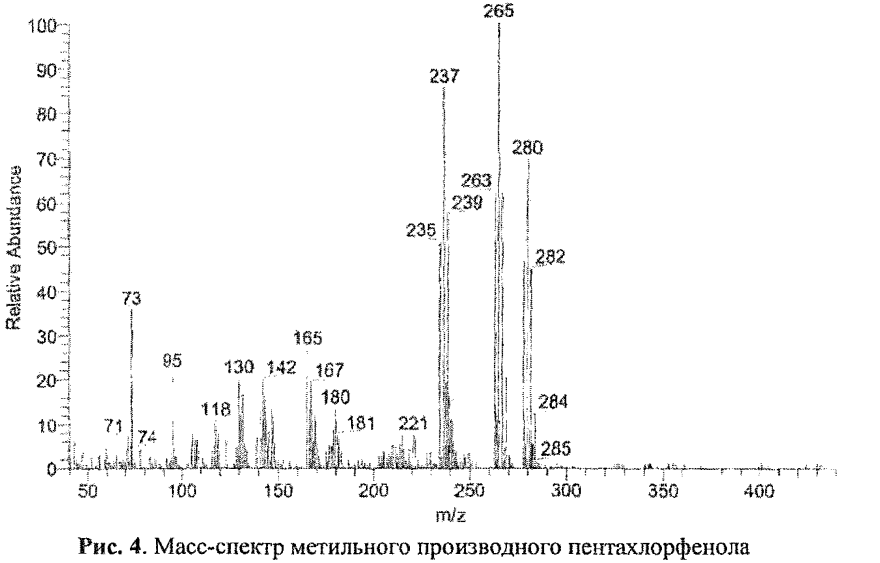


Рис. 4. Масс-спектр метильного производного пентахлорфенола

gost.e-ecolog.ru