УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав потребителей и
благополучия человека
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации,

Г.Г. Онищенко

МУК 4.1.2014-05
«17» октября 2005 г.

Дата введения: с момента утверждения

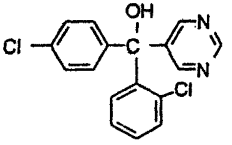
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению остаточных количеств Фенаримола в воде, почве, ягодах винограда и виноградном соке методом газожидкостной хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в воде, почве, ягодах винограда и виноградном соке массовых концентраций фенаримола в диапазонах 0,00002 – 0,0002 мг/дм^3 (вода): 0,02 – 0,2 мг/кг (почва, виноград, виноградный сок).

Фенаримол - действующее вещество препарата РУБИГАН, КЭ (120 г/л). фирма производитель «Кромптон» (Англия).

(±)-2,4'-дихлор-α-(пиримидин)бензгидриловый спирт (IUPAC)



$C_{17}H_{12}Cl_2N_2O$
Мол. масса 331.2

Кристаллическое вещество беловатого цвета со слабым ароматическим запахом. Плотность 1,4 (при 25^{0}C). Температура плавления кипения 117 - 119^{0}C. Давление паров при 25^{0}C: 0,065 мПа. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей, за исключением гексана. Растворимость в ацетоне – 151; метаноле – 98: ксилоле – 33,3 г/дм^3 (при 20^{0}C); в воде – 13,7 мг/дм^3 (при 20^{0}C).

gost.e-ecolog.ru

Фенаримол быстро разрушается в водных растворах на свету: DT_{50} - 12 часов. Гидролитически стабилен при нагревании до 52^0C (pH 3-9).

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 2500 мг/кг; для кроликов – 4500 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов > 2000 мг/кг.

Область применения препарата

Фенаримол – фунгицид класса пиримидина, рекомендуемый для борьбы с паршой и мучнистой росой на яблоне, груше, ягодниках; для обработки виноградной лозы от оидиума.

Гигиенические нормативы: ПДК в воде водоемов – 0,00002 мг/дм^3; ПДК в почве – 0,04 мг/кг; МДУ в винограде – 0,1 мг/кг.

1. Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20				
	Предел обнаружения, мг/кг(дм^3)	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (дм^3)	Среднее значение определения %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Вода	0,00002	0,00002 – 0,0002	94,72	3,77	5.2
Почва	0,02	0,02 – 0,2	90,73	5,78	8.0
Ягоды винограда	0,02	0,02 – 0,2	89,91	4,91	6.8
Виноградный сок	0,02	0,02 – 0,2	86,97	5,77	8.0

Таблица 2

Полнота извлечения фенаримола из воды, почвы, ягод винограда и виноградного сока (5 повторностей для каждой концентрации)

Среда	Внесено фенаримола мг/кг, мг/дм^3	Обнаружено фенаримола мг/кг, мг/дм^3	Полнота извлечения, %
Вода	0,00002	$0{,}18712*10^{-4} \pm 0{,}02503*10^{-4}$	93,56
	0,00004	$0{,}39065*10^{-4} \pm 0{,}03151*10^{-4}$	97,66
	0,0001	$0{,}92712*10^{-4} \pm 0{,}10652*10^{-4}$	92,71
	0,0002	$1{,}90026*10^{-4} \pm 0{,}14451*10^{-4}$	95,01
Почва	0,02	0,016976 ± 0,001718	84,88
	0,04	0,038498 ± 0,003359	96,25
	0,1	0,093357 ± 0,014871	93,36
	0,2	0,17688 ± 0,021720	88,44
Виноград (ягоды)	0,02	0,016835 ± 0,002543	84,17
	0,04	0,037355 ± 0,002934	93,39
	0,1	0,091938 ± 0,012240	91,94
	0,2	0,180302 ± 0,013376	90,15
Виноградный сок	0,02	0,016275 ± 0,001721	81,38
	0,04	0,037291 ± 0,003404	93,23
	0,1	0,088990 ± 0,010185	88,99
	0,2	0,170168 ± 0,016654	85,08

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с детектором электронного захвата ионов (ДЭЗ) после экстракции из анализируемой пробы воды хлористым метиленом, почвы – смесью ацетон-вода, ягод винограда и виноградного сока – ацетонитрилом, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами (почва, растительный материал) и на колонке с оксидом алюминия.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме пробы: 0,02 нг.

В предлагаемых условиях определения метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в технологии выращивания винограда.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф «Кристалл-2000М», снабженный детектором электронного захвата ионов с пределом детектирования по линдану $5x10^{-14}$ г/с, предназначенный для работы с капиллярной колонкой.	Номер Госреестра 14516-95
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 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Микрошприц МШ-1	ГОСТ 20292
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 0,1; 0,2; 1,0; 2,0; 5,0 и 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 200 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Фенаримол с содержанием действующего вещества 99,0% (фирма «Кромптон»)	
Алюминий оксид, активированный, нейтральный, для колоночной хроматографии, 50-200 мкм («Акрос Органикс», Бельгия)	
Ацетон, чда	ГОСТ 2603
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ-6-09-4326-76
Вода бидистиллированная, деионизованная или	

перегнанная над $KMnO_4$	
н-Гексан, хч	ТУ-6-09-3375
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995
Метилен хлористый (дихлорметан), хч	ГОСТ 12794
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
Этиловый эфир уксусной кислоты, ч	ГОСТ 22300

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

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Азот газообразный из баллона, о.с.ч.	
Аквадистиллятор	ГОСТ 22340
Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851-78
Баня водяная	
Баня ультразвуковая фирмы Донау (Швейцария)	
Бумажные фильтры "красная лента", обеззоленные	ТУ 6-09-2678-77
Воронки делительные вместимостью 250, 500 и 1500 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60-70 мм	ГОСТ 25336
Гомогенизатор	
Груша резиновая	
Колбы плоскодонные вместимостью 100, 150 и 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колонка капиллярная НР-50, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщина пленки сорбента 0,25 мкм	
Насос водоструйный	ГОСТ 10696
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 50	
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	ТУ 25-11-917-74

Стаканы химические, вместимостью 100 и 400 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Термометр контактный	ГОСТ 9871
Установка для перегонки растворителей	
Холодильник водяной обратный ХШ-1-300-29-14	ГОСТ 25336-82
Шкаф сушильный	ТУ 64-1-1411-76Е

Допускается применение хроматографических колонок и другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. 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

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда - по ГОСТ 12.0.004.

5. Требования к квалификации операторов

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

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха $(20\pm5)^0$С и относительной влажности не более 80%.
- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление градуировочных растворов, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с оксидом алюминия для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонке.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетона

Ацетон перегоняют над небольшими количеством $KMnO_4$ и прокаленным карбонатом калия.

7.1.2. Очистка ацетонитрила

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

7.1.3. Очистка этилацетата

Этилацетат промывают последовательно 5%-ным водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 50.

7.1.4. Очистка н-гексана и хлористого метилена

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты, до тех пор, пока она не перестанет окрашиваться в желтый цвет, водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.2. Приготовление смеси растворителей для экстракции

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 800 $см^3$ ацетона и 200 $см^3$ дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

7.3. Приготовление 5%-ного раствора хлористого натрия

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ помещают 25 г хлористого натрия, растворяют в 300-350 $см^3$ дистиллированной воды; доводя водой до метки, тщательно перемешивают.

7.4. Приготовление градуировочных растворов и раствора внесения

7.4.1. Исходный раствор фенаримола (концентрация 100 мкг/см^3) В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,01 г фенаримола, растворяют в 50-70 см^3 ацетона, доводят ацетоном до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

Растворы № 1-5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора.

7.4.2. Раствор № 1 фенаримола (концентрация 10 мкг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10,0 см^3 исходного раствора с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.4.1.), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают.

Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения фенаримола из исследуемых образцов

7.3.3. Рабочие растворы №№ 2-5 фенаримола для градуировки (концентрация 0.02 - 0.2 мкг/см^3).

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 0.2, 0.4, 1.0 и 2.0 см^3 раствора № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3 (п. 7.4.2.), доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2 - 5 с концентрацией фенаримола 0.02, 0.04, 0.1 и 0.2 мкг/см^3, соответственно.

Растворы хранятся в холодильнике не более 2-х недель.

7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации фенаримола в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки №№ 2 – 5.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора №№ 2-5 и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.5. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

7.6. Подготовка колонки с оксидом алюминия для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 8-10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при

открытом кране) суспензию 5 г оксида алюминия в 15-20 см^3 смеси гексан-этилацетат (1:1, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1,5 см. После этого колонка готова к работе.

7.7. Проверка хроматографического поведения фенаримола на колонке с оксидом алюминия

В круглодонную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 2 см^3 раствора № 5 для градуировки с концентрацией фенаримола 0,2 мкг/см^3 (п. 7.4.3.), растворитель упаривают досуха. Остаток растворяют в 2 см^3 этиацетата (помещая колбу в ультразвуковую баню на 30 сек), добавляют 2 см^3 гексана, перемешивают (вновь помещая колбу в ультразвуковую баню на 30 сек) и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.6. Колбу обмывают трижды порциями смеси гексан-этилацетат (1:1) по 3 см^3, которые также наносят на колонку. Промывают колонку последовательно порциями по 30 см^3 вначале смесью состава гексан-этилацетат (1:1, по объему), затем этой же смесью в соотношении 2:8 (по объему) и этилацетатом. элюат отбрасывают.

Затем колонку промывают 100 см^3 смеси этилацетат-метанол (9:1, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек. Фракционно (по 10 см^3) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 см^3 ацетона, анализируют по п. 9.5.

Фракции, содержащие фенаримол, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый объем элюента.

ПРИМЕЧАНИЕ: Проверку хроматографического поведения фенаримола следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии сорбентов и растворителей.

8. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТами Р 51592-2000, 1743.01-83, 26950-89, 25896-83, 26318-84 и 28472-90.

Отобранные пробы воды анализируют в день отбора или хранят при 4^{0}С в течение 30-ти дней.

Отобранные пробы ягод винограда и виноградного сока хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более 10-ти дней. Для длительного хранения образцы замораживают и хранят при температуре –18^{0}С.

Для длительного хранения пробы почвы подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение 3-х месяцев.

Перед анализом образцы ягод винограда измельчают, воду фильтруют через неплотный бумажный фильтр, сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

9. Выполнение определения

9.1. Вода

Образец анализируемой воды объемом 1000 $см^3$ помещают в делительную воронку вместимостью 1500 $см^3$, вносят 20 г хлористого натрия, перемешивают до полного растворения соли, добавляют 100 $см^3$ хлористого метилена, интенсивно встряхивают делительную воронку в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний органический слой переносят в круглодонную колбу вместимостью 500 $см^3$, фильтруя его через 2-х см слой безводного сульфата натрия, помещенный в конусную химическую воронку диаметром 60 мм, снабженную бумажным фильтром «красная лента». Операцию экстракции водной фазы повторяют еще дважды порциями хлористого метилена по 70 $см^3$. Отстоявшийся слой хлористого метилена (нижняя фаза) фильтруют в колбу с ранее полученным экстрактом.

Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40^0С, подвергают очистке в соответствии с п. 9.2.3.

9.2. Почва

9.2.1. Экстракция

Образец суховоздушной почвы массой 20 г помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$, вносят 100 $см^3$ смеси ацетон-вода (8:2, по объему), подсоединяют обратный холодильник и помещают на 30 мин на водяную баню, нагретую до 80^0С. После охлаждения раствор переносят в мерный цилиндр вместимостью 250 $см^3$, фильтруя его через складчатый фильтр «красная лента» Осадок промывают дважды смесью ацетон-вода (8:2, по объему), порциями по 30 $см^3$. Промывки также фильтруют в мерный цилиндр, объединяя с экстрактом. Содержимое цилиндра перемешивают, измеряют его объем; 1/10 часть раствора (соответствующую 2 г анализируемого образца) переносят в круглодонную колбу, упаривают до водного остатка (~ 4 $см^3$) и подвергают очистке по п. 9.2.2.

9.2.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Водный остаток, полученный по п. 9.2.1., переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Колбу ополаскивают 50 см^3 5%-ного раствора хлористого натрия, который также переносят в делительную воронку. Вносят в делительную воронку 20 см^3 хлористого метилена, интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний органический слой отделяют, фильтруют через слой безводного сульфата натрия, помещенный на бумажном фильтре в конусной воронке, в круглодонную колбу вместимостью 150 см^3. Операцию экстракции повторяют еще дважды, используя по 20 см^3 хлористого метилена. Объединенную органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, упаривают досуха и подвергают дополнительной очистке на колонке по п. 9.2.3.

9.2.3. Очистка экстракта на колонке с оксидом алюминия

Остаток в круглодонной колбе, полученный после упаривания (п. 9.2.2.) растворяют в 2 см^3 этилацетата (помещая колбу в ультразвуковую баню на 30 сек), добавляют 2 см^3 гексана, перемешивают (вновь помещая колбу в ультразвуковую баню на 30 сек) и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.6. Колбу обмывают трижды порциями смеси гексан-этилацетат (1:1) по 3 см^3, которые также наносят на колонку. Промывают колонку последовательно порциями по 30 см^3 вначале смесью состава гексан-этилацетат (1:1, по объему), затем этой же смесью в соотношении 2:8 (по объему) и этилацетатом, элюат отбрасывают.

Фенаримол элюируют с колонки 60 см^3 смеси этилацетат-метанол (9:1, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек, собирая элюат в круглодонную колбу. Раствор упаривают досуха при температуре не выше 35^{0}С, остаток в колбе растворяют в 2 см^3 ацетона при исследовании почвы, винограда и виноградного сока и 1 см^3 ацетона – при исследовании воды, анализируют содержание фенаримола по п. 9.5.

9.3 Виноград

9.3.1. Экстракция

Образец измельченных ягод винограда массой 20 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, вносят 75 см^3 ацетонитрила, гомогенизируют в течение 3-х минут, затем помещают на встряхиватель на 30 мин. Экстракт фильтруют через складчатый бумажный фильтр в мерный цилиндр вместимостью 100 см^3 с

пришлифованной пробкой. Осадок на фильтре промывают 25 см^3 ацетонитрила, промывку также фильтруют в мерный цилиндр, объединяя с экстрактом. Содержимое цилиндра перемешивают, измеряют его объем; 1/2 часть раствора (соответствующую 10 г анализируемого образца) переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3 и подвергают очистке по п. 9.3.2.

9.3.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К экстракту в делительной воронке добавляют 30 см^3 гексана, интенсивно встряхивают ее в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний ацетонитрильный слой отделяют, перенося в мерный цилиндр вместимостью 100 см^3 с пришлифованной пробкой. К оставшемуся в делительной воронке верхнему гексановому слою добавляют 20 см^3 ацетонитрила, интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. Нижний ацетонитрильный слой объединяют с первым экстрактом в мерном цилиндре. Гексановый слой отбрасывают. Содержимое цилиндра перемешивают, измеряют его объем; 1/5 его часть (соответствующую 2 г анализируемого образца) переносят в новую делительную воронку вместимостью 250 см^3; добавляют в нее 50 см^3 5%-ного раствора хлористого натрия, перемешивают. Вносят в делительную воронку 30 см^3 хлористого метилена, интенсивно ее встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний органический слой отделяют, фильтруют через слой безводного сульфата натрия, помещенный на бумажном фильтре в конусной воронке, в круглодонную колбу вместимостью 150 см^3. Операцию экстракции повторяют еще дважды, используя по 20 см^3 хлористого метилена. Объединенную органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, упаривают досуха и подвергают дополнительной очистке на колонке по п. 9.2.3.

9.4. Виноградный сок

9.4.1. Экстракция

К образцу сока массой 20 г в конической колбе вместимостью 250 см^3 добавляют 75 см^3 ацетонитрила, помещают в холодильник (4^{0}С) на 1 час. Затем раствор переносят в мерный цилиндр вместимостью 100 см^3, измеряют объем верхней органической фазы, ½ ее часть с помощью пипетки переносят в делительную воронку, добавляют 50 см^3 5%-ного раствора хлористого натрия, перемешивают. Вносят в делительную воронку 30 см^3 хлористого метилена, интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний органический слой отделяют, фильтруют через

слой безводного сульфата натрия, помещенный на бумажном фильтре в конусной воронке, в мерный цилиндр вместимостью 100 см^3. Операцию экстракции повторяют еще дважды, используя по 20 см^3 хлористого метилена. Органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, объединяют в мерном цилиндре, перемешивают, измеряют объем раствора, 1/5 его часть (соответствующую 2 г сока) упаривают досуха и подвергают дополнительной очистке на колонке по п. 9.2.3.

9.5. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

Газовый хроматограф «Кристалл-2000М», снабженный детектором электронного захвата ионов

Колонка капиллярная HP-50, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщина пленки сорбента 0,25 мкм

Температура детектора: 320^{0}С

испарителя: 300^{0}С

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 250^{0}С, нагрев колонки со скоростью 14 градусов в минуту до температуры 300^{0}С. выдержка - 10 минут.

Скорость газа 1 (азот): 40 см/сек, давление 191,53 кПа, поток 2,2171 см^3/мин.

Газ 2: деление потока 1 : 3,608; сброс 8 см^3/мин

Хроматографируемый объем: 1 мм^3

Ориентировочное время выхода фенаримола: 5 мин. 30 сек

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор фенаримола с концентрацией 0,2 мкг/см^3, разбавляют ацетоном.

Содержание фенаримола в пробе сопоставительно оценивают по площади (высоте) хроматографического пика градуировочного раствора аналитического стандарта (введенного в испаритель непосредственно после хроматографирования исследуемого образца).

10. Обработка результатов анализа

Содержание фенаримола в пробе (X, мг/кг, дм^3) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \times S_{пр.} \times W \times V_{ст.}}{S_{ст.} \times V_{пр.} \times P}, \text{ где}$$

A - концентрация фенаримола в градуировочном растворе, мкг/см^3;

$S_{пр.}$ – площадь (высота) пика исследуемой пробы, mV*сек, (mV);

$S_{ст.}$ – площадь (высота) пика аналитического стандарта, mV*сек, (mV);

$V_{пр.}$ – объем раствора пробы, введенного в испаритель хроматографа, мм^3;

$V_{ст.}$ – объем градуировочного раствора, введенного в испаритель хроматографа, мм^3;

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

P - масса (объем) анализируемого образца, г (см^3);

11. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ ИСО 5725–1-6. 2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

12. Разработчики.

Юдина Т.В., Федорова Н.Е., Рогачева С.К. - Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана (ФНЦГ им. Ф.Ф.Эрисмана)

gost.e-ecolog.ru