Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2062—4.1.2074—06

Издание официальное

Москва, 2009

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О37

О37 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009 — 147с.

1. Сборник подготовлен Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); при участии специалистов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

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

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 9,25

Тираж 100 экз.

Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

Содержание

1. Методические указания по определению остаточных количеств пиридабена в воде, почве и яблоках методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2062-06.....4
2. Методические указания по определению остаточных количеств триасульфурона в зерне хлебных злаков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2063-06.....15
3. Методические указания по определению остаточных количеств хизалофоп-п-этила в зерне гороха, семенах и масле подсолнечника по основному метаболиту хизалофоп-п кислоте методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2064-06.....22
4. Методические указания по определению остаточных количеств Калиевой соли сульфометурон-метила по сульфометурон-метилу в воде и почве методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2065-06.....33
5. Методические указания по определению остаточных количеств тебуконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2067-06.....45
6. Методические указания по определению остаточных количеств клетодима и его основных метаболитов клетодим сульфона и клетодим сульфоксида в масле сои методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2066-06.....52
7. Методические указания по определению остаточных количеств Пендиметалина в зерне зерновых колосовых культур, риса, кукурузы, растительных маслах, зеленой массе кукурузы, рисовой соломке методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2068-06.....63
8. Методические указания по определению остаточных количеств дитианона в винограде, виноградном соке, персиках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2069-06.....77
9. Методические указания по определению остаточных количеств Диквата в клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2070-06.....88
10. Методические указания по определению остаточных количеств Трифорина в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2071-06.....99
11. Методические указания по определению остаточных количеств бифентрина в воде, огурцах, томатах и бифентрина и малатиона в зерне пшеницы и риса методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2072-06.....109
12. Методические указания по измерению концентраций дикамбы в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2073-06...125
13. Методические указания по измерению концентраций Бромадиолона в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2074-06.....136

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

Г.Г. Онищенко

МУК 4.1.2573-06

«5» мая 2006 г.

Дата введения: с 1 июня 2006 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

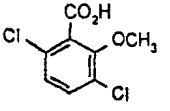
по измерению концентраций дикамбы в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в атмосферном воздухе массовой концентрации дикамбы в диапазоне 0,008– 0,08 мг/м^3.

Дикамба - действующее вещество препарата ДИКАМБА, ВР (480 г/л),

фирма ООО «Алсико Агропром», Россия

3,6-дихлор-2-метоксибензойная кислота



$C_8H_6Cl_2O_3$

Мол. масса 221.0

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха. Температура плавления: 114-116^{0}С. Разрушается при нагревании более 200^{0}С. Давление паров: 1.67 мПа (25^{0}С). Плотность 1,488 (25^{0}С). Коэффициент распределения октанол/вода: K_{ow}logP = -0,55 (pH); -1,88 (pH 6,8); -1,9 (pH 8,9). Растворимость в воде - 6,1 г/дм^3 (25^{0}С). Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, 25^{0}С): этанол – 922, циклогексанон - 916, ацетон – 810, дихлорметан – 260, диоксан – 1180, толуол – 130, ксилол - 78. Соли щелочных металлов и диметиламинная соль хорошо растворимы в воде. При нормальных условиях вещество стабильно к окислению и гидролизу, устойчиво в кислой и щелочной средах. Константа кислотности pKa – 1,97.

Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль и пары

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 1707 мг/кг, для мышей – 11300 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов - > 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK_{50}) для крыс – >9,6 мг/дм^3 воздуха (4 часа).

Область применения препарата

Дикамба - гербицид, применяемый для борьбы с многолетними корнеотпрысковыми сорными растениями типа горчака розового в период вегетации на землях несельскохозяйственного использования; на сенокосных угодьях против черемицы, лютиков, борщевика, щавеля, калужницы и др. Используется также для борьбы с устойчивыми к 2,4-Д и 2М-4Х сорными растениями в пшенице, ржи, ячмене, овсе как добавка к этим гербицидам в фазу кущения культуры.

В составе препарата ДИКАМБА, ВР (480 г/л) действующее вещество содержится в виде диметиламинной соли. Препарат рекомендуется к применению в качестве гербицида против однолетних и многолетних сорняков на зерновых культурах (пшеница, рожь, ячмень) с нормой расхода 0,08-0,1 л/га; просе, кукурузе – 0,4-0,8 л/га; сенокосных травах – 1.6-2,0 л/га (при обработке вегетирующих сорняков весной) и 2,6-3,1 л/га (при опрыскивании сорняков осенью); на землях несельскохозяйственного использования с нормой расхода 1,6-3,1 л/га. Препарат применяется самостоятельно, а также как компонент бинарной заводской упаковки к гербициду Алмазис, ВДГ (600 г/кг), д.в. метсульфурон-метил.

ПДК дикамбы в атмосферном воздухе населенных мест - 0,01 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

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

2. Метод измерения

Измерения концентраций дикамбы выполняют методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с детектором электронного захвата ионов (ДЭЗ) после дериватизации кислоты в метиловый эфир.

Концентрирование дикамбы из воздуха осуществляют на последовательно соединенные бумажный фильтр «синяя лента» и фильтр из пенополиуретана,

экстракцию вещества с фильтров проводят смесью этанол-вода. Метод включает определение дикамбы, присутствующей в воздухе в виде свободной кислоты и ее солей.

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

Определению не мешают компоненты препаративной формы, а также гербициды, используемые одновременного с дикамбой, в частности 2,4-Д, хлорсульфурон, метсульфурон-метил.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф «Кристалл-2000М», снабженный детектором электронного захвата ионов (ДЭЗ) с пределом детектирования по линдану 1.4 x 10^{-14} г/с.	ТУ 9443-001-12908609-95 Номер Госреестра 14516-95
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Меры массы	ГОСТ 7328
Микрошприц типа МШ-1М, вместимостью 1 мм^3	ТУ 2.833.105
Пробоотборное устройство ОП-442ТЦ (ЗАО "ОПТЭК", г. Санкт-Петербург) или аспирационное устройство ЭА-1	ТУ 25-11-1414-78
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797-75
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1^{0}С, пределы измерения 0 - 55^{0}С	ТУ 215-73Е
Колбы мерные вместимостью 50 и 100 см^3	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2.0; 5.0; 10 см^3	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные на шлифе вместимостью 5-10 см^3	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные вместимостью 25 , 50 и 100 см^3	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Дикамба, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 98.3% (ВНИИХСЗР, Блок-1)	ГСО 7652-99
Азот особой чистоты, из баллона	ГОСТ 9293
Ацетон, осч	ГОСТ 2306
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
н-Гексан, хч	ТУ-6-09-3375
Калия гидроксид, хч	ГОСТ 4328
Кислота серная концентрированная, хч	ГОСТ 4204
Лед	
Метиламин гидрохлорид, ч	ТУ 6-09-3755-74
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995
Мочевина, чда	ГОСТ 6691
Натрий азотистокислый, хч	ГОСТ 4197
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
Стекловата	
Спирт этиловый ректификованный	ГОСТ Р 51652-2000 или ГОСТ 18300
Эфир диэтиловый (для наркоза)	Фармакопея СССР

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

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851-78
Баня водяная	
Бумажные фильтры "синяя лента", обеззоленные	ТУ 6-09-2678-77
Вакуумный эксикатор	ГОСТ 9737
Вата хлопковая	
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147-80 Е
Воронка делительная вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 9737
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Груша резиновая	
Индикаторная бумага универсальная	
Колба Бунзена	ГОСТ 56145

Колбы плоскодонные вместимостью 100 и 400 – 500 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 50, 100 и 1000 $см^3$	ГОСТ 9737
Мешалка магнитная ММ-5	ТУ 25-11.834-80
Насос водоструйный	ГОСТ 10696
Пенополиуртан пористый ППУ	ТУ 2254-153-04691277-95
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	ТУ 25-11-917-74
Стаканы химические, вместимостью 100, 400 и 2000 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Установка для перегонки растворителей	
Холодильник водяной обратный	ГОСТ 9737
Часовые стекла	
Шкаф сушильный	ТУ 64-1-1411-76

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 по 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 на 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±5)^{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: получение N-нитрозо-N-метилмочевины (при необходимости), раствора диазометана, приготовление градуировочных растворов, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление 40%-ного раствора гидроксида калия

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 20 г гидроксида натрия, растворяют в 25-30 см^3 дистиллированной воды, доводят водой до метки.

7.2. Получение N-нитрозо-N-метилмочевины

В отсутствии коммерческого препарата нитрозометилмочевины осуществляют его синтез.

Все работы необходимо проводить в вытяжном шкафу!

В круглодонную колбу на шлифе вместимостью 1 дм^3, снабженную обратным холодильником, помещают 80 г метиламина гидрохлорида и 300 г мочевины, растворяют содержимое в 400 см^3 воды и кипятят 3 ч с обратным холодильником на водяной бане. Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры и добавляют в него 110 г нитрита натрия, охлаждают в бане со льдом, содержащим NaCl, до 0^{0}С и медленно при перемешивании вливают в смесь 600 г льда и 60 см^3 концентрированной серной кислоты, помещенную в стакан вместимостью 2 дм^3, охлаждаемый снаружи смесью льда с поваренной солью. Выпавшие кристаллы нитрозометилмочевины немедленно отфильтровывают на воронке Бюхнера, хорошо отсасывают под вакуумом и промывают на фильтре ледяной водой.

Внимание! Нитрозометилмочевину хранят в темной склянке в холодильнике, так как под действием света и тепла она может взорваться.

7.3. Получение раствора диазометана

Диазометан взрывоопасен и очень ядовит. Все работы необходимо проводить в вытяжном шкафу.

В коническую колбу на 100 см^3 вносят 20 см^3 40%-ного раствора КОН и 50 см^3 диэтилового эфира, колбу помещают в баню со льдом и охлаждают до температуры 2-5^{0}С. В охлажденную смесь порциями при перемешивании на магнитной мешалке или путем встряхивания вносят 5 г нитрозометилмочевины. Реакционную смесь выдерживают на холоду 10 минут. Затем эфирный слой сливают в чистую коническую колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 10-15 гранул КОН и колбу оставляют в бане со льдом на 2,5-3 часа для осушения раствора.

Раствор диазометана в эфире годен к употреблению при хранении в холодильнике в течение 1-2 суток. При хранении сосуды с диазометаном нельзя плотно закрывать!

7.4. Приготовление 10% раствора серной кислоты

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 50-60 см^3 бидистиллированной воды, вносят 10.4 см^3 концентрированной серной кислоты, доводят водой до метки, перемешивают.

7.5. Приготовление градуировочных растворов

7.5.1. Исходный раствор дикамбы (концентрация 100 мкг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,0100 г дикамбы, доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике при 4-6^{0}С в течение 6-ти месяцев.

7.5.2. Исходный раствор метилового эфира дикамбы для градуировки (концентрация дикамбы 2 мкг/см^3). В круглодонную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 1 см^3 исходного раствора дикамбы с концентрацией 100 мкг/см^3, вносят 2 см^3 раствора диазометана, выдерживают 30 мин при комнатной температуре. Отдувают растворитель потоком теплого воздуха (помещая колбу на слабо подогретую водяную баню) досуха. Остаток растворяют в смеси гексан-ацетон (3:1, по объему) порциями по 10-15 см^3, перенося в мерную колбу вместимостью 50 см^3, доводят этой же смесью до метки, перемешивают. Раствор хранится в холодильнике не более месяца.

Растворы № 1--4 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора.

7.5.3. Рабочие растворы № 1 – 4 метилового эфира дикамбы для градуировки (концентрация дикамбы 0.02 – 0.2 мкг/см^3).

вместимостью 100 см^3 помещают по 1,0; 2,5; 5,0 и 10 см^3 градуировочного раствора №1 с концентрацией дикамбы 2 мкг/см^3 (п. 7.5.2.), доводят до метки смесью гексан-ацетон (3:1, по объему), тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 1 - 4 с концентрацией дикамбы 0,02; 0,05; 0,1 и 0,2 мкг/см^3, соответственно.

Растворы хранятся в холодильнике в течение 10-ти дней.

7.6. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ*сек) от концентрации дикамбы в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки №№ 1-4.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют по п.7.6.1. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений. Устанавливают площадь пика действующего вещества.

Градуировочный график проверяют ежедневно по анализу 2-х градуировочных растворов различной концентрации. Если значения площадей отличаются более, чем на 15% от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные рабочие растворы для градуировки.

7.6.1. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

Хроматограф газовый «Кристалл-2000М» с детектором электронного захвата ионов.

Колонка капиллярная DB-5, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм, толщина пленки сорбента 0,25 мкм

Температура детектора: 320^{0}С

испарителя: 230^{0}С

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура - 150^{0}С, нагрев колонки со скоростью 10 град./мин до температуры 220^{0}С, выдержка 6 мин, далее со скоростью 10 град./мин до температуры 240^{0}С.

Скорость газа 1 (азот): 60 см^3/мин, давление 45 кПа.

Скорость газа 3 (азот): 39,1 см/сек, давление 145 кПа, поток 1,5 см^3/мин, деление потока 1 : 5,4; сброс 8 см^3/мин

Хроматографируемый объем: 1 мм^3

Ориентировочное время удерживания метилового эфира дикамбы: 4,2 мин

Линейный диапазон детектирования: 0,02 – 0,2 нг

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор дикамбы с концентрацией 0,2 мкг/см^3, разбавляют смесью гексан-ацентон (3:1, по объему).

7.7. Приготовление фильтров для отбора проб воздуха

Из пенополиуретана вырезают фильтр толщиной 2 –2,5 мм, диаметром 48-50 мм, соответствующий внутреннему диаметру фильтродержателя. Диаметр фильтра «синяя лента» также должен соответствовать внутреннему диаметру фильтродержателя.

Фильтры из пенополиуретана и бумаги последовательно по три раза промывают на воронке Бюхнера сначала этанолом, затем смесью гексан-ацетон (1:1, по объему) порциями по 25-30 см^3, сушат с помощью разряжения, создаваемого водоструйным насосом, затем на воздухе при комнатной температуре. До использования фильтры хранят в герметично закрытой стеклянной таре.

7.8.Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 17.2.4.02-81 ОПА «Общие требования к методам определения загрязняющих веществ в воздухе населенных мест».

Воздух с объемным расходом 4-5 дм^3/мин аспирируют через последовательно соединенные бумажный фильтр «синяя лента» и фильтр из пенополиуретана, помещенные в фильтродержатель.

Для измерения концентрации дикамбы на уровне 0,8 ПДК атмосферного воздуха необходимо отобрать 12,5 дм^3 воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильной камере при +4^{0}С - 30 дней.

8. Выполнение измерений

Экспонированные фильтры («синяя лента» + пенополиуретан) переносят в химический стакан вместимостью 400 см^3, заливают 30 см^3 смеси этанол-вода (9:1, по объему), стакан закрывают пластинкой из фторопласта и помещают на встряхиватель на 15 минут. Растворитель сливают в грушевидную колбу вместимостью 150 см^3, фильтры еще дважды обрабатывают новыми порциями по 20 см^3 смеси этанол-вода (9:1, по объему), выдерживая на встряхивателе по 5 минут.

Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 45^{0}С до влажного остатка (2-3 см^3) досуха. Остаток растворяют в 30 см^3 дистиллированной воды, внося ее порциями по 20 и 10 см^3, тщательно перемешивают, затем переносят в делительную воронку вместимостью 100

см^3. Подкисляют 10%-ной серной кислотой (~ 0.5 см^3) до pH 1-2, контролируя его значение с помощью универсальной индикаторной бумаги. Вносят в воронку 15 см^3 дихлорметана, интенсивно встряхивают 2 мин, после полного разделения фаз нижний слой переносят в колбу для упаривания вместимостью 100 см^3, фильтруя через слой безводного сульфата натрия, помещенный на бумажном фильтре в конусную химическую воронку. Операцию экстракции повторяют еще дважды, порциями дихлорметана по 15 см^3. Объединенный экстракт, пропущенный через сульфат натрия, упаривают на ротационном вакуумном испарителе упаривают при температуре бани не выше 45^{0}С досуха. Для полного удаления влаги в колбу вносят 3-4 см^3 ацетонитрила, вновь упаривают. К сухому остатку прибавляют 1 см^3 раствора диазометана, выдерживают 30 мин при комнатной температуре. Отдувают растворитель (помещая колбу на слабо подогретую водяную баню) досуха. Остаток растворяют в 5 см^3 смеси гексан-ацетон (3:1, по объему) и анализируют в условиях хроматографирования по п. 7.6.1.

Пробу вводят в инжектор хроматографа не менее двух раз. Устанавливают площадь пика, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию дикамбы в хроматографируемом растворе.

Перед анализом опытной пробы проводят хроматографирование холостой (контрольной) пробы - экстракта неэкспонированных фильтров.

9. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию дикамбы в пробе атмосферного воздуха X, мг/м^3, рассчитывают по формуле:

$$X = C * W/V_0, \text{ где}$$

C - концентрация дикамбы в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику в соответствии с величиной площади хроматографического пика, мкг/см^3;

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

V_0 - объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к нормальным условиям (давление 760 мм рт.ст., температура 0^0 С)

$$V_0 = 0.357 * P * ut/(273+T).$$

где T - температура воздуха при отборе пробы (на входе в аспиратор), град.С.

P - атмосферное давление при отборе пробы, мм рт.ст.

u - расход воздуха при отборе пробы, $дм^3$/мин,

t - длительность отбора пробы, мин.

Примечание: Идентификация и расчет концентрации дикамбы в пробах могут быть проведены с помощью программ обработки хроматографических данных с применением компьютера, включенного в аналитическую систему.

10. Оформление результатов измерений

За результат анализа ($\overline{X}$) принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 ($\overline{X} = (X_1 + X_2)/2$), расхождение между которыми не превышает значений норматива оперативного контроля сходимости (d):

$|X_1 - X_2| \leq d$.

$$d = d_{отн.} * \overline{X}/100, мг/м^3,$$

где d -норматив оперативного контроля сходимости, $мг/м^3$;

$d_{отн.}$ - норматив оперативного контроля сходимости, % (равен 15%).

Результат количественного анализа представляют в виде:

• результат анализа $\overline{X}$ ($мг/м^3$), характеристика погрешности δ, % (равна 25%), P = 0,95 или $\overline{X} \pm \Delta$ $мг/м^3$, P = 0,95, где Δ - абсолютная погрешность

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \overline{X}}{100}, мг/м^3$$

Результат измерений должен иметь тот же десятичный разряд, что и погрешность.

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. (ФГУН «Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана Роспотребнадзора»).

gost.e-ecolog.ru