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 4.1.1941—4.1.1954—05

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.—140 с.

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. 8.75

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

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

Г.Г. Онищенко

МУК 4.1. 1945-05

«18» апреля 2005 г

Дата введения: 18.04.05

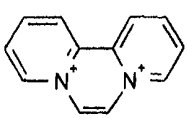
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ДИКВАТА В МОРКОВИ, ЛУКЕ, СЕМЕНАХ И МАСЛЕ СОИ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в моркови, луке, семенах и масле сои массовой концентрации диквата в диапазонах 0,025 - 0,05 мг/кг (морковь, лук) и 0,05 – 1,0 мг/кг (семена и масло сои).

Дикват - действующее вещество препарата Регион Супер, ВР (150 г/л),

фирма производитель Сингента АГРО АГ, Швейцария

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

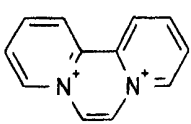


$C_{12}H_{12}N_2$

Мол масса 184.2

1,1'-этилен-2,2'-дипиридилий используется в виде дибромида

1,1 – этилен-2,2 – дипиридилий дибромид (ИЮПАК)



$C_{12}H_{12}N_2Br_2$

Мол масса 344.1

Химически чистый дикват дибромид представляет гигроскопическое белое кристаллическое вещество с температурой разложения 400°С. Давление паров менее 0,01 мПа (моногидрат). Коэффициент распределения н-октанол/вода K_{ow} log P = - 4,60

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

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

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

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – 408, для мышей – 234 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс >800 мг/кг. Вызывает раздражение кожи и глаз у кроликов. Мало токсичен для птиц, рыб, пчел, дождевых червей и водорослей.

Гигиенические нормативы для дикват дибромида: ОДК в почве – 0,2 мг/кг; ПДК в воде водоемов – 0,02 мг/дм^3; МДУ в горохе – 0,05 мг/кг, в семенах подсолнечника – 0,5 мг/кг и в подсолнечном масле – 0,1 мг/кг.

Область применения препарата

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

1. Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 24				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего, %
Морковь	0,025	0,025 – 0,5	91,39	4,03	±1,9
Лук-репка	0,025	0,025 – 0,5	93,18	2,30	±1,1
Соя семена	0,05	0,05 – 1,0	75,74	4,20	±2,0
Соя масло	0,05	0,05 – 1,0	93,66	2,51	±1,2

Таблица 2

Полнота извлечения диквата из проб моркови, лука, семян и масла сои (6 повторностей для каждой концентрации)

Среда	Внесено диквата мг/кг	Обнаружено диквата мг/кг	Полнота извлечения, %
1	2	3	4
Морковь (корнеплоды)	0,025	0,023454 ± 0,001380	93,82
	0,05	0,043237 ± 0,004528	86,47
	0,125	0,116577 ± 0,011004	93,26
	0,5	0,459995 ± 0,028919	92,00
Лук (репка)	0,025	0,023948 ± 0,001886	95,79
	0,05	0,046528 ± 0,002190	93,06
	0,125	0,114121 ± 0,007456	91,30
	0,5	0,462960 ± 0,043758	92,59
Соя семена	0,05	0,040198 ± 0,002956	80,40
	0,1	0,076123 ± 0,006570	76,12
	0,25	0,187795 ± 0,021087	75,12
	1,0	0,714632 ± 0,074638	71,46
Соя масло	0,05	0,047369 ± 0,002648	94,74
	0,1	0,092082 ± 0,004963	92,08
	0,25	0,231753 ± 0,020159	92,70
	1,0	0,951320 ± 0,045784	95,13

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью ион-парной высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором после экстракции из анализируемых проб серной кислотой при кипячении, очистки экстрактов на колонке с катионитом, а также на патроне для твердофазной экстракции C18 Sep Pak.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостной хроматограф с флуориметрическим детектором с переменной длиной волны (фирмы Perkin-Elmer, США)	Номер Госреестра 15945-97
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности +/- 0,038 г	ГОСТ 7328
Колбы мерные вместимостью 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой вместимостью 5 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 10, 25, 50, 100, 200, 500 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Дикват дибромид (моногидрат) с содержанием д.в. 99,7% (50.9% катионов) (Зенека, Великобритания)	
Аммония хлорид, хч	ГОСТ 3773
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-4326-76
Ацетон, чда	ГОСТ 2603
Вода дистиллированная или деионизованная	ГОСТ 6702
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375
Диэтиламин для хроматографии, в ампулах	ТУ 6-09-4356-77
Катионообменная смола Дауэкс 50 (50-100 меш), Na-форма (фирмы «Серва», Германия) или Дауэкс 50 WX8 (100-200	

Кислота серная концентрированная, хч	ГОСТ 4204
Кислота соляная (хлороводородная), хч	ГОСТ 3118
Кислота орто-фосфорная, хч	
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995
Натрия гидроксид (едкий натр), хч	ГОСТ 4236
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
1-октансульфонат натрия	
Этилендиамин-N,N,N',N'-тетрауксусная кислота, динатриевая соль (Трилон Б)	ГОСТ 10652

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

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Бумажные фильтры «красная лента», обеззоленные или фильтры из хроматографической бумаги Ватман 3ММ	ТУ 6-09-2678-77
Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147
Воронка делительная вместимостью 250 и 1000 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Гомогенизатор	
Груша резиновая	
Дефлегматор елочный	ГОСТ 9773
Индикаторная бумага универсальная	
Колбонагреватель электрический или электрическая плитка	ТУ 92-275-76
Колбы плоскодонные вместимостью 100, 250, 400 – 500 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 500 и 2000 $см^3$	ГОСТ 9737
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см, внутренним диаметром 10 мм	
Мельница электрическая	
Мембранные фильтры капроновые, диаметром 47 мм	
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	

Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696
Стаканы химические, вместимостью 100, 500 и 2000 см^3	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянные палочки	
Патроны для твердофазной экстракции С18 Sep Pak (Waters, США)	
Установка для перегонки растворителей	
Холодильник водяной обратный	ГОСТ 9737
Хроматографическая колонка стальная, длиной 25 см, внутренним диаметром 4,0 мм, содержащая Zorbax ODS, зернением 5 мкм	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50 – 100 мм^3	
Шприц медицинский с разъемом Льюера	ГОСТ 22090

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

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

4.2. При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

5. Требования к квалификации операторов

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

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 жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка ацетонитрила (при необходимости), приготовление растворов, подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с катионитом и патронов для очистки экстрактов.

7.1. 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.

7.2. Приготовление 0,3 М раствора гидроксида натрия

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

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

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 25 г хлорида аммония, растворяют в 600-700 $см^3$ дистиллированной воды, доводят водой до метки, перемешивают.

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

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 50 г двунатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты, растворяют в 600-700 $см^3$ дистиллированной воды, доводят водой до метки, перемешивают.

7.5. Приготовление 2 н соляной кислоты

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 500 $см^3$ дистиллированной воды, вносят 167 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят водой до метки, перемешивают.

7.6. Подготовка колонки с катионитом

Навеску катионита Дауэкс 50 в натриевой форме* массой 3,5 г (при исследовании моркови и лука), 10 г (при исследовании семян и масла сои) помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, заливают 40 – 25 $см^3$ воды. Через 30 мин суспензию переносят в хроматографическую колонку длиной 25 см, внутренним диаметром 10 мм, нижняя часть которой уплотнена тампоном из стекловаты. Дают растворителю

течь до верхнего края сорбента, затем колонку последовательно промывают 20 см^3 насыщенного раствора хлорида натрия и 50 см^3 дистиллированной воды со скоростью 3 - 5 см^3/мин, после чего она готова к работе.

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

Образец катионита Дауэкс 50 в H^+-форме помещают в химический стакан, заливают 5-кратным (по объёму) количеством дистиллированной воды и оставляют для набухания на 24 часа. После этого воду декантируют, катионит обрабатывают 2 н. водным раствором гидроксида натрия при перемешивании в течение 2 часов. Затем раствор декантируют и смолу многократно промывают водой до нейтральной реакции. Отмытый катионит переносят на воронку Бюхнера, отфильтровывают и подсушивают до сыпучего состояния.

7.7. Подготовка патрона C18 Sep Pak для очистки экстрактов

Концентрирующий патрон промывают с помощью медицинского шприца 2 см^3 метанола со скоростью прохождения растворителя через патрон 10 – 20 см^3/мин (время пропускания растворителя через патрон составляет около 10 сек). Патрон подготавливают непосредственно перед использованием для очистки экстракта.

7.8. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 405 см^3 деионизованной воды, 95 см^3 ацетонитрила, перемешивают, фильтруют через мембранный фильтр. В раствор вносят 5 см^3 орто-фосфорной кислоты, 5 см^3 диэтиламина, 0,5 г октансульфоната натрия, перемешивают и помещают на ультразвуковую баню на 2 мин.

7.9. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.8) при скорости подачи растворителя 1 см^3/мин не менее 2-х часов до установления стабильной базовой линии.

7.10. Приготовление градуировочных растворов

7.10.1 Исходный раствор диквата для градуировки (концентрация катиона диквата 1 мг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,1965 г диквата дибромида моногидрата (молекулярная масса 362,1, содержание катиона 50,9%),

растворяют в 40 - 50 $см^3$ насыщенного водного раствора хлорида аммония, доводят насыщенным раствором хлорида аммония до метки, тщательно перемешивают.

7.10.2. Раствор диквата № 1 для градуировки (концентрация 100 мкг/$см^3$).

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 10 $см^3$ исходного раствора диквата с концентрацией 1 мг/$см^3$ (п. 7.10.1.), разбавляют насыщенным раствором хлористого аммония до метки.

Этот раствор используют для приготовления проб моркови, лука, семян сои с внесением при оценке полноты извлечения диквата из исследуемых образцов. Для внесения в образцы масла сои используют раствор с концентрацией 100 мкг/$см^3$, приготовленный в смеси 2,5%-ный раствор хлорида аммония – ацетон - гексан (1:4:5, по объему).

7.10.3. Раствор диквата № 2 для градуировки (концентрация 10 мкг/$см^3$).

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 10 $см^3$ раствора № 1 с концентрацией 100 мкг/$см^3$ (п. 7.10.2.), разбавляют насыщенным раствором хлористого аммония до метки.

Растворы хранят при комнатной температуре в темноте в течение 12-ти месяцев.

7.10.4. Рабочие растворы № 3 –7 диквата для градуировки (концентрация 0.05 - 1.0 мкг/$см^3$)

В 5 мерных колб вместимостью 100 $см^3$ помещают по 0.5, 1.0, 2.5, 5.0 и 10.0 $см^3$ градуировочного раствора № 2 с концентрацией 10 мкг/$см^3$ (п. 7.10.3.), доводят до метки насыщенным раствором хлорида аммония, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 3 - 7 с концентрацией диквата 0.05, 0.1, 0.25, 0.5 и 1.0 мкг/$см^3$, соответственно.

Растворы хранят при комнатной температуре в темноте.

7.11. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (мВ х сек) от концентрации диквата в растворе (мкг/$см^3$), устанавливают методом абсолютной калибровки по 5-ти растворам для градуировки.

В инжектор хроматографа вводят по 20 $мм^3$ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

8. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТами 11121-82 и 26313-84

Отобранные пробы моркови и лука хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более 10-ти дней. Для длительного хранения образцы замораживают и хранят при температуре -18^0С.

Пробы семян (помещенные в тканевую или бумажную упаковку) и масла сои (помещенные в стеклянные флаконы) хранят в темноте при комнатной температуре в течение 3-х месяцев.

Перед анализом образцы моркови, лука и семян сои измельчают.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция

9.1.1. Морковь, лук, семена сои

Образец измельченного лука и моркови массой 100 г, семян сои массой 50 г помещают в круглодонную колбу вместимостью 2000 $см^3$, вносят 400 $см^3$ (при исследовании лука и моркови) или 450 $см^3$ (при исследовании семян сои) деионизованной воды. Осторожно приливают 15 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Колбу с подсоединённым к ней обратным холодильником и ёлочным дефлегматором помещают на электрический колбонагреватель и кипятят её содержимое в течение 5 час. Реакционную массу охлаждают. На этой стадии можно оставить раствор на ночь. Остывшую суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через фильтр из хроматографической бумаги Ватман 3 ММ (или бумажный фильтр «красная лента» в 2 слоя). Осадок на фильтре промывают двумя порциями дистиллированной воды по 100 $см^3$. Переливают фильтрат в химический стакан вместимостью 2 $дм^3$, доводят pH до 8-9 (по индикаторной бумаге) добавлением твердого гидроксида натрия (20 - 25 г) при постоянном перемешивании. Добавляют 50 $см^3$ раствора ЭДТУ (приготовленного по п. 7.4), перемешивают, контролируют pH раствора (по индикаторной бумаге), если его значение выходит из диапазона 6-7, доводят его значение до указанных показателей, добавляя по каплям растворы ЭДТУ или гидроксида натрия. Снова фильтруют раствор под вакуумом на воронке Бюхнера через фильтр из хроматографической бумаги Ватман 3 ММ (или бумажный фильтр «красная лента» в 2 слоя), промывая стакан и фильтр 100 $см^3$ дистиллированной воды.

Фильтраты объединяют, доводят общий объем раствора до 1 дм^3 и подвергают очистке по п. 9.2.

9.1.2. Масло сои

Образец масла массой 50 г помещают в круглодонную колбу вместимостью 2000 см^3, вносят 450 см^3 деионизованной воды. Осторожно приливают 15 см^3 концентрированной серной кислоты. Колбу с подсоединённым к ней обратным холодильником и ёлочным дефлегматором помещают на электрический колбонагреватель и кипятят её содержимое в течение 5 час. Реакционную массу охлаждают. На этой стадии можно оставить раствор на ночь. Остывший раствор переносят в делительную воронку вместимостью 1000 см^3, нижний водный слой отделяют, помещая в химический стакан вместимостью 2 дм^3, доводят pH до 8-9 (по индикаторной бумаге) добавлением твердого гидроксида натрия (около 24 г) при постоянном перемешивании. Добавляют 50 см^3 раствора ЭДТУ (приготовленного по п. 7.4), перемешивают, контролируют pH раствора (по индикаторной бумаге), если его значение выходит из диапазона 6-7, доводят его значение до указанных показателей, добавляя по каплям растворы ЭДТУ или гидроксида натрия. Фильтруют раствор под вакуумом на воронке Бюхнера через фильтр из хроматографической бумаги Ватман 3 ММ (или бумажный фильтр «красная лента» в 2 слоя), промывая стакан и фильтр 100 см^3 дистиллированной воды. Фильтраты объединяют, доводят общий объем раствора до 1 дм^3 и подвергают очистке по п. 9.2 и 9.3.

9.2. Очистка экстракта на колонке с катионитом

Объединённый фильтрат, полученный по п. 9.1.1 или 9.1.2 , вводят со скорость 5 см^3/мин в хроматографическую колонку, подготовленную по п. 7.6. С этой целью фильтрат переносят в делительную воронку, помещенную над колонкой, устанавливают (регулируя кран) скорость пропускания раствора 5 см^3/мин После введения пробы колонку последовательно промывают 25 см^3 воды, 50 см^3 2 н хлороводородной кислоты, 25 см^3 воды, 100 см^3 2,5%-ного раствора хлорида аммония и 25 дм^3 воды, которые отбрасывают. На этой стадии можно оставить колонку на ночь, при условии, что слой ионообменной смолы покрыт раствором. Дикват элюируют из колонки 50 см^3 насыщенного раствора хлорида аммония со скоростью не более 1 см^3/мин в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Раствор перемешивают.

9.3. Очистка экстракта на патроне C18 Sep Pak

Аликвоту раствора, полученного по п. 9.2., объемом 10 $см^3$ вносят с помощью медицинского шприца на концентриующий патрон C18 Sep Pak, подготовленный по п. 7. Скорость прохождения раствора через патрон должна составлять 10 – 20 $см^3$/мин (время прохождения раствора через патрон 40 – 60 сек.). Первые 5 $см^3$ элюата отбрасывают, вторую порцию объемом 5 $см^3$ собирают в градуированную пробирку с пришлифованной пробкой, перемешивают и анализируют на содержание диквата по п. 9.3.

9.4. Условия хроматографирования

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором (фирмы Perkin-Elmer, США)

Колонка стальная длиной 25 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Zorbax ODS , зернением 5 мкм.

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил – вода (19 : 81, по объему)

+ 0,1% (вес/объем) 1-октансульфонат натрия

+ 1,0% (по объему) диэтиламин

+ 1,0% (по объему) орто-фосфорная кислота

Скорость потока элюента: 1 $см^3$/мин

Рабочая длина волны: 310 нм

Чувствительность: 0,01 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 20 $мм^3$

Ориентировочное время выхода диквата: 3.4 - 4 мин

Линейный диапазон детектирования 1 – 10 нг

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор диквата с концентрацией 1.0 мкг/$см^3$, разбавляют насыщенным раствором хлористого аммония.

Примечание: Ежедневно после завершения работы колонку необходимо промывать не менее 30 мин подвижной фазой метанол-вода (1:9, по объему), затем водой. Не рекомендуется оставлять на ночь в хроматографической системе фазу, содержащую комплекс ион-парных реагентов. Ежедневно перед началом работы до ввода в инжектор градуировочного раствора хроматографируют насыщенный раствор

хлорида аммония. Эту операцию рекомендуется также осуществлять в течение рабочего дня после 4-х - 5-ти вводов аналитических образцов или градуировочных растворов.

10. Обработка результатов анализа

Содержание диквата в пробе рассчитывают по формуле:

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

X - содержание диквата в пробе, мг/кг;

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

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

m - масса анализирусмого образца, г.

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., Волкова В.Н. (Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана); Брагина И.В. (Федеральный центр госсанэпиднадзора)

gost.e-ecolog.ru