

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

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

Тираж 100 экз.

Печ. л. 9,25

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

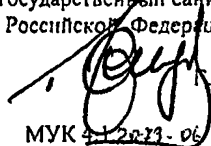
Содержание

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 сололке 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 Трифторина 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 Бромадиолонa 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. Онищенко

МУК 4.1.2.29-06

« 17 » мая 2006 г.

Дата введения: с 1 июля 2006 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

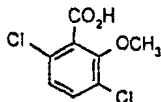
по измерению концентраций дикамбы в атмосферном воздухе населенных
мест методом газожидкостной хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в атмосферном воздухе массовой концентрации дикамбы в диапазоне 0,008–0,08 мг/м³.

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

фирма ООО «Алсико Агропром», Россия

3,6-дихлор-2-метоксibenзойная кислота



C₈H₆Cl₂O₃

Мол. масса 221.0

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха. Температура плавления: 114-116^oC. Разрушается при нагревании более 200^oC. Давление паров: 1.67 мПа (25^oC). Плотность 1,488 (25^oC). Коэффициент распределения октанол/вода: K_{ow}logP = -0,55 (рН); -1,88 (рН 6,8); -1,9 (рН 8,9). Растворимость в воде - 6.1 г/дм³ (25^oC). Растворимость в органических растворителях (г/дм³, 25^oC): 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/дм³ 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 черемны, 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 диметнаминной 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/м³.

1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей $\pm 25\%$, 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 «снятая 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 мг.

Определению не мешают компоненты препаративной формы, а также гербициды, используемые одновременно 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 $1,4 \times 10^{-14}$ г/с.	ТУ 9443-001-12908609-95 Номер Госреестра 14516-95
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Меры массы	ГОСТ 7328
Микрошприц типа МЦ-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 ^o С, пределы измерения 0 - 55 ^o 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 ректифицированный	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 АБУ-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 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 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 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 диазومتана, приготовление градуировочных растворов, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Приготовление 40%-ного раствора гидроксида калия

В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 20 г гидроксида натрия, растворяют в 25-30 см³ дистиллированной воды, доводят водой до метки.

7.2. Получение *N*-нитрозо-*N*-метилмочевины

В отсутствие коммерческого препарата нитрозометилмочевинны осуществляют его синтез.

Все работы необходимо проводить в вытяжном шкафу!

В круглодонную колбу на шлифе вместимостью 1 дм³, снабженную обратным холодильником, помещают 80 г метиламина гидрохлорида и 300 г мочевины, растворяют содержимое в 400 см³ 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 0⁰C и медленно при перемешивании вливают в смесь 600 г льда и 60 см³ концентрированной серной кислоты, помещенную в стакан вместимостью 2 дм³, охлаждаемый снаружи смесью льда с поваренной солью. Выпавшие кристаллы нитрозометилмочевинны 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 см³ вносят 20 см³ 40%-ного раствора КОН и 50 см³ диэтилового эфира, колбу помещают в баню со льдом и охлаждают до температуры 2-5⁰С. 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 см³, 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 см³ помещают 50-60 см³ бидистиллированной воды, вносят 10.4 см³ концентрированной серной кислоты, доводят водой до метки, перемешивают.

7.5. Приготовление градуировочных растворов

7.5.1. Исходный раствор дикамбы (концентрация 100 мкг/см³). В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,0100 г дикамбы, доводят до метки ацетоном, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике при 4-6⁰С в течение 6-ти месяцев.

7.5.2. Исходный раствор метилового эфира дикамбы для градуировки (концентрация дикамбы 2 мкг/см³). В круглодонную колбу вместимостью 50 см³ помещают 1 см³ исходного раствора дикамбы с концентрацией 100 мкг/см³, вносят 2 см³ 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 см³, перенося в мерную колбу вместимостью 50 см³, 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/см³).

вместимостью 100 см³ помещают по 1,0; 2,5; 5,0 и 10 см³ градуировочного раствора №1 с концентрацией дикамбы 2 мкг/см³ (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/см³, 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/см³), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки №№ 1-4.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм³ 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: 320⁰С

испарителя: 230⁰С

Температура термостата колонки программируемая. Начальная температура - 150⁰С, нагрев колонки со скоростью 10 град./мин до температуры 220⁰С. выдержка 6 мин, далее со скоростью 10 град./мин до температуры 240⁰С.

Скорость газа 1 (азот): 60 см³/мин. давление 45 кПа.

Скорость газа 3 (азот): 39,1 см/сек, давление 145 кПа. поток 1,5 см³/мин, деление потока 1 : 5,4; сброс 8 см³/мин

Хроматографируемый объем: 1 мм³

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 $0,2 \text{ мкг/см}^3$, разбавляют смесью гексан-ацетон (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 $25\text{--}30 \text{ см}^3$, 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 $4\text{--}5 \text{ дм}^3/\text{мин}$ аспирируют через последовательно соединенные бумажный фильтр «синяя лента» и фильтр из пенополиуретана, помещенные в фильтродержатель.

Для измерения концентрации дикамбы на уровне $0,8 \text{ ПДК}$ атмосферного воздуха необходимо отобрать $12,5 \text{ дм}^3$ воздуха. Срок хранения отобранных проб, помещенных в полиэтиленовые пакеты, в холодильной камере при $+4^\circ\text{C}$ - 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°C до влажного остатка ($2\text{--}3 \text{ см}^3$) 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

см³. Подкисляют 10%-ной серной кислотой (~ 0.5 см³) до pH 1-2, контролируя его значение с помощью универсальной индикаторной бумаги. Вносят в воронку 15 см³ дихлорметана, интенсивно встряхивают 2 мин, после полного разделения фаз нижний слой переносят в колбу для упаривания вместимостью 100 см³, фильтруя через слой безводного сульфата натрия, помещенный на бумажном фильтре в конусную химическую воронку. Операцию экстракции повторяют еще дважды, порциями дихлорметана по 15 см³. Объединенный экстракт, пропущенный через сульфат натрия, упаривают на ротационном вакуумном испарителе упаривают при температуре бани не выше 45°С досуха. Для полного удаления влаги в колбу вносят 3-4 см³ ацетонитрила, вновь упаривают. К сухому остатку прибавляют 1 см³ раствора диазометана, выдерживают 30 мин при комнатной температуре. Отдувают растворитель (помещая колбу на слабо подогретую водяную баню) досуха. Остаток растворяют в 5 см³ 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/м³, 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/см³;

W - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см³,

V_0 - объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к нормальным условиям (давление 760 мм рт.ст., температура 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, $\text{дм}^3/\text{мин}$,

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

$$|X_1 - X_2| \leq d.$$

$$d = d_{\text{отн.}} \cdot \bar{X}/100, \text{ мг/м}^3,$$

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

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

Результат количественного анализа представляют в виде:

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

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

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»).