

**Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей
и благополучия человека**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств пестицидов
в пищевых продуктах, сельскохозяйственном
сырье и объектах окружающей среды**

Сборник методических указаний

**Выпуск 3
Часть 6
МУК 4.1.1408—4.1.1411—03**

ББК 51.23+51.21

О60

О60 **Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005.—Вып. 3.—Ч. 6.—52 с.

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (акад. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. А. В. Довгилевич); при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов). Разработчики методик указаны в конце каждой из них.

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по госсанэпиднормированию при Минздраве России.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко 24 июня 2003 г.

4. Введены с 30 июня 2003 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.23+51.21

Редакторы Аванесова Л. И., Максакова Е. И.
Технический редактор Климова Г. И.

Подписано в печать 12.05.05

Формат 60x88/16

Печ. л. 3,25
Заказ 12

Тираж 3000 экз.

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

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован Издательским отделом
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отдел реализации, тел. 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2005

© Федеральный центр гигиены

и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005

Содержание

| | |
|---|----|
| Определение остаточных количеств десмедифама в почве, корнеплодах и ботве сахарной, столовой и кормовой свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.1408—03..... | 4 |
| Измерение концентраций десмедифама в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.1409—03 | 16 |
| Определение остаточных количеств диквата в почве и клубнях картофеля спектрофотометрическим методом. МУК 4.1.1410—03 | 26 |
| Определение остаточных количеств имазапира в дикорастущих грибах и ягодах методами высокоэффективной жидкостной и газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.1411—03 | 39 |

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра
здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко

24 июня 2003 г.

Дата введения: 30 июня 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

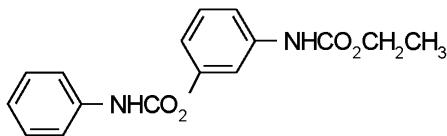
Определение остаточных количеств десмедифама в почве, корнеплодах и ботве сахарной, столовой и кормовой свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1408—03

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в почве, корнеплодах и ботве сахарной, столовой и кормовой свеклы массовой концентрации десмедифама в диапазоне 0,05—0,5 мг/кг.

Десмедифам – действующее вещество препарата БЕТАНЕС, КЭ (70 г/л десмедифама + 90 г/л фенмедифама + 110 г/л этофумезата), фирма производитель «Август», Россия.

Этил 3-фенилкарбамоилоксифенилкарбамат (IUPAC)



Эмпирическая формула: C₁₆H₁₆ N₂O₄

М. м.: 300,3

Бесцветное кристаллическое вещество со слабым ароматическим запахом. Температура плавления 120° С. Давление паров при 25° С: 3,8 × 10⁻⁷ мм рт. ст. Растворимость в органических растворителях при

20° С (г/дм³): изопропанол, ацетон – 400, этилацетат – 149 толуол – 1,2; метанол – 180; гексан – 0,5. Растворимость в воде при 25° С – 7 мг/дм³.

Десмедифам стабилен в водной кислой среде, гидролизуется в нейтральной и щелочной средах: DT50 – 70 дней (pH 5); 20 ч (pH 7); 10 мин (pH 9).

Краткая токсикологическая характеристика: Острая пероральная токсичность (LD₅₀) для крыс > 10250 мг/кг, для мышей > 5000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD₅₀) для кроликов > 4 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK₅₀) для крыс > 7 400 мг/м³.

Область применения препарата. Десмедифам рекомендуется к применению в качестве контактного селективного гербицида против однолетних двудольных и злаковых сорняков на посевах свеклы сахарной, столовой, кормовой.

Гигиенические нормативы: ДСД – 0,025 мг/кг массы тела; ПДК в воде водоемов – 0,05 мг/дм³; ПДК в почве – 0,25 мг/кг; МДУ в свекле сахарной, столовой и кормовой – 0,1 мг/кг.

1. Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода представлены в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

| Анализируемый объект | Метрологические параметры, Р = 0,95, n = 24 | | | | |
|----------------------------|---|---|--------------------------------|------------------------------|---|
| | Предел обнаружения, мг/кг | Диапазон определяемых концентраций, мг/кг | Среднее значение определения % | Стандартное отклонение, S, % | Доверительный интервал среднего результата, % |
| Корнеплоды сахарной свеклы | 0,05 | 0,05—0,5 | 85,71 | 2,72 | 4,0 |
| Корнеплоды столовой свеклы | 0,05 | 0,05—0,5 | 86,48 | 2,45 | 3,6 |
| Корнеплоды кормовой свеклы | 0,05 | 0,05—0,5 | 86,10 | 2,70 | 3,9 |
| Ботва столовой свеклы | 0,05 | 0,05—0,5 | 86,73 | 2,63 | 3,8 |
| Почва | 0,05 | 0,05—0,5 | 82,12 | 3,16 | 4,6 |

Таблица 2

Полнота извлечения десмедифама из корнеплодов сахарной, столовой и кормовой свеклы, ботвы столовой свеклы, почвы (6 повторностей для каждой концентрации)

| Среда | Внесено десмедифама, мг/кг | Обнаружено десмедифама, мг/кг | Полнота извлечения, % |
|----------------------------|----------------------------|-------------------------------|-----------------------|
| Корнеплоды сахарной свеклы | 0,05 | 0,04338 ± 0,00174 | 86,76 |
| | 0,1 | 0,08294 ± 0,00359 | 82,94 |
| | 0,25 | 0,21092 ± 0,00801 | 84,37 |
| | 0,5 | 0,44390 ± 0,01687 | 88,78 |
| Корнеплоды столовой свеклы | 0,05 | 0,04117 ± 0,00140 | 82,34 |
| | 0,1 | 0,08547 ± 0,00359 | 85,47 |
| | 0,25 | 0,21975 ± 0,00791 | 87,90 |
| | 0,5 | 0,45115 ± 0,01398 | 90,23 |
| Корнеплоды кормовой свеклы | 0,05 | 0,04284 ± 0,00176 | 85,69 |
| | 0,1 | 0,08114 ± 0,00316 | 81,14 |
| | 0,25 | 0,21605 ± 0,00951 | 86,42 |
| | 0,5 | 0,45585 ± 0,01641 | 91,17 |
| Ботва столовой свеклы | 0,05 | 0,04408 ± 0,00203 | 88,17 |
| | 0,1 | 0,08602 ± 0,00335 | 86,02 |
| | 0,25 | 0,21297 ± 0,00745 | 85,19 |
| | 0,5 | 0,43775 ± 0,01471 | 87,55 |
| Почва | 0,05 | 0,04041 ± 0,00202 | 80,83 |
| | 0,1 | 0,08276 ± 0,00355 | 82,76 |
| | 0,25 | 0,21302 ± 0,01001 | 85,21 |
| | 0,5 | 0,39840 ± 0,01792 | 79,68 |

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором после экстракции из анализируемой пробы почвы или растительного материала смесью ацетон-вода, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами и на колонке с силикагелем.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме пробы – 1 нг.

В предлагаемых условиях определения метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в технологии выращивания свеклы кормовой, столовой, сахарной, в т. ч. этофумезата и фенмедифама.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирмы Perkin-Elmer, США)

Номер Госреестра

15945—97

ГОСТ 24104

Весы аналитические ВЛА-200

ГОСТ 7328

Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности +/- 0,038 г

ГОСТ 1770

Колбы мерные, вместимостью 50, 100 и 1 000 см³

ГОСТ 29227

Пипетки градуированные 2 класса точности, вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10 см³

ГОСТ 29169

Пипетки с одной меткой 2-го класса точности, вместимостью 20 см³

ГОСТ 1770

Пробирки градуированные, вместимостью 5 или 10 см³

ГОСТ

Цилиндры мерные 2 класса точности вместимостью 10, 25, 50, 100, 200, 500 и 1 000 см³

1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Десмедифам с содержанием действующего вещества 99,5 % (ВНИИХСЗР, Россия)

ГОСТ 2306

Ацетон, осч

Вода бидистиллированная, деионизованная или перегнанная над KMnO₄

ТУ-6-09-3375

н-Гексан, хч

ТУ 6-09-402—75

Изопропиловый спирт (пропанол-2), хч

МУК 4.1.1408—03

| | |
|--|------------|
| Кислота ортофосфорная, хч, 85 % | ГОСТ 6552 |
| Метилен хлористый (дихлорметан), хч | ГОСТ 12794 |
| Метиловый спирт (метанол), хч | ГОСТ 6995 |
| Натрий серно-кислый, безводный, хч | ГОСТ 4166 |
| Натрий хлористый, хч | ГОСТ 4233 |
| Силикагель для колоночной хроматографии | |
| L 100—160 меш (фирмы «Лахема», Чехия) | |
| Этиловый эфир уксусной кислоты, ч | ГОСТ 22300 |
| Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией. | |

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

| | |
|--|-----------------|
| Аппарат для встраивания типа АВУ-6с | ТУ 64-1-2851—78 |
| Баня водяная | |
| Бумажные фильтры «красная лента», обеззоленные | ТУ 6-09-2678—77 |
| Воронки делительные, вместимостью 250 см ³ | ГОСТ 25336 |
| Воронка Бюхнера | ГОСТ 25336 |
| Воронки конусные диаметром 30—37 и 60 мм | ГОСТ 25336 |
| Гомогенизатор | |
| Груша резиновая | |
| Колба Бунзена | ГОСТ 25336 |
| Колбы плоскодонные, вместимостью 200—250 см ³ | ГОСТ 9737 |
| Колбы круглодонные на шлифе, вместимостью 10, 25, 100, 150 и 250 см ³ | ГОСТ 9737 |
| Мембранные фильтры капроновые, диаметром 47 мм | |
| Насос водоструйный | ГОСТ 10696 |
| Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 50 | |
| Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ротационный вакуумный испаритель B-169 фирмы Buchi, Швейцария | ТУ 25-11-917—74 |
| Сито с диаметром отверстий 1 мм | |
| Стаканы химические, вместимостью 100 и 400 см ³ | ГОСТ 25336 |
| Стекловата | |

Стеклянная колонка длиной 25 см,
внутренним диаметром 8—10 мм

Стеклянные палочки

Установка для перегонки растворителей

Набор для фильтрации растворителей через мем-
бранию

Хроматографическая колонка стальная,
длиной 25 см, внутренним диаметром 2,1 мм,
содержащая Spherisorb S5 ODS 2, зернением
5 мкм

Шкаф сушильный

ТУ 64-1-1411—76

Шприц для ввода образцов для жидкостного
хроматографа вместимостью 50—100 мм³

Допускается применение хроматографических колонок и другого
оборудования с аналогичными или лучшими техническими характери-
стиками.

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдать требования безопасности,
установленные для работ с токсичными, ёдкими, легковоспламеняющи-
ми веществами по ГОСТ 12.1005.

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

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих ква-
лификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на жид-
костном хроматографе.

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 влажно-
сти 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 органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с силикагелем для очистки экстрактов, проверка хроматографического поведения вещества на колонке с силикагелем.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка этилацетата и хлористого метилен

Этилацетат (хлористый метилен) 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.

7.1.2. Очистка н-гексана

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 1 000 см³ помещают 800 см³ ацетона и 200 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают.

7.3. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1 000 см³ помещают 480 см³ метанола, 50 см³ изопропанола, добавляют 470 см³ бидистиллированной воды и вносят 0,1 см³ ортофосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.4. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.3) в течение 30 мин при скорости подачи растворителя 0,3 см³/мин до установления стабильной базовой линии.

7.5. Приготовление градуировочных растворов

7.5.1. Исходный раствор десмедифама для градуировки (концентрация 1 мг/см³). В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают

0,1 г десмедифама, растворяют в 50—70 см³ метанола, доводят метанолом до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

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

7.5.2. *Раствор № 1 десмедифама для градуировки (концентрация 10 мкг/см³).* В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 1 см³ исходного стандартного раствора десмедифама с концентрацией 1 мг/см³ (п. 7.5.1), разбавляют метанолом до метки. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

Этот стандартный раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения десмедифама из исследуемых образцов.

7.5.3. *Рабочие растворы №№ 2—5 десмедифама для градуировки (концентрация 0,05—0,5 мкг/см³).* В 4 мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают по 0,5, 1,0, 2,5 и 5,0 см³ стандартного раствора № 1 с концентрацией 10 мкг/см³ (п. 7.5.2), доводят до метки подвижной фазой для ВЭЖХ (приготовленной по п. 7.3), тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2—5 с концентрацией десмедифама 0,05, 0,1, 0,25 и 0,5 мкг/см³, соответственно. Растворы хранятся в холодильнике не более 10 дней.

7.6. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (отн. единицы) от концентрации десмедифама в растворе (мкг/см³), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки №№ 2—5.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм³ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4. Осуществляют не менее 3 параллельных измерений.

7.7. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстрактов

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 силикагеля в 20—25 см³ гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 0,5 см. Колонку промывают 25 см³ смеси этилацетат-гексан (1 : 1, по объему),

затем 25 см³ гексана со скоростью 1—2 капли в с. После этого колонка готова к работе.

7.8. Проверка хроматографического поведения десмедифама на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу вместимостью 10 см³ помещают 0,5 см³ стандартного раствора № 1 (п. 7.5.2). Упаривают растворитель досуха, остаток растворяют в 3 см³ гексана и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.7. Промывают колонку 25 см³ смеси гексан- этилацетата (9 : 1, по объему), элюят отбрасывают.

Затем колонку промывают 50 см³ смеси гексан- этилацетат (7 : 3, по объему) со скоростью 1—2 капли в с. Фракционно (по 10 см³) отбирают элюят, упаривают, остатки растворяют в 2 см³ подвижной фазы для ВЭЖХ (приготовленной по п. 7.3), анализируют на содержание десмедифама по п. 9.4.

Фракции, содержащие десмедифам, объединяют вместе и вновь анализируют по п. 9.4.

Рассчитывают содержание вещества в элюатах, определяют полностью смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

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

8. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79).

Отобранные пробы почвы, ботвы и корнеплодов свеклы хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более 3 дней. Для длительного хранения пробы растительного материала замораживают и хранят при температуре -18°C , пробы почвы доводят до воздушно-сухого состояния и хранят в холодильнике.

Перед анализом сухую почву просеивают через сите с отверстиями диаметром 1 мм, образцы корнеплодов и ботвы свеклы измельчают.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция

Образец измельченных корнеплодов или ботвы свеклы массой 20 г помещают в коническую колбу (или химический стакан) вместимостью 400 см³, вносят 40 см³ смеси ацетон-вода (80 : 20, по объему), гомогенизируют в течение 1 мин, затем добавляют 60 см³ смеси ацетон-вода (80 : 20, по объему) и помещают на встряхиватель на 30 мин.

Образец сухо-воздушной почвы массой 20 г помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 см³, смачивают 20 см³ дистиллированной воды, добавляют 80 см³ ацетона, колбу подсоединяют к обратному холодильнику и помещают на водяную баню нагретую до 70—75° С, на 1 ч, по окончании процесса охлаждают.

Раствор (с осадком корнеплодов, ботвы свеклы или почвы) фильтруют на воронке Бюхнера через двойной бумажный фильтр «красная лента» под вакуумом. Осадок на фильтре промывают 50 см³ смеси ацетон-вода (80 : 20, по объему). Экстракт и промывку переносят в мерный цилиндр вместимостью 250 см³ с пришлифованной пробкой, перемешивают, измеряют объем раствора, $\frac{1}{2}$ его часть (эквивалентную 10 г образца) переносят в круглодонную колбу. Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Экстракт, полученный по п. 9.1 и помещенный в круглодонную колбу, упаривают на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка (~20 см³) при температуре не выше 35° С, внимательно следя за процессом и не допуская переброса жидкости при вспенивании. Водный остаток переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ насыщенного раствора хлорида натрия, 50 см³ смеси гексан-хлористый метилен (65 : 35, по объему), интенсивно встряхивают делительную воронку в течение 2 мин. После полного разделения фаз верхний органический слой отделяют, фильтруют через слой безводного сульфата натрия, помещенный на бумажном фильтре в конусной воронке, в плоскодонную колбу вместимостью 250 см³. Водную фазу вновь переносят в делительную воронку. Операцию экстракции повторяют еще дважды, используя по 20 см³ смеси гексан-хлористый метилен (65 : 35, по объему). Объединенную органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, переносят в мерный цилиндр

вместимостью 100 см³ с пришлифованной пробкой. Измеряют объем раствора, $\frac{1}{2}$ его часть (около 70 см³), эквивалентную 5 г образца почвы или растительного материала, переносят в круглодонную колбу вместимостью 150 см³, упаривают досуха и подвергают дополнительной очистке на колонке по п. 9.3.

9.3. Очистка экстракта на колонке с силикагелем

Остаток в круглодонной колбе, полученный по п. 9.2 растворяют в 3 см³ гексана и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.7. Колбу обмывают трижды порциями гексана по 3 см³, которые также наносят на колонку. Промывают колонку 25 см³ смеси гексан-этилацетат (9 : 1, по объему), элюят отбрасывают. Десмединам элюируют с колонки 30 см³ смеси гексан-этилацетат (7 : 3, по объему) со скоростью 1—2 капли в с, собирая элюат непосредственно в круглодонную колбу. Раствор упаривают досуха при температуре не выше 35° С. Остаток в колбе растворяют в 5 см³ подвижной фазы для ВЭЖХ (подготовленной по п. 7.3) и анализируют на содержание десмединама по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

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

Колонка стальная длиной 25 см, внутренним диаметром 2,1 мм, содержащая Spherisorb S5 ODS 2, зернением 5 мкм.

Температура колонки: комнатная.

Подвижная фаза: метанол-изопропанол-вода-ортофосфорная кислота (48 : 5 : 47 : 0,1, по объему).

Скорость потока элюента: 0,3 см³/мин.

Рабочая длина волны: 240 нм.

Чувствительность: 0,02 ед. абсорбции на шкалу.

Объем вводимой пробы: 20 мм³.

Ориентировочное время выхода десмединама: 11,96—12,5 мин.

Линейный диапазон детектирования 1—10 нг.

Образцы, дающие пики, большие, чем стандартный раствор десмединама с концентрацией 0,5 мкг/см³, разбавляют подвижной вазой для ВЭЖХ (приготовленной по п. 7.3).

10. Обработка результатов анализа

Содержание десмединама в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(A \cdot K) \cdot V}{m}, \text{ где}$$

X – содержание десмедифама в пробе, мг/кг;

A – концентрация десмедифама, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см³;

m – масса анализируемого образца, г;

K – коэффициент пересчета, учитывающий объем экстрактов проб, используемый для анализа, равен 4.

11. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями МИ 2335—95. ГСИ «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

12. Разработчики

Юдина Т. В., Федорова Н. Е., Волкова В. Н., Гарбузова А. А.

Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (ФНЦГ им. Ф. Ф. Эрисмана).

141000, г. Мытищи Московской обл., ул. Семашко, д. 2, лаборатория аналитических методов контроля.

Телефон: (095) 586-1276.