

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**  
**037**

**037**      **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

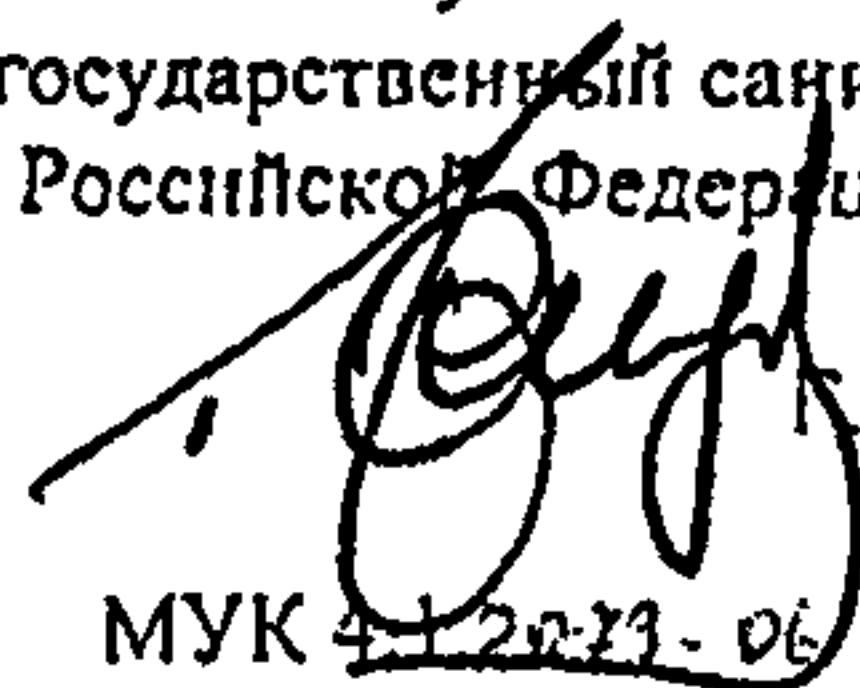
## Содержание

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 Трифориона 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. Онщенко

МУК 4-1-20-29-06

« 5 » мая 2006 г.

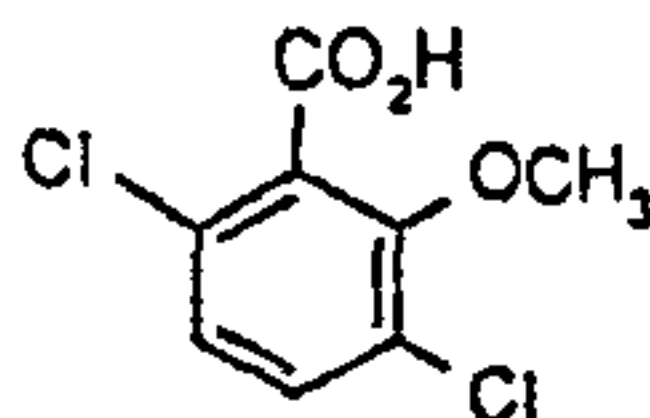
Дата введения: с 1 июля 2006 г.

### 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/м<sup>3</sup>.

Дикамба - действующее вещество препарата ДИКАМБА, ВР (480 г/л),  
фирма ООО «Алсико Агропром», Россия  
3,6-дихлор-2-метоксибензойная кислота



C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>Cl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Мол. масса 221.0

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха. Температура плавления: 114–116<sup>0</sup>С. Разрушается при нагревании более 200<sup>0</sup>С. Давление паров: 1.67 мПа (25<sup>0</sup>С). Плотность 1,488 (25<sup>0</sup>С). Коэффициент распределения октанол/вода: K<sub>ow</sub>logP = -0,55 (рН ); -1,88 (рН 6,8); -1,9 (рН 8,9). Растворимость в воде - 6,1 г/дм<sup>3</sup> (25<sup>0</sup>С). Растворимость в органических растворителях (г/дм<sup>3</sup>, 25<sup>0</sup>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 pK<sub>a</sub> – 1,97.

Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль и пары

### *Краткая токсикологическая характеристика*

Острая пероральная токсичность (LD<sub>50</sub>) для крыс – 1707 мг/кг, для мышей – 11300 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD<sub>50</sub>) для кроликов - > 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK<sub>50</sub>) для крыс – >9,6 мг/дм<sup>3</sup> 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 черемшцы, 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 кушения культуры.

В составе препарата ДИКАМБА, ВР (480 г/л) действующее вещество содержится в виде диметиаминной 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<sup>3</sup>.

### **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 «сняя 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 одновременно с дикамбой, в частности 2,4-Д, хлорсульфурон, метсульфурон-метил.

### 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реагенты 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 МШ-1М, вместимостью 1 мм <sup>3</sup>	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°С, пределы измерения 0 - 55°С.	ТУ 215-73Е
Колбы мерные вместимостью 50 и 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные на шлифе вместимостью 5-10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные вместимостью 25, 50 и 100 см <sup>3</sup>	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 "спинная лента", обеззоленные	ТУ 6-09-2678-77
Вакуумный эксикатор	ГОСТ 9737
Вата хлопковая	
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147-80 Е
Воронка делительная вместимостью 100 см <sup>3</sup>	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 <sup>3</sup>	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 50, 100 и 1000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 9737
Мешалка магнитная ММ-5	ТУ 25-11.834-80
Насос водоструйный	ГОСТ 10696
Пенополнуртан 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 <sup>3</sup>	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 см<sup>3</sup> помещают 20 г гидроксида натрия, растворяют в 25-30 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, доводят водой до метки.

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

В отсутствие коммерческого препарата нитрозометилмочевины осуществляют его синтез.

Все работы необходимо проводить в вытяжном шкафу!

В круглодонную колбу на шлифе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, снабженную обратным холодильником, помещают 80 г метиламина гидрохлорида и 300 г мочевины, растворяют содержимое в 400 см<sup>3</sup> 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<sup>0</sup>C и медленно при перемешивании вливают в смесь 600 г льда и 60 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, помещенную в стакан вместимостью 2 дм<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> вносят 20 см<sup>3</sup> 40%-ного раствора КОН и 50 см<sup>3</sup> диэтилового эфира, колбу помещают в баню со льдом и охлаждают до температуры 2-5<sup>0</sup>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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> помещают 50-60 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, вносят 10.4 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, доводят водой до метки, перемешивают.

### 7.5. Приготовление градуировочных растворов

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

7.5.2. Исходный раствор метилового эфира дикамбы для градуировки (концентрация дикамбы 2 мкг/см<sup>3</sup>). В круглодонную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 1 см<sup>3</sup> исходного раствора дикамбы с концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup>, вносят 2 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, перенося в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>).

вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают по 1,0; 2,5; 5,0 и 10 см<sup>3</sup> градуировочного раствора №1 с концентрацией дикамбы 2 мкг/см<sup>3</sup> (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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки №№ 1-4.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм<sup>3</sup> 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<sup>0</sup>С

испарителя: 230<sup>0</sup>С

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

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

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

Хроматографируемый объем: 1 мм<sup>3</sup>

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 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  $400 \text{ см}^3$ , заливают  $30 \text{ см}^3$  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  $150 \text{ см}^3$ , фильтры еще дважды обрабатывают новыми порциями по  $20 \text{ см}^3$  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  $45^\circ\text{C}$  до влажного остатка ( $2\text{-}3 \text{ см}^3$ ) досуха. Остаток растворяют в  $30 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, внося ее порциями по  $20$  и  $10 \text{ см}^3$ , тщательно перемешивают, затем переносят в делительную воронку вместимостью 100

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

$W$  - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см<sup>3</sup>,

$V_0$  - объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к нормальным условиям (давление 760 мм рт.ст., температура 0<sup>0</sup> 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,  $\text{мг/м}^3$ ;

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

Результат количественного анализа представляют в виде:

• результат анализа  $\bar{X}$  ( $\text{мг/м}^3$ ), характеристика погрешности  $\delta$ , % (равна 25%),  $P = 0,95$  или  $\bar{X} \pm \Delta \text{ мг/м}^3$ ,  $P = 0,95$ , где  $\Delta$  - 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»).