

Государственное
санитарно-эпидемиологическ
нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник методических указаний

МУК 4.1.1025—1026—01

МУК 4.1.1130—1152—02

МУК 4.1.1154—1165—02

Выпуск 1

**МОСКВА
2004**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник методических указаний

**МУК 4.1.1025—1026—01;
МУК 4.1.1130—02—4.1.1152—02;
МУК 4.1.1154—02—4.1.1165—02**

Выпуск 1

ББК 51.23

О60

О60 Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004.—352 с.

ISBN 5—7508—0491—7

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (чл.-корр. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. Довгилевич А. В.); Всероссийским НИИ фитопатологии (А. М. Макеев и др.); Всероссийским НИИ защиты растений (В. И. Долженко и др.); Санкт-Петербургским НИИ лесного хозяйства (Маслаков С. Е., Л. В. Григорьева и др.), при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов).

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Минздраве России.

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

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 5—7508—0491—7

© Минздрав России, 2004

© Федеральный центр госсанэпиднадзора
Минздрава России, 2004

Содержание

Измерение концентраций Ципродинила в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1025—01	5
Определение остаточных количеств Ципродинила в воде, почве, яблоках, грушах и косточковых методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1026—01	13
Определение остаточных количеств Ацетамиприда в воде, почве, огурцах, томатах, клубнях и ботве картофеля, зерне и соломе пшеницы и в кормовом разнотравье методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1130—02	22
Измерение концентрации Ацетамиприда в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1131—02	36
Определение остаточных количеств 2,4-Д в воде, зерне, соломе зерновых культур и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1132—02	42
Определение остаточных количеств этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1133—02	52
Измерение концентраций этилгексилового эфира 2,4-Д в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1134—02	57
Определение остаточных количеств карфентразон-этила в воде и его метаболита карфентразона в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1135—02	64
Измерение концентраций карфентразон-этила методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1136—02	76
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила по его основному метаболиту квизалофоп-свободной кислоте в воде, почве, в семенах и масле льна, сои, подсолнечника и в селомке льна методом газожидкостной хроматографии МУК 4.1.1137—02	82
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и луке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1138—02	100
Измерение концентраций Квизалофоп-П-тефурила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1139—02	111
Определение остаточных количеств Люфенурона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02	118
Измерение концентраций Люфенурона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1141—02	128
Определение остаточных количеств Тиаметоксама и его метаболита (ЦГА 322704) в воде, почве, картофеле, зерне и соломе зерновых колосовых культур, яблоках, огурцах, томатах, перце, баклажанах, горохе и сахарной свекле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1142—02	134
Измерение концентраций Тиаметоксама методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе: МУК 4.1.1143—02	148
Определение остаточных количеств Трифлусульфурон-метила в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1144—02	155
Измерение концентраций Трифлусульфурон-метила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1145—02	166

Определение остаточных количеств Фамоксадона в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе, соломе и зерне зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1146—02.....	174
Измерение концентраций Фамоксадона (ДРХ-ЖЕ 874) в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии МУК 4.1.1147—02.....	186
Определение остаточных количеств Флудиоксонила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне и соломе хлебных злаков, зерне кукурузы, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1148—02.....	194
Определение остаточных количеств Цимоксанила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, ягодах винограда, плодах огурца хроматографическими методами: МУК 4.1.1149—02.....	212
Измерение концентраций Цимоксанила методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1150—02.....	225
Определение остаточных количеств Циперметрина в шампиньонах методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1151—02.....	232
Измерение концентраций Этоксилата изодецилового спирта (ТРЕНДА 90) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.1152—02.....	238
Газохроматографическое измерение массовой концентрации Ацетохлора в атмосферном воздухе: МУК 4.1.1154—02.....	244
Измерение концентраций Ацифлуорфена в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами: МУК 4.1.1155—02.....	254
Измерение концентраций бенсульфурон-метила в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1156—02.....	267
Измерение концентрации бета-цифлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1157—02.....	275
Измерение концентрации Бромоксинил октаноата в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1158—02.....	282
Измерение концентраций Бромукназола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1159—02.....	289
Измерение концентраций Диметипина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1160—02.....	296
Измерение массовой концентрации Карбендазима в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1161—02.....	303
Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1162—02.....	316
Измерение концентраций Метосулама в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1163—02.....	326
Измерение концентраций Прохлораза в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1164—02.....	334
Измерение массовой концентрации тетраконазола методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1165—02.....	343

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации, Первый
заместитель Министра здравоохранения
Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

Дата введения: 1 января 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и луке методом газожидкостной хроматографии

Методические указания

МУК 4.1.1138—02

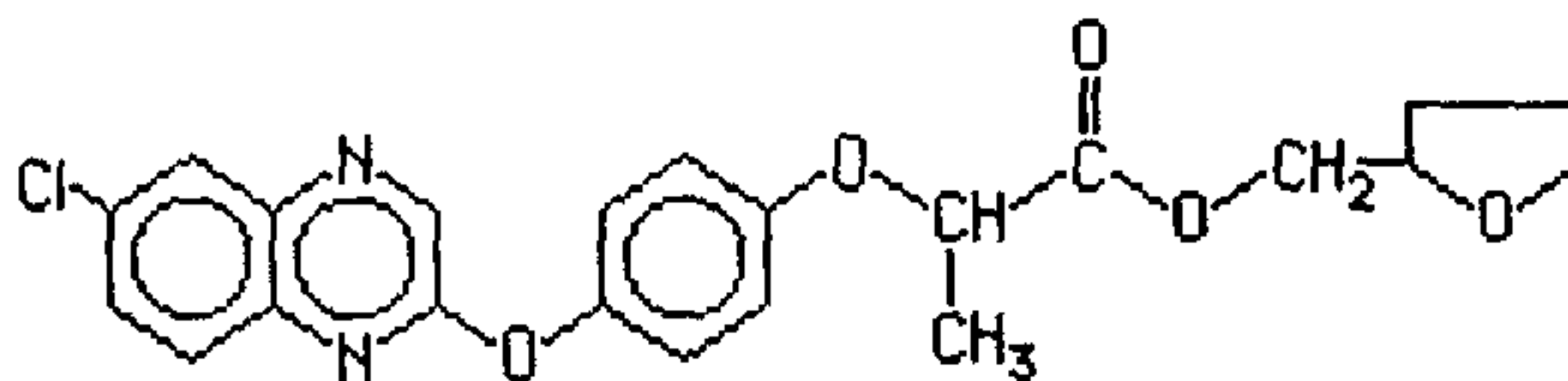
1. Вводная часть

Фирма производитель: Юнироял Кемикал Ко. Инк.

Торговое наименование препарата: ПАНТЕРА, КЭ.

Действующее вещество (д. в.): квизалофоп-П-тефурил

Название д. в. по номенклатуре ИЮПАК: (R)-2-[4-(6-хлорхиноксалин-2-илокси) фенокси]пропионовой кислоты тетрагидрофуффуриловый эфир.



$C_{22}H_{21}N_2ClO_5$

М. м. 428

Кристаллический порошок белого цвета без запаха.

Давление паров: $< 5,9 \times 10^{-8}$ мм Hg при 25 °C.

Растворимость (мг/л при 25 °C): в воде – 3,753, метаноле – 6439, толуоле – 65170, н-гексане – 1243.

Температура плавления: 72,5—74,5 °C.

Коэффициент распределения в системе октанол/вода: $\log_p - 4,3222$.

Основным продуктом гидролитического разложения (метаболитом) квизалофоп-П-тефурила является 2-[4-(6-хлорхиноксалин-2-илокси) фенокси]пропионовая кислота.

Токсикологическая характеристика: ДСД для массы тела человека 0,004 мг/кг.

Гигиенические нормативы

МДУ в сельскохозяйственной продукции: свекла, картофель 0,04 мг/кг; лук – 0,06 мг/кг.

ПАНТЕРА, КЭ – послевсходовый гербицид для борьбы с однолетними и многолетними злаковыми сорными растениями при возделывании овощных и технических культур.

2. Методика определения остаточных количеств квизалофоп-п-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и луке с применением газожидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении остаточных количеств квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов из анализируемого объекта метанолом, последующем гидролизе квизалофоп-П-тефурила и метаболитов с дериватизацией (метанолиз) до конечного продукта 2-метокси-6-хлорхиноксалина, проведении очистки экстрактов на колонке с оксидом алюминия и концентрирования конечных реэкстрактов.

Количественное определение проводят методом внешнего стандарта с применением газожидкостной хроматографии с использованием термоионного детектора (ТИД) или детектора электронного захвата (ДЭЗ), набивной или капиллярной колонки с неподвижной фазой типа SE-30.

2.1.2. Избирательность метода

Прочие пестициды, применяемые в интенсивной технологии выращивания овощей, определению не мешают. Использование колоночной хроматографии для очистки экстрактов, а также селективных детекторов позволяет устранить влияние возможных мешающих анализу примесей.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Таблица

Полнота определения
квизалофоп-П-тефурила в модельных пробах (n = 6)

Анализируемые объекты	Внесено, мг/кг	Извлечено, %	Доверительный интервал среднего результата, %
Клубни картофеля	0,025	78	± 8,7
	0,05	80	± 8,1
	0,1	85	± 6,2
	0,5	91	± 4,9
Корнеплоды сахарной свеклы	0,025	80	± 8,1
	0,05	85	± 6,8
	0,1	90	± 5,0
	0,5	93	± 4,3
Корнеплоды столовой свеклы	0,025	82	± 7,4
	0,05	86	± 6,8
	0,1	92	± 5,0
	0,5	95	± 4,7
Ботва свеклы	0,025	80	± 9,3
	0,05	83	± 8,4
	0,1	88	± 6,6
	0,5	90	± 6,0
Морковь	0,025	75	± 11,2
	0,05	78	± 10,5
	0,1	83	± 10,2
	0,5	90	± 9,3
Репка лука	0,05	60	± 19,2
	0,1	65	± 14,8
	0,5	72	± 12,1

2.2. Реактивы, растворы и материалы

Аналитический стандарт
2-метокси-6-хлорхиноксалина
Аналитический стандарт
квизалофоп-П-тефурила
Ацетон, ч
Вода дистиллированная
н-Гексан, хч
Кислота соляная, осч. 23—4
Метилен хлористый, хч
Натрия гидроокись, чда

ГОСТ 2603—79
ГОСТ 7602—76
ТУ 6-09-3375—78
ТУ 6-09-01-794—90
ТУ 6-09-06-856—77
ГОСТ 4328—77

Натрий сернокислый, безводный, чда,	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Оксид алюминия для хроматографии, ч., размер частиц 100—200 мкм, 1-й степени активности по Брокману, нейтральный	
Оксид алюминия для хроматографии, ч, размер частиц 100—200 мкм, 4-й степени активности по Брокману, нейтральный	
Спирт метиловый, хч, (перегнанный)	ТУ 6-09-1709—77

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Газовый хроматограф «Цвет-500» с ДПР (ДЭЗ) или ТИД	
Хроматографическая колонка кварцевая капиллярная длиной 10 м и внутренним диаметром 0,53 мм с неподвижной фазой типа SE-30	
Хроматографическая колонка насадочная длиной 2,0 м и внутренним диаметром 4,0 мм с неподвижной фазой 3% SE-30 на хроматоне N-AW, 0,125—0,160 мм	
Ротационный испаритель ИР-1М или аналогичного типа	ТУ 25-11-917—76
Микрошприц МШ 10А	ТУ 64-1-2850
Весы аналитические	ТУ 64-1-1065
Пробирки мерные конические на 10 мл	ГОСТ 1770-7420
Воронки делительные на 500 мл	ГОСТ 10054
Воронки для фильтрования стеклянные	ГОСТ 8613
Колбы мерные на 10, 50, 100 мл	ГОСТ 1770
Концентраторы грушевидные (конические) НШ19, КГУ-100-14/19, ТС	ГОСТ 10394
Пипетки мерные на 0,1; 1,0; 5,0 мл	ГОСТ 20292
Стаканы стеклянные на 100 мл	ГОСТ 6236
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6-09-2670
Колбы круглодонные на 500 мл со шлифом	ГОСТ 25336—82Е
Колбы плоскодонные на 500 мл	ГОСТ 25336—82Е
Гомогенизатор	МРТУ 42-15.05—63
Чашка фарфоровая	ГОСТ 9147—80Е

2.4. Отбор проб

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», утвержденными 21.08.79 № 2051—79.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка растворителей

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 мл растворителя упаривают в ротационном испарителе при температуре 40 °С до объема 1,0 мл и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками.

2.5.2. Подготовка и кондиционирование колонки

Подготовленной насадкой (3 % SE-30 на хроматоне N-AW или другом носителе) заполняют стеклянную колонку и уплотняют ее под вакуумом. Колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и кондиционируют ее при рабочем расходе газа-носителя и температуре 260 °С в течение 8—10 ч.

2.5.3. Приготовление стандартных растворов

Основной раствор 2-метокси-6-хлорхиноксалина с концентрацией 100 мкг/мл готовят в мерной колбе растворением 0,01 г стандартного вещества в 100 мл н-гексана. Раствор хранят в холодильнике не более 3 месяцев. Рабочие стандартные растворы с концентрациями 2,0; 5,0; 10,0 и 25,0 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора 2-метокси-6-хлорхиноксалина соответствующим последовательным разбавлением н-гексаном. Рабочие растворы хранят в холодильнике не более месяца.

При определении в модельных пробах полноты извлечения квизалофоп-П-тефурила используют соответствующие растворы вещества в ацетоне.

2.5.4. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 1—3 мкл рабочего стандартного раствора 2-метокси-6-хлорхиноксалина с концентрацией 2,0; 5,0; 10,0 и 25,0 мкг/мл. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений и находят среднее значение

высоты (площади) хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты (площади) хроматографического пика в мм (мм^2) от концентрации 2-метокси-6-хлорхиноксалина в растворе в мкг/мл.

2.5.5. Подготовка хроматографических колонок с оксидом алюминия 1-й и 4-й степени активности по Брокману для очистки экстрактов

Оксид алюминия прогревают в фарфоровой чашке в термостате при $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 5 ч и охлаждают до комнатной температуры (1-я степень активности по Брокману). Для приготовления оксида алюминия 4-й степени активности по Брокману внутреннюю поверхность колбы со шлифом объемом 0,5 л увлажняют 11,1 мл дистиллированной воды и добавляют в колбу 100 г активированного оксида алюминия. Содержимое колбы тщательно перемешивают. Колбы с подготовленным оксидом алюминия хранят герметично закрытыми.

Стеклянную колонку размером $30,0 \times 1,0$ см заполняют (при легком встряхивании) 5,0 г оксида алюминия (высота слоя $\sim 7,0$ см). Над слоем оксида алюминия помещают слой безводного сульфата натрия высотой 2,0 см и содержимое колонки перед использованием промывают 30,0 мл н-гексана.

2.5.6. Подготовка проб к определению

Клубни картофеля, корнеплоды моркови и свеклы промывают водой для удаления остатков почвы и обсушивают фильтровальной бумагой. Из каждого неочищенного клубня, корнеплода или репки лука берут сегменты ($\frac{1}{4}$ часть) по осевой линии. Сегменты нарезают ножом, гомогенизируют и после тщательного перемешивания выделяют средний образец. Ботву свеклы нарезают ножом, гомогенизируют, перемешивают и выделяют средний образец.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Обработка проб для газохроматографического анализа с использованием ДЭЗ

2.6.1.1. Проведение экстракции и метанолиза. Образец массой $10,0 \pm 0,1$ г помещают в круглодонную колбу со шлифом емкостью 250 мл, добавляют 25 мл метилового спирта и 5 мл 40 % водного раствора гидроокиси натрия, слегка встряхивают и добавляют 25 мл (вторая порция) метилового спирта. Колбу помещают на водяную баню, присоединяют обратный холодильник и содержимое колбы кипятят в течение 90 мин. Затем обратный холодильник отсоединяют, колбу

90 мин. Затем обратный холодильник отсоединяют, колбу закрывают пробкой и охлаждают в струе проточной холодной воды. Сразу же после этого содержимое колбы фильтруют через складчатый бумажный фильтр «красная лента» в делительную воронку емкостью 500 мл. Внутренние стенки колбы и фильтр промывают 15 мл метилового спирта. Затем в воронку добавляют 50 мл дистиллированной воды, 10 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия и с использованием концентрированной соляной кислоты (~ 3 мл) доводят содержимое воронки до pH 5—6. В воронку приливают 30 мл н-гексана и встряхивают в течение 3 мин. После 5-минутного отстаивания нижний водно-метанольный слой сливают в плоскодонную колбу емкостью 500 мл.

Гексановый экстракт, оставшийся в делительной воронке, пропускают через коническую воронку с ватным тампоном и слоем безводного сульфата натрия (толщина 1,0—1,5 см) в грушевидную колбу-концентратор емкостью 100 мл. Экстрагирование с использованием 30 мл н-гексана повторяют еще раз. Воронку и сульфат натрия промывают 5 мл н-гексана. Объединенный гексановый экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 5,0 мл.

Водно-метанольный слой отбрасывают.

2.6.1.2. Проведение очистки экстрактов корнеплодов и ботвы свеклы, корнеплодов моркови и клубней картофеля на колонке с оксидом алюминия 4-й степени активности по Брокману. Остаток гексанового экстракта объемом 5 мл количественно переносят из колбы-концентратора в подготовленную колонку с оксидом алюминия. Элюирование 2-метокси-6-хлорхиноксалина осуществляют 20 мл н-гексана со скоростью ~60 кап./мин в грушевидную колбу-концентратор.

Элюат после очистки концентрируют на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 1,5—2,0 мл. Остаток количественно переносят в мерную коническую пробирку емкостью 10 мл и упаривают н-гексан в токе азота досуха. Сухой остаток в пробирке растворяют в 0,5 мл н-гексана и хроматографируют.

2.6.1.3. Проведение очистки экстрактов репок лука на колонке с оксидом алюминия 1-й степени активности по Брокману. При проведении анализа проб репок лука остаток гексанового экстракта репок лука объемом 5 мл количественно переносят в колонку с оксидом алюминия 1-й степени активности по Брокману.

Колонку с нанесенным экстрактом промывают 30 мл смеси н-гексан–метилен хлористый (98 : 2) и элюат отбрасывают. После этого

проводят элюирование 2-метокси-6-хлорхиноксалина 15 мл смеси н-гексан–метилен хлористый (93 : 7) со скоростью ~60 кап./мин в грушевидную колбу-концентратор.

Элюат после очистки концентрируют на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 1,5—2,0 мл. Остаток количественно переносят в мерную коническую пробирку емкостью 10 мл и упаривают н-гексан в токе азота досуха. Сухой остаток в пробирке растворяют в 0,5 мл н-гексана и хроматографируют.

2.6.2. Обработка проб для газохроматографического анализа с использованием ТИД

Образец массой $10,0 \pm 0,1$ г помещают в круглодонную колбу со шлифом емкостью 250 мл, добавляют 25 мл метилового спирта и 5 мл 40 %-ного водного раствора гидроокиси натрия, слегка встряхивают и добавляют 25 мл (вторая порция) метилового спирта. Колбу помещают на водяную баню, присоединяют обратный холодильник и содержимое колбы кипятят в течение 90 мин. Затем обратный холодильник отсоединяют, колбу закрывают пробкой и охлаждают в струе проточной холодной воды. Сразу же после этого содержимое колбы фильтруют через складчатый бумажный фильтр «красная лента» в делительную воронку емкостью 500 мл. Внутренние стенки колбы и фильтр промывают 15 мл метилового спирта. Затем в воронку добавляют 50 мл дистиллированной воды, 10 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия и с использованием концентрированной соляной кислоты (~3 мл) доводят содержимое воронки до pH 5—6. В воронку приливают 30 мл н-гексана и встряхивают в течение 3 мин. После 5-минутного отстаивания нижний водно-метанольный слой сливают в плоскодонную колбу емкостью 500 мл.

Гексановый экстракт, оставшийся в делительной воронке, пропускают через коническую воронку с ватным тампоном и слоем безводного сульфата натрия (толщина 1,0—1,5 см) в грушевидную колбу-концентратор емкостью 100 мл. Экстрагирование с использованием 30 мл н-гексана повторяют еще раз. Воронку и сульфат натрия промывают 5 мл н-гексана. Водно-метанольный слой отбрасывают.

Объединенный гексановый экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 5,0 мл. Остаток количественно переносят в мерную коническую пробирку емкостью 10 мл и упаривают н-гексан в токе азота досуха. Сухой остаток в пробирке растворяют в 0,5 мл н-гексана и хроматографируют.

2.7. Условия газохроматографического анализа**2.7.1. При использовании насадочной колонки**

Газовый хроматограф	«Цвет-500» или другой с ДПР (ДЭЗ), ТИД
Колонка	насадочная с н. ф. типа SE-30
Длина, внутренний диаметр колонки	2,0 м × 4,0 мм
Рабочая шкала электрометра	$2 \cdot 10^{-10}$ А
Скорость протяжки ленты самописца	0,5 см/мин
Скорость потока гелия (азота)	40 см ³ /мин
Скорость потока воздуха (ТИД)	350 см ³ /мин
Скорость потока водорода (ТИД)	35 см ³ /мин
Режим хроматографирования	изотермический
Температура колонки	150 °С
Температура испарителя	250 °С
Температура детектора	280 °С
Объем вводимой пробы	2,0—3,0 мкл
Время удерживания 2-метокси-6-хлорхиноксалина	$5,6 \pm 0,25$ мин
Линейный диапазон определения	5,0—50 нг

Примечание: после выполнения 5—7 анализов насадочную колонку следует прогреть при температуре 260 °С в течение 1 ч.

2.7.2. При использовании капиллярной колонки

Газовый хроматограф	«Цвет-500» или другой с ТИД
1	2
Колонка	кварцевая капиллярная с н. ф. SE-30
Толщина слоя неподвижной фазы	2,65 мкм
Длина, внутренний диаметр колонки	10 м × 0,53 мм
Рабочая шкала электрометра	$2 \cdot 10^{-10}$ А
Скорость протяжки ленты самописца	0,5 см/мин
Скорость потока гелия (азота)	7 см ³ /мин
Скорость потока дополнительного газа — гелия (азота) к детектору	30 см ³ /мин
Скорость потока воздуха	350 см ³ /мин
Скорость потока водорода	35 см ³ /мин

Продолжение таблицы

1	2
Режим хроматографирования	программирование температуры
Температура колонки начальная	80 °С
Время хроматографирования при начальной температуре	3 мин
Температура колонки конечная	280 °С
Время хроматографирования при конечной температуре	20 мин
Скорость подъема температуры	20 °С /мин
Температура испарителя	250 °С
Температура детектора	280 °С
Объем вводимой пробы	1,0—2,0 мкл
Время удерживания 2-метокси-6-хлорхиноксалина	9,0 ± 0,1 мин
Линейный диапазон определения	2,0—20 нг

2.7.3. Расчет суммарного содержания квизалофон-П-тефурила и его метаболитов

Расчет проводят по стандартному раствору 2-метокси-6-хлорхиноксалина, высота (площадь) пика которого наиболее близка высоте (площади) пика в рабочей пробе. Расчет суммарного содержания квизалофон-П-тефурила и его метаболитов производят по следующей формуле:

$$X = \frac{C \cdot H_1 \cdot V_{cm} \cdot V_2 \cdot K}{H_{cm} \cdot V_1 \cdot P} \cdot 10^{-3} \text{ [мг/кг]}, \text{ где}$$

C — концентрация стандартного раствора 2-метокси-6-хлорхиноксалина, нг/мкл;

H_1 — высота (площадь) пика 2-метокси-6-хлорхиноксалина в анализируемой пробе, мм (мм²);

H_{cm} — высота (площадь) пика 2-метокси-6-хлорхиноксалина в стандартном растворе, мм (мм²);

V_1 — объем анализируемой пробы, введенной в хроматограф, мкл;

V_{cm} — объем пробы стандартного раствора, введенного в хроматограф, мкл;

V_2 — общий объем анализируемой пробы, мкл;

P — навеска исследуемого образца пробы, г;

K – коэффициент пересчета, равный 2,75, учитывающий соотношение молекулярных масс квизалофоп-П-тефурила и 2-метокси-6-хлорхиноксалина, а также степень извлечения анализируемых компонентов и матрицы.

Для получения достоверных результатов измерений конечный результат записывается следующим образом:

$$X = (x \pm \Delta), \text{ где}$$

X – содержание остаточных количеств квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в анализируемой пробе в пересчете на действующее вещество;

x – среднее из трех параллельных результатов измерений;

Δ – показатель погрешности измерений, соответствующий диапазону, в который попадает величина x .

3. Требования техники безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, электронагревательными приборами и сжатыми газами, а также требования, изложенные в документации на приборы.

4. Разработчики

Долженко В. И., Крылов А. И., Григорьева Л. В., Тарарин П. А., Николаев М. Я. (ВНИИ защиты растений, 189620, Санкт-Петербург – Пушкин, шоссе Подбельского, 3).

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

Сборник методических указаний

Выпуск I

Редакторы Акопова Н. Е., Кожока Н. В. Кучурова Л. С., Максакова Е. И.
Технические редакторы Климова Г. И., Ломанова Е. В.

Подписано в печать 29.01.04

Формат 60x88/16

Тираж 1500 экз.

Печ. л. 22.0

Заказ 6417

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11
Отделение реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано в филиале Государственного ордена Октябрьской Революции
ордена Трудового Красного Знамени Московского предприятия
«Первая Образцовая типография» Министерства Российской Федерации
по делам печати, телерадиовещания и средств массовых коммуникаций
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10, тел.: 235-20-30