Государственное санитарно-эпидемиологическое 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

Выпуск 2
Часть 7
МУК 4.1.1236—4.1.1239—03

Издание официальное

Москва • 2006

gost.e-ecolog.ru

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 2
Часть 7
МУК 4.1.1236—4.1.1239—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, 2006.—44 с.—Вып. 2.—Ч. 7.

ISBN 5—7508—0598—0

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. 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 16 марта 2003 г.

4. Введены с 1 июля 2003 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.23+51.21

Редакторы М. Ф. Глазкова, Л. С. Кучурова, Е. И. Максакова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 12.04.06

Формат 60x88/16 Печ. л. 3,0

Тираж 500 экз. Заказ 19
(1-й завод 1—300 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 госсанэпиднадзора Минздрава России
113105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел. 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2006
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2006

Содержание

Определение остаточных количеств флуфензина в воде, почве, яблоках, винограде, виноградном и яблочном соках хроматографическими методами: МУК 4.1.1236—03 4

Измерение концентраций хизалофоп-П-этила (хизалофоп-этила) по основному метаболиту хизалофоп-свободной кислоте в воде, почве, ботве и корнеплодах столовой свеклы, корнеплодах моркови, клубнях картофеля, томатах, капусте, луке-репке, семенах, соломке и масле льна методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1237—03 14

Определение остаточных количеств бета-цифлутрина в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур, капусте, клубнях картофеля зеленой массе растений, семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1238—03 29

Определение остаточных количеств зета-циперметрина в горчичном масле методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1239—03 40

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
16 марта 2003 г.
Дата введения – 1 июля 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств бета-цифлутрина в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур, капусте, клубнях картофеля зеленой массе растений, семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.1238—03

1. Вводная часть

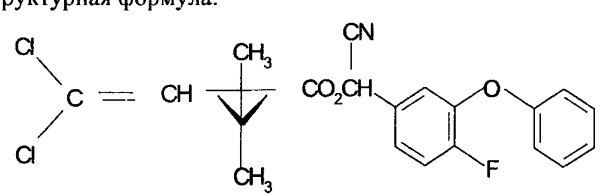
Фирма-производитель: Байер АГ.

Торговое название: Бульдок.

Название действующего вещества по ИСО: Бета-цифлутрин.

Название по ИЮПАК: (RS)-α-циано-4-фтор-3-феноксибензил (1RS, 3RS; 1RS, 3SR)-3-=(2,2-дихлорвинил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилат.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$.

Молекулярная масса: 434,3.

Химически чистый бета-цифлутрин представляет собой бесцветный кристаллический порошок. Состоит из 4 диастереоизомерных пар энантиомеров.

Технический продукт содержит: < 2 % диастереоизомера (I), 30—40 % диастереоизомера (II), < 3% диастереоизомера (III), 53—67 % диастереоизомера (IV).

Точка плавления: (II) – 81 °С, (IV) – 106 °С.

Давление паров: (II) – $1,4 \times 10^{-5}$mPa, (IV) – $8,5 \times 10^{-5}$ mPa при 20 °С.

Коэффициент перераспределения н-октанол/вода: (II) K_{ow}logP = 5,94; (IV) K_{ow}logP = 5,91.

Растворимость (при 20 °С) в воде: (II) – 2,1, (IV) – 1,2 мкг/л; в гексане: (II) – 2—5, (IV) – 1—2 г/л; в изопропаноле: (II) – 5—10, (IV) – 2—5 г/л; в дихлорметане и толуоле > 200 г/л для обоих изомеров.

Стабилен при комнатной температуре.

Гидролиз (при 22 °С): DT_{50} для (II) – 117 дней при pH 4; 20 дней при pH 7; 6 дней при pH 9; для (IV) – 25 дней при pH 4; 11 дней при pH 7, 5 дней при pH 9.

Краткая токсикологическая характеристика. Бета-цифлутрин относится к веществам опасным по острой пероральной ($ЛД_{50}$ крысы –15—500 мг/кг), малоопасным по дермальной ($ЛД_{50}$ крысы – >5 000 мг/кг) и чрезвычайно опасным по ингаляционной токсичности ($ЛД_{50}$ крысы – 4 часа – 0,1—0,53 мг/л). Побочные отрицательные эффекты не обнаружены.

Гигиенические нормативы.

ПДК в воде водоемов – 0,001 мг/дм^3;

ОДК (мг/кг) в почве – 0,05 мг/кг;

МДУ в картофеле – 0,02; зерне хлебных злаков, семенах и масле рапса, капусте – 0,1 мг/кг.

Область применения препарата. Бета-цифлутрин – инсектицид контактного и кишечного действия из группы синтетических пиретроидов, обладающий слабым репеллентным эффектом. Он эффективно подавляет развитие вредителей из отрядов жесткокрылых, перепончатокрылых, прямокрылых, двукрылых и чешуекрылых (имаго и личинки) в посевах зерновых и овощных культур, кукурузы, хлопчатника, на плантациях картофеля, технических и плодовых культур при норме расхода 7,5—20 г д.в./га.

Зарегистрирован в России под торговым названием Бульдок (концентрат эмульсии – 25 л/га) в качестве инсектицида для применения в посевах пшеницы, ячменя, гороха, пастбищных трав, в посадках капусты и картофеля, на яблонях при норме расхода препарата 0,25—0,5 л/га. Препарат проходит регистрационные испытания в посевах рапса.

2. Методика определения остаточных количеств бета-цифлутрина в воде, почве, зеленой массе растений, зерне и соломе зерновых культур, клубнях картофеля, семенах и масле рапса

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении бета-цифлутрина методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов после его экстракции из растительных проб 50 %-ным вод-

ным ацетоном или ацетонитрилом, очистки переэкстракцией в гексан и дополнительной очистки проб на колонках с флорисилом.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при возделывании вышеупомянутых культур.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1—3.

Таблица 1

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $p = 0,95$; $n = 20$				
	предел обнаружения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение S, %	доверительный интервал среднего результата, %, ±
1	2	3	4	5	6
Вода	0,002	0,002—0,04	78,17	6,8	7,1
Почва	0,05	0,05—1,00	85,78	7,3	7,7
Зеленая масса	0,05	0,05—1,00	79,61	8,6	9,0
Зерно	0,025	0,025—0,50	83,35	8,9	9,3
Капуста	0,020	0,020—0,40	79,40	9,2	9,6
Картофель	0,020	0,020—0,40	80,12	7,8	8,2
Семена рапса	0,025	0,025—0,50	81,58	1,2	2,1
Масло рапса	0,050	0,050—1,00	83,49	1,1	1,9

Таблица 2

Определение заданных количеств бета-цифлутрина в воде, почве, зеленой массе, зерне, капусте и картофеле (колонка SE-30 5 %)

Анализируемый объект	Внесено		Обнаружено, %					
	мкг	мг/кг	1	2	3	4	5	6
1	2	3	4	5	6	7	8	9
Вода	0,5	0,002	71,2	70,5	72,3	82,0	72,5	81,4
	1,0	0,004	87,1	72,5	70,0	78,6	85,7	74,5
	5,0	0,02	85,2	75,1	78,1	76,4	81,3	78,8
	10,0	0,04	85,5	76,2	81,3	80,6	79,4	81,2
Почва	0,5	0,05	79,0	84,1	78,3	86,2	82,0	78,5
	1,0	0,10	92,2	88,4	79,8	80,6	81,4	83,4
	5,0	0,50	79,8	90,1	89,4	85,0	83,5	90,1

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	5	6	7	8	9
	10,0	10,0	90,6	87,5	92,3	93,5	89,9	93,2
Зеленая масса	0,5	0,05	71,2	70,5	72,3	82,0	72,5	81,4
	1,0	0,10	70,8	76,2	72,0	70,5	74,8	82,1
	5,0	0,50	73,5	80,6	70,5	71,4	78,9	85,5
	10,0	1,00	85,5	88,5	86,3	84,7	81,3	83,5
Зерно	0,5	0,025	74,1	78,4	82,2	81,4	79,6	91,2
	1,0	0,05	79,1	83,8	80,4	78,1	80,2	76,1
	5,0	0,25	85,3	81,8	82,0	91,1	82,6	92,3
	10,0	0,50	84,8	86,4	88,1	90,2	92,0	79,3
Капуста	0,5	0,02	75,5	72,0	81,3	73,7	75,0	85,1
	1,0	0,04	86,3	74,8	76,0	83,3	71,7	72,8
	5,0	0,20	88,1	80,6	75,1	88,3	76,5	79,0
	10,0	0,40	85,2	81,6	87,3	78,8	88,5	86,5
Картофель	0,5	0,02	81,3	76,8	70,0	79,0	74,0	70,1
	1,0	0,04	79,6	76,3	70,1	84,2	70,4	75,5
	5,0	0,20	83,5	89,0	80,2	75,9	78,5	82,3
	10,0	0,40	78,8	89,1	83,0	87,2	85,0	86,6

Таблица 3

Доверительный интервал и полнота определения бета-цифлутрина в семенах и масле рапса

Анализируемый объект	Добавлено бета-цифлутрина, мг/кг	Обнаружено бета-цифлутрина, мг/кг	Доверительный интервал, ±	Полнота определения, %
Семена рапса	0,025	0,020	0,0021	80,0
	0,125	0,104	0,0059	82,9
	0,250	0,202	0,0098	80,9
	0,500	0,412	0,0245	82,5
Масло рапса	0,05	0,041	0,0042	82,5
	0,25	0,209	0,0107	83,6
	0,50	0,420	0,0142	84,1
	1,00	0,838	0,0511	83,8

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы

Бета-цифлутрин, аналитический стандарт фирмы Байер с содержанием д.в. 98,7 %

Азот, осч	ГОСТ 9293—74
Ацетон	ГОСТ 2603—79
Ацетонитрил	ТУ 6-09-3534—87
Вода дистиллированная	ГОСТ 7602—72
Гексан, ч	ТУ 6-09-3375—78
Насадка для набивной колонки: 3 % OV-1 на Инертоне-супер (0,12—0,16 мм) фирма Хемапол, Чехия	
Насадка для набивной колонки: 5 % XE-60 на Хроматоне N-AW-DMCS (0,125—0,16 мм) фирма Хемапол, Чехия	
Насадка для набивной колонки: 5 % SE-30 на Хроматоне N-AW-DMCS (0,125—0,16 мм) фирма Хемапол, Чехия	
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Флорисил 60/100 меш, фирма Fluka	

2.2.2. Приборы, аппаратура, посуда

Аппарат для встряхивания или аналогичный	ТУ 64-1-1081—73
Баня водяная	ТУ 46-22-603—75
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 34104—80Е
Воронки делительные на 250 и 500 мл	ГОСТ 23336—82
Воронки для фильтрования, стеклянные	ГОСТ 8613—75
Колбы мерные на 10, 25, 50, 100 и 250 мл	ГОСТ 1770—74
Колбы конические на шлифе на 250 мл	ГОСТ 10394—72
Колонка для адсорбционной хроматографии – 300 × 15 мм	
Колонка газохроматографическая стеклянная длиной 1 м, с внутренним диаметром 3 мм	
Концентраторы грушевидные на 100 и 250 мл	
НШ29 КГУ-100 (250)	ГОСТ 10394—72
Микрошприц на 10 мкл	ТУ Е-2.833.0.24
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Пипетки мерные на 1,0, 2,0 и 5,0 мл	ГОСТ 20292—74
Испаритель ротационный, вакуумный ИР-1М или аналогичный	ТУ 25-11-917—74
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6-09-1678—86
Хроматограф газовый «Цвет 500 М» с детектором постоянной рекомбинации ионов (^{63}Ni) с пределом детектирования по Линдану не выше 4×10^{-14} и набивной колонкой или другой аналогичного типа	

Цилиндры мерные, емкостью 25, 50, 100 и 250 мл ГОСТ 1770—74

2.3. Подготовка к определению

2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонок для газожидкостной хроматографии

Готовую насадку засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом в соответствии с правилами. Колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре на 20 °С ниже предельного значения для выбранной неподвижной фазы в течение 8—10 ч.

2.3.2. Приготовление стандартных растворов

Взвешивают 50 мг бета-цифлутрина в мерной колбе на 50 мл, растворяют навеску в гексане и доводят объем до метки гексаном (стандартный раствор № 1, концентрация 1 мг/мл). Стандартный раствор № 1 можно хранить в холодильнике в течение 6 месяцев.

Методом последовательного разбавления готовят стандартные растворы бета-цифлутрина в гексане с концентрацией 0,01; 0,05; 0,1; 0,2; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 10,0 мкг/мл для построения калибровочного графика и внесения в контрольный образец.

2.3.3. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика вводят в хроматограф последовательно по 3 мкл каждого из выбранных для калибровки четырех растворов (для каждой концентрации делают не менее 3 вводов) и измеряют высоту или площадь пиков. По полученным данным рассчитывают среднее значение высоты пика или его площади для каждой концентрации и строят график зависимости высоты пика или его площади от концентрации бета-цифлутрина в мкг/мл.

2.3.4. Подготовка колонки с флорисилом

В пластмассовую колонку длиной 15 см, диаметром 1,5 см помещают на дно чистую стекловату и заполняют колонку 5 г флорисила 60/100 меш, уплотняя его путем вибрации колонки. На слой флорисила наносят слой безводного серно-кислого натрия толщиной 1 см. За день до определения флорисил в колонке промывают 20 мл ацетона, а в день определения – 10 мл гексана.

2.3.5. Проверка хроматографического поведения бета-цифлутрина на колонке

В подготовленную колонку вносят 1 мл стандартного раствора бета-цифлутрина в гексане с концентрацией 0,2 мкг/мл (раздел 2.3.2). Колонку промывают последовательно 20 мл гексана и 10 мл смеси гексан–ацетон в соотношении 10 : 1. Смывы отбрасывают. После этого после-

довательно пропускают через колонку 4—5 порций смеси гексан–ацетон (4 : 1) по 5 мл каждая, собирая их в отдельные концентраторы. Собранные фракции упаривают досуха, сухой остаток растворяют в 1 мл гексана и вводят в хроматограф 3 мкл пробы. Фракции, содержащие бета-цифлутрин, объединяют, упаривают досуха, сухой остаток вновь растворяют в 1 мл гексана и вводят в хроматограф 3 мкл пробы. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смыва с колонки и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание. Хроматографическое поведение бета-цифлутрина на колонке обязательно проверяют при отработке методики и каждый раз при использовании новой партии флорисила.

2.4. 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). Пробы зеленой массы зерновых культур, капусты и картофеля хранятся в запаянных пластиковых пакетах в замороженном виде. Отобранные пробы зерна, соломы и почвы подсушивают до стандартной влажности и хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 0,1 мм; зерно и семена рапса размалывают на лабораторной мельнице; зеленую массу измельчают ножницами; капусту – ножом; картофель – на терке; виноград – в гомогенизаторе.

2.5. Описание определения

2.5.1. Вода

Образец воды 250 мл помещают в делительную воронку емкостью 500 мл, добавляют 1 чайную ложку хлористого натрия, 50 мл гексана и встряхивают в течение 15 мин. После разделения слоев гексановую фракцию сливают в концентратор. Экстракцию повторяют еще два раза порциями по 30 мл. Объединенные гексановые фракции пропускают через безводный сульфат натрия и концентрируют на ротационном вакуумном испарителе до объема 10 мл при температуре 40 °С.

2.5.2. Зеленая масса растений, зерно, солома, капуста, картофель

Навеску измельченного материала (зеленая масса, зерно, солома – 10 г; капуста, картофель – 25 г) помещают в коническую колбу и заливают 50 мл 50 %-го водного ацетона. Встряхивают 1 ч или оставляют на ночь. Экстракцию повторяют еще два раза, заливая остаток 30 мл экстрагента и встряхивая каждый раз по 10 мин. Экстракты фильтруют через

бумажный фильтр, объединяют и помещают на 1 ч в холодильную камеру. При выпадении осадка или восков пробы отфильтровывают вторично.

Объединенный фильтрат переносят в делительную воронку и производят очистку проб переэкстракцией в гексан. Для этого в делительную воронку добавляют 30 мл гексана, встряхивают 10—15 мин. Гексановую фракцию пропускают через безводный сульфат натрия и собирают в концентратор. Экстракцию повторяют еще два раза, собирая гексан в тот же концентратор. Объединенные экстракты концентрируют на ротационном вакуумном испарителе до объема 10 мл. Далее проводят количественное определение.

Если пробы получились недостаточно чистые, то проводится дополнительная очистка проб ацетонитрилом. Для этого гексан в концентраторе упаривают до 0,3 мл, остаток гексана высушивают током азота или воздуха. К сухому остатку в колбе добавляют 3—5 мл ацетонитрила, встряхивают 1—2 мин. Ацетонитрил количественно переносят в делительную воронку, обмывая колбу 1—2 мл растворителя, и приливают 50 мл 2 %-ного раствора хлористого натрия. Бета-цифлутрин экстрагируют дважды порциями гексана по 30 мл, встряхивая делительную воронку 1—2 мин. Гексановые фракции собирают в концентратор, пропуская через безводный сульфат натрия, и концентрируют на ротационном вакуумном испарителе до 10 мл.

2.5.3. Почва

Навеску почвы 10 г заливают 50 мл смеси ацетон–0,05 Н $CaCl_2$ (1 : 1), встряхивают в течение 1 ч (колбы лучше оставлять на ночь для лучшей экстракции). Экстракцию повторяют еще два раза, заливая остаток 30 мл экстрагента и встряхивая каждый раз в течение 10 мин. Далее анализ ведут так, как описано в разделе 2.5.2.

2.5.4. Семена рапса

Навеску семян рапса 10 г помещают в коническую колбу, заливают 50 мл ацетонитрила и встряхивают 30 мин. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр в мерный цилиндр емкостью 250 мл. Экстракцию повторяют еще два раза заливая пробу каждый раз 50 мл ацетонитрила и встряхивая ее содержимое по 30 мин. Экстракты собирают в тот же цилиндр. Объем объединенного экстракта доводят до 150 мл ацетонитрилом.

Для анализа отбирают мерным цилиндром аликвоту экстракта 30 мл ($^1/_5$ часть) и помещают в делительную воронку емкостью 250 мл. Приливают туда же 10 мл гексана и встряхивают 1—2 мин. После разделения слоев нижний слой ацетонитрила сливают в стаканчик на 50—100 мл, гексан отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт из стаканчика возвращают в делительную воронку и промывают его еще раз 10 мл гексана. Ацетонитрил сливают в концентратор и упаривают его досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40 °С.

Сухой остаток в концентраторе разводят в 25 мл гексана, тщательно обмывая стенки концентратора, и переносят в чистую делительную воронку. Концентратор ополаскивают 15 мл гексана, гексан сливают в ту же воронку. К гексановой фракции в делительной воронке добавляют 30 мл ацетонитрила и проводят переэкстракцию бета-цифлутрина, встряхивая содержимое 1—2 мин. После разделения фаз ацетонитрил собирают в концентратор; гексан оставляют в делительной воронке. Экстракцию повторяют еще дважды, добавляя каждый раз по 30 мл ацетонитрила. Объединенный ацетонитрильный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе.

2.5.4.1. Очистка на колонке.

Сухой остаток в концентраторе разводят в 5 мл гексана, тщательно обмывая стенки концентратора, и количественно переносят на хроматографическую колонку с флорисилом для дальнейшей очистки пробы. Концентратор ополаскивают 20 мл гексана, гексан пропускают через колонку и отбрасывают. Колонку промывают смесью гексан–ацетон (10 : 1), смыв отбрасывают. Бета-цифлутрин элюируют с колонки 15 мл смеси гексан–ацетон (4 : 1), собирают элюат в концентратор на 100 мл и затем упаривают содержимое концентратора досуха на ротационном вакуумном испарителе досуха.

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 5 мл гексана и вводят в хроматограф 3 мкл пробы.

2.5.5. Масло рапса

Навеску масла 5 г помещают в стеклянный стакан объемом 100 мл, разводят навеску 25 мл гексана и тщательно перемешивают. Содержимое стакана переносят в делительную воронку емкостью 250 мл, а стакан обмывают 15 мл гексана, который сливают в ту же воронку. Бета-цифлутрин экстрагируют 30 мл ацетонитрила, встряхивая воронку 1—2 мин. После разделения слоев нижний слой ацетонитрила сливают в мерный цилиндр емкостью 250 мл. Экстракцию бета-цифлутрина из гексана повторяют еще три раза, используя каждый раз по 30 мл ацетонитрила. Объединенный ацетонитрильный экстракт в цилиндре доводят до объема 150 мл ацетонитрилом.

Для анализа отбирают мерным цилиндром аликвоту объемом 30 мл ($^1/_5$ часть), и помещают в делительную воронку емкостью 250 мл. Далее проводят очистку пробы как указано в разделе 2.5.4.1.

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 5 мл гексана и вводят в хроматограф 3 мкл пробы.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов

2.6.1. Условия хроматографирования

2.6.1.1. Для зеленой массы, зерна, соломы, капусты и клубней картофеля.

Хроматограф газожидкостный «Цвет 550» с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР) или по захвату электронов (ДЭЗ) с пределом детектирования по Линдану не выше 4×10^{-14} или другой аналогичного типа.

Колонка 1:

Неподвижная фаза SE-30 5 % на Хроматоне N-AW-DMCS (0,125—0,160 мм).

Колонка стеклянная спиральная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Температура: термостата колонки – 250 °С
термостата испарителя – 260 °С
термостата детектора – 310 °С

Скорость газа-носителя – азота – 35 мл/мин

Объем пробы, вводимой в испаритель – 1—2 мкл

Линейность детектирования – 0,5—10 нг

Время удерживания – 1 мин 38 с

Рабочая шкала электрометра – 16×10^{10}

Колонка 2:

Неподвижная фаза XE-60 5 % на Хроматоне N-AW-DMCS (0,125—0,160 мм).

Колонка стеклянная спиральная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Температура: термостата колонки – 205 °С
термостата испарителя – 220 °С
термостата детектора – 310 °С

Скорость газа-носителя – азота – 20 мл/мин

Объем пробы, вводимой в испаритель – 1—2 мкл

Линейность детектирования – 0,5—10 нг

Время удерживания – 1 мин 55 с

Рабочая шкала электрометра – 8×10^{10}

2.6.1.2. Для семян и масла рапса.

Хроматограф газожидкостный «Цвет 500М» с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов (ДПР) с пределом детектирования по Линдану не выше 4×10^{-14} или другой аналогичного типа.

Неподвижная фаза OV-1 3 % на Инертоне Супер (0,12—0,16 мм).

Колонка стеклянная спиральная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Температура: термостата колонки – 250 °С
термостата испарителя – 270 °С
термостата детектора – 320 °С

Скорость газа-носителя – азота – 45 мл/мин

Объем пробы, вводимой в испаритель – 3 мкл

Линейность детектирования – 0,03—0,6 нг

Время удерживания – 3 мин 12 с

Рабочая шкала электрометра – 16×10^{10}

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю высоту пика.

2.6.2. Обработка результатов анализов

Содержание бета-цифлутрина в пробах воды, почвы, зеленой массы, зерна, соломы, капусты, картофеля, семян и масла рапса рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \cdot A \cdot V}{H_0 \cdot m \cdot 100} P$$, где

X – содержание бета-цифлутрина в пробе, мг/кг;

H_1 – высота пика образца, мм;

H_0 – высота пика стандарта, мм;

A – концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m – масса или объем анализируемого образца, г или мл;

P – содержание бета-цифлутрина в аналитическом стандарте.

При расчете содержания бета-цифлутрина в семенах и масле рапса полученный результат умножают на 5, так как для анализа берут аликвоту ($^1/_5$).

3. Требования техники безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, электронагревательными приборами и сжатыми газами.

4. 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».

5. Разработчики

1. Методические указания по определению бета-цифлутрина в воде, почве, зеленой массе, зерне, соломе, капусте и клубнях картофеля подготовлены Петровой Т. М., Блиновой Т. Ф.

Всероссийский НИИ защиты растений (ВИЗР), г. Санкт-Петербург.

2. Методические указания по определению бета-цифлутрина в семенах и масле рапса подготовлены Калининым В. А., проф., к. с-х. н., Калининой Т. С., ст. н. с., к. с-х. н., Фроловой Н. С., ст. инж.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. 127550, Москва, Тимирязевская ул., д.53/1, УНКЦ «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов». Телефон/факс: 976-43-26; E-mail:

gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru