Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования
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 4.1.1802—4.1.1820—03;
4.1.1822—4.1.1826—03

Выпуск 5

Издание официальное

Москва • 2007

gost.e-ecolog.ru

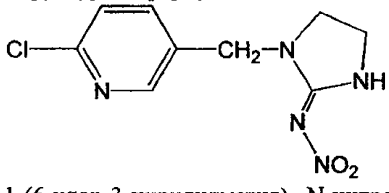
«УТВЕРЖДАЮ»
Главный Государственный санитарный врач РФ,
Первый зам. Министра здравоохранения РФ
_____ Г.Г. Онищенко
«__18__» __12__ 2003 г.

МУК 4.1. 1802-03
Дата введения: с 1 апреля 2004 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ИМИДАКЛОПРИДА В ВОДЕ, ПОЧВЕ, ЗЕРНЕ И СОЛОМЕ ЗЕРНОВЫХ КОЛОСОВЫХ КУЛЬТУР, КАРТОФЕЛЕ, ПАСТБИЩНЫХ ТРАВАХ, ОГУРЦАХ, ТОМАТАХ И ПЛОДОВЫХ СЕМЕЧКОВЫХ КУЛЬТУРАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

1. Вводная часть

Торговое наименование: Имидж, Танрек, АС-126, Имидор, Искра золотая.
Фирма производитель: Агротрейд, Август, Агро-Кеми, Техноэкспорт, Щёлково-Агрохим.
Действующее вещество: имидаклоприд.
Структурная формула:



1-(6-хлор-3-пиридилметил) –N-нитроимидазолидин-2-илиденамин(IUPAC).
1-[(6-хлор-3-пиридинил)метил]-N-нитро-2-имидазолидинимин (CA).
Брутто формула: $C_9H_{10}ClN_5O_2$.
Мол. масса: 255,7.
Химически чистый имидаклоприд представляет собой бесцветные кристаллы со слабым характерным запахом.
Температура плавления 144°С. Давление паров 4 x10^{-7} мРа (20°С), 9 x10^{-7} мРа (25°С).
Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода K_{ow} lgP=0.57 (21°С).
Растворимость (г/л) при 20°С: в воде – 0.61; дихлорметане – 55; изопропаноле – 1.2; толуоле –0.68; н-гексане < 0. 1.
Стабилен к гидролизу при pH 5–11.
Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс – 450 мг/кг. Острая дермальная токсичность LD_{50} (24 часа) для крыс – более 5000 мг/кг. Не ирритант для глаз и кожи (кролики). Острая ингаляционная токсичность LC_{50} (4 часа) для крыс – более 5323 мг/м^3 , 69 мг/м^3 воздуха (аэрозоль). LC_{50} (96 часов) для рыб – 211 (237) мг/л.
Имидаклоприд практически не токсичен для птиц, пчёл, дождевых червей, водорослей.
Мутагенной и тератогенной активности в стандартных тестах не обнаружено.
Группа токсичности по EPA – II, ВОЗ – II.

Область применения, Имидаклоприд – системный инсектицид нервно-паралитического действия группы неоникотиноидов. Эффективно уничтожает листовую тлю, белокрылку, минёров, трипсов, колорадского жука, долгоносиков на хлопчатнике, рисе, картофеле, кукурузе, сахарной свекле, овощных культурах, цитрусовых, косточковых и семечковых плодовых в течение вегетационного периода. Может использоваться для обработки, как почвы, так и надземных органов растений.
Гигиенические нормативы для имидаклоприда в России:
ПДК в почве – 0.04 мг/кг, ПДК в воде водоемов – 0.03 мг/дм^3. МДУ для имидаклоприда в огурцах и томатах – 0.1мг/кг, в картофеле – 0.05 мг/кг. Для зерновых колосовых и плодовых семечковых культур гигиенические нормативы в России не установлены.

Методика определения имидаклоприда в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур, ботве и клубнях картофеля, пастбищных травах, огурцах, томатах и плодовых семечковых культурах методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении имидаклоприда методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов водно-ацетоновой смесью с последующей очисткой перераспределением между двумя несмешивающимися растворителями и на колонке с силикагелем.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

Объект анализа	Предел обнару-жения, мг/кг	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, % (для каждого объекта n=24)	Относительное стандартное отклонение S, %	Доверитель ный интервал среднего, n=24, P=0.95
1	2	3	4	5	6
Вода	0.002	0.002–0.02	88.7	6.9	6.0
Почва	0.01	0.01–0.1	83.8	6.9	6.0
Солома зерновых колосовых	0.04	0.04–0.4	82.9	6.4	5.6
Зерно зерновых колосовых	0.01	0.01–0.1	83.0	6.5	5.7
Ботва картофеля	0.02	0.02–0.2	85.1	6.7	5.9

1	2	3	4	5	6
Клубни картофеля	0.01	0.01–0.1	86.8	6.7	5.9
Пастбищные травы	0.02	0.02–0.2	85.3	7.1	6.2
Огурцы	0.01	0.01–0.1	85.6	6.5	5.7
Томаты	0.01	0.01–0.1	83.5	6.2	5.4
Яблоки	0.01	0.01–0.1	84.0	6.2	5.4

Таблица 2

Полнота определения имидаклоприда в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур, ботве и клубнях картофеля, пастбищных травах, огурцах, томатах и плодовых семечковых культурах методом ВЭЖХ

(n = 6 для каждой концентрации)

Среда	Внесено, мг/кг	Найдено, мг/кг	Стандартное отклонение, ±	Полнота определения, %
1	2	3	4	5
Вода	0.002	0.00182	0.00013	91.0
	0.004	0.00361	0.00028	90.3
	0.01	0.00861	0.00077	86.1
	0.02	0.0175	0.0013	87.5
Среднее				88.7
Почва	0.01	0.00852	0.0008	85.2
	0.02	0.0169	0.0014	84.5
	0.05	0.0417	0.0029	83.3
	0.1	0.0821	0.0069	82.1
Среднее				83.8
Солома зерновых колосовых	0.04	0.0323	0.0030	80.8
	0.08	0.0681	0.0051	85.1
	0.2	0.163	0.011	81.4
	0.4	0.338	0.025	84.4
Среднее				82.9
Зерно зерновых колосовых	0.01	0.00811	0.0007	81.1
	0.02	0.0167	0.0013	83.7
	0.05	0.0422	0.0036	84.4
	0.1	0.0827	0.0051	82.7
Среднее				83.0
Ботва картофеля	0.02	0.0167	0.0013	83.6
	0.04	0.0343	0.0031	85.8
	0.1	0.0850	0.0052	85.0
	0.2	0.1716	0.0154	85.8
Среднее				85.1

1	2	3	4	5
Клубни картофеля	0.01	0.00859	0.0007	85.9
	0.02	0.0174	0.0015	87.0
	0.05	0.043	0.0032	86.2
	0.1	0.0879	0.0059	87.9
Среднее				86.8
Пастбищ-ные травы	0.02	0.0169	0.0014	84.6
	0.04	0.0346	0.0030	86.4
	0.1	0.0865	0.0072	86.5
	0.2	0.1676	0.0133	83.8
Среднее				85.3
Огурцы	0.01	0.00853	0.0006	85.3
	0.02	0.01688	0.0013	84.4
	0.05	0.0433	0.0039	86.6
	0.1	0.0859	0.0055	85.9
Среднее				85.6
Томаты	0.01	0.00868	0.0006	86.8
	0.02	0.0167	0.0012	83.6
	0.05	0.0406	0.0032	81.1
	0.1	0.0825	0.0064	82.5
Среднее				83.5
Яблоки	0.01	0.00844	0.0007	84.4
	0.02	0.0174	0.0013	86.9
	0.05	0.0412	0.0027	82.3
	0.1	0.0824	0.0059	82.4
Среднее				84.0

2.1.3. Избирательность метода

Присутствие других пестицидов, близких по химическому строению и области применения, определению не мешает.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, осч, ТУ 6-09-3513-86.
Ацетонитрил для ВЭЖХ, "В-230НМ" или х.ч., ТУ 6-09-3534-87.
Бумажные фильтры "красная лента", ТУ 6.091678-86.
Вода бидистиллированная, деионизированная, ГОСТ 6709-79.
Дихлорметан, х.ч., ТУ 6-09-3716-80.
Имидаклоприд, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,9% (Sigma–Aldrich).
Калий углекислый, х.ч., ГОСТ 4221-76.
Калия перманганат, ГОСТ 20490-75.
Кальция хлорид, х.ч., ГОСТ 4161–77.
Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77.
Натрий двууглекислый, ГОСТ 83–79.
Натрий сернокислый безводный, ч., ГОСТ 4166-76, свежепрокаленный.
Натрия гидроксид, хч., ГОСТ 4328-77.
н-Гексан, х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98, свежеперегнанный.

Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил – вода (20:80, по объему).
Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0.040–0.063 mm) (Merck, Германия).
Стекловата.
Фосфора пентоксид, ч., МРТУ 6-09-5759-69.
Этиловый эфир уксусной кислоты, ч.д.а., ГОСТ 22300-76.
Элюент №1 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (50:50, по объему).
Элюент №2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (10:90, по объему).

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы "Waters" с УФ детектором (Waters 2487) с дегазатором и автоматическим пробоотборником или аналогичный.
Колонка Symmetry C-18, (250x4.6) мм, 5 мкм (Waters).
Предколонка Waters Symmetry C-18.
Весы аналитические ВЛА-200, ГОСТ 34104-80Е или аналогичные.
Гомогенизатор, МРТУ 42-1505-63.
Установка ультразвуковая «Серьга», ТУ 3.836.008.
Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая ЛМЗ, ТУ 1-01-0593-79.
Ротационный испаритель вакуумный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74 или аналогичный.
Бидистиллятор.
pH-метр универсальный ЭВ-74, ГОСТ 22261-76.
Насос водоструйный, МРТУ 42 861-64.
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС, ГОСТ 10384-72.
Колбы круглодонные на шлифах КШ10 и КШ250 29-32 ТС, ГОСТ 10384-72.
Воронки лабораторные В-75-110, ГОСТ 25 336-82.
Воронки делительные ВД-3-500, ГОСТ 8613-75.
Цилиндры мерные вместимостью 50, 100, 500 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1770-74.
Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1770-74.
Пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$, ГОСТ 20292-74.
Колонки стеклянные (25×1) см.

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 зерна и соломы для определения остатков в урожае хранят в бумажной или тканевой упаковке при комнатной температуре. Для длительного хранения пробы почвы подсушиваются 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 1 мм, зерно и солому измельчают на лабораторной мельнице. Пробы ботвы и клубней картофеля, пастбищных трав, огурцов, томатов и яблок хранят до анализа в морозильной камере при температуре не выше -18°С в течение 6 месяцев.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Органические растворители перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан и хлористый метилен встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания

свежей порции кислоты, затем промывают водой, 2%-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют. Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташем (на 1 л ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г K_2CO_3). Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием. Этилацетат промывают равным объёмом 5%-ного раствора двууглекислого натрия, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Symmetry C-18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (1 мл/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1-2 часов.

2.5.3. Приготовление растворов

Для получения 50%-го водного ацетона в колбе емкостью 1 л смешивают 500 мл ацетона с 500 мл дистиллированной воды, используя мерные цилиндры.

Для получения 75%-го водного ацетона в колбе емкостью 1 л смешивают 750 мл ацетона и 250 мл дистиллированной воды, используя мерные цилиндры.

Для приготовления 0,05М раствора K_2CO_3 6,9г карбоната калия помещают в мерную колбу ёмкостью 1000 $см^3$, растворяют при перемешивании в 600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объём раствора до метки.

Для приготовления 1М раствора NaOH 40г едкого натра помещают в мерную колбу ёмкостью 1000 $см^3$, растворяют при перемешивании в 600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объём раствора до метки.

Для приготовления 0,02М раствора NaOH 20мл 1М раствора едкого натра помещают в мерную колбу ёмкостью 1000 $см^3$ и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с водой в соотношении 20:80 по объему, используя мерные цилиндры.

Для приготовления элюента №1 в колбе на 1000 мл смешивают 500 мл н-гексана и 500 мл этилацетата. Для приготовления элюента №2 в колбе на 1000 мл смешивают 100 мл н-гексана и 900 мл этилацетата.

2.5.3.1. Приготовление стандартного и градуировочных растворов

Берут точную навеску имидаклоприда (50 мг), переносят в мерную колбу на 100 мл, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки. (Стандартный раствор с концентрацией 0.5 мг/мл). Градуировочные растворы с концентрациями 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 и 2.0 мкг/мл готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрил: вода (20:80, по объему).

Стандартный раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0–4°С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

При изучении полноты определения имидаклоприда используют ацетонитрильные растворы вещества. Растворы внесения с концентрациями 0.1 и 1.0 мкг/мл готовят из стандартного раствора с концентрацией 0.5 мг/мл методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом.

2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация имидаклоприда в растворе) в хроматограф вводят по 20 мкл градуировочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации имидаклоприда в градуировочном растворе (мкг/мл).

2.5.5. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 30 мл смеси гексан – этилацетат (50:50, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 30 мл элюента №2 и 30 мл элюента №1 со скоростью 1–2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.6. Проверка хроматографического поведения имидаклоприда на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора имидаклоприда с концентрацией 10 мкг/мл. Отдувают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40°С), остаток растворяют в 5 мл элюента №1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 мл элюента №1 и также вносят на колонку. Промывают колонку 120 мл элюента №1, которые отбрасывают, затем 100 мл элюента №2 со скоростью 1–2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 мл каждая, упаривают, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3.) и анализируют на содержание имидаклоприда по п. 2.6.7.

Фракции, содержащие имидаклоприд, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют по п. 2.6.7. Рассчитывают содержание имидаклоприда в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

Примечание: параметры удерживания имидаклоприда и сопутствующих экстрактивных веществ могут меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

2.5.7. Подготовка приборов и средств измерения

Установка и подготовка всех приборов и средств измерения проводится в соответствии с требованиями стандартов и технической документации.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Определение имидаклоприда в пробах воды

Образец предварительно отфильтрованной воды объемом 100 мл помещают в делительную воронку ёмкостью 250 мл и промывают дважды гексаном порциями по 20 мл, встряхивая каждый раз в течение 2-3 мин. Верхний гексановый слой отбрасывают, водную фазу экстрагируют трижды хлористым метиленом порциями по 30 мл, встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 2-3 мин и собирая нижний органический слой.

Объединённый метиленхлоридный раствор промывают в делительной воронке дважды 0,05М раствором K_2CO_3 порциями по 30мл, пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10-15 мл хлористого метилена. После этого экстракт выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. При необходимости проводят дополнительную очистку экстракта на колонке с силикагелем по пункту 2.6.6.

Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и 20 мкл раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.2. Извлечение имидаклоприда из проб почвы

Образец воздушно-сухой почвы массой 20 г помещают в коническую колбу емкостью 250 мл с притертой пробкой, добавляют 100 мл 50%-го водного ацетона и экстрагируют в течение 15 мин на ультразвуковой бане. Суспензию фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр "красная лента". Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу и экстракцию повторяют с 50 мл 50%-ного водного ацетона. Объединенные экстракты упаривают до водного остатка (70-75мл) на ротационном испарителе при температуре не выше 40°С.

Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.5.

2.6.3. Извлечение имидаклоприда из проб зерна и соломы зерновых колосовых, пастбищных трав и ботвы картофеля.

Навеску измельченной на ножевой мельнице соломы (5г) или пастбищных трав (10г), размолотого на лабораторной мельнице зерна (20г) или гомогенизированной ботвы картофеля помещают в коническую колбу ёмкостью 250 мл, приливают 100 мл смеси ацетон–вода (1:1, по объёму) и экстрагируют в течение 15 мин на ультразвуковой бане. Суспензию фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр "красная лента". Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу и экстракцию повторяют с 50 мл 50%-ного водного ацетона. Объединенные экстракты упаривают до водного остатка (75-80мл) на роторном испарителе при температуре не выше 40°С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.5.

2.6.4. Извлечение имидаклоприда из проб огурцов, томатов, яблок или клубней картофеля.

Гомогенизированные пробы огурцов, томатов, яблок (всё по 10г) или клубней картофеля (20г) помещают в коническую колбу емкостью 250 мл и экстрагируют имидаклоприд 50 мл 75%-ного водного ацетона на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр "красная лента". Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу. Экстракцию проводят ещё дважды . Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40°С до полного удаления ацетона (объем 80-90 мл). Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.5.

2.6.5. Очистка экстрактов

Полученные по п.п. 2.6.2. – 2.6.4. водные экстракты промывают в делительной воронке объёмом 250 мл трижды гексаном порциями по 30 мл (верхний органический слой отбрасывают), встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 1–2 минут. Водную фазу экстрагируют трижды хлористым метиленом порциями по 30 мл, встряхивая

делительную воронку каждый раз в течение 2-3 мин и собирая нижний органический слой.* Объединённый метиленхлоридный раствор промывают в делительной воронке дважды 0,02М раствором NaOH порциями по 30мл, пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10-15 мл хлористого метилена. После этого экстракт выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.6.**

Внимание! Отделение водного слоя следует производить только после полного расслоения жидкостей в делительной воронке.

* В случае образования сравнительно стойких эмульсий для сокращения времени расслоения можно добавить в делительную воронку: на стадии промывки экстрактов гексаном – небольшое количество (до 5 мл) этилового спирта, а на стадии переэкстракции – насыщенный раствор хлорида натрия (15–20 мл).

** В случаях, когда очистка экстрактов контрольных проб (п.2.6.4.) дает удовлетворительные результаты дополнительную очистку на колонке с силикагелем можно исключить.

2.6.6. Очистка на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п.2.6.5. экстрактов почвы и растительных материалов количественно переносят двумя 5-мл порциями смеси гексан – этилацетат (50:50, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п.2.5.5.). Промывают колонку 120 мл элюента №1. Элюат отбрасывают. Имидаклоприд элюируют 70 мл элюента №2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 250 мл. Раствор упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и 20 мкл раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.7. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы Waters с УФ детектором (Waters 2487) или другой с аналогичными характеристиками.
Рабочая длина волны 268 нм.
Предколонка Waters Symmetry C-18 для защиты аналитической колонки.
Колонка Symmetry C-18 (250 x 4.6) мм, 5 мкм (Waters, USA). Подвижная фаза: ацетонитрил – вода в соотношении 20:80. Скорость потока 1 мл/мин. Время удерживания имидаклоприда 11.9±0.2 мин.
Объем вводимой пробы 20 мкл.
Линейный диапазон детектирования 0.1 – 2.0 мкг/мл.

2.6.8. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной градуировки, содержание имидаклоприда в образцах воды, почвы или растительных материалов (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_2 \cdot C \cdot V}{S_1 \cdot P},$$

где S_1- площадь пика имидаклоприда в стандартном растворе, мм;

S_2- площадь пика имидаклоприда в анализируемой пробе, мм;
V - объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, мл;
P - навеска анализируемого образца, г, (для воды - объем, мл);
C - концентрация стандартного раствора имидаклоприда, мкг/мл.
Содержание остаточных количеств имидаклоприда в анализируемом образце вычисляют как среднее из 3-х параллельных определений.
Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор имидаклоприда 2мкг/мл, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

3. Требования техники безопасности

При проведении работы необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе в химических лабораториях, а также инструкции по эксплуатации жидкостного хроматографа и других используемых приборов.

4. Контроль погрешности измерений.

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

5. Разработчики

Цибульская И.А., Долженко В.И., Юзихин О.С., Привезенцев В.В., Черменская Т.Д.
(Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений, Санкт-Петербург).

Список литературы:

1. The pesticide manual. Ed. C.D.S.Tomlin. British Crop Protection Council. 1997. PP.696-697.
2. Рекомендации к применению имидазолиноновых гербицидов на посевах зернобобовых культур в России. Научно-техническая информация. ВНИИФ, БАСФ. М.: 2003. 95 с.
3. Список пестицидов и агрохимикатов разрешенных к применению на территории Российской Федерации. 2003 год. Справочное издание. 440 с.
4. Методические указания по определению остаточных количеств имазамокса в почве, воде, зерне и масле сои хроматографическими методами (от 18.12.00). Всероссийский научно-исследовательский институт фитопатологии, отдел гербологии. 2000 г. М.: ЦИНАО. 2001.

gost.e-ecolog.ru