Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Сборник № 24

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1996 г.

gost.e-ecolog.ru

"Утверждено" Минздравом России

29 июля 1991 г.

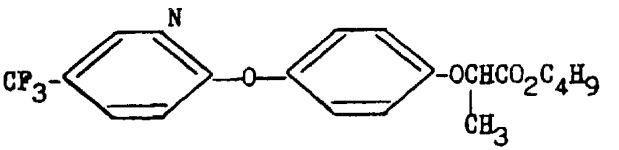
N 6169-91.

Временные методические указания по определению флуазифопа-R в корнеплодах сахарной свеклы, луке и зеленой массе растений методом газожидкостной хроматографии.

1. Краткая характеристика препарата.

Бутиловый эфир R-2-[4-(5-трифторметилпиридил-2-окси)- фенокси] пропионовой кислоты. бутиловый эфир.

Торговое название: фюзилад супер, ф. Зенека, Англия.



Эмпирическая формула: $C_{19}H_{20}F_3NO_4$

Молекулярная масса:383

Химически чистый бутиловый эфир представляет собой жидкость светло-соломенного цвета без запаха с температурой кипения ~170° С/ 0,5 мм.рт.ст., плотность 1,20-1,22 г/см^3, давление паров $5{,}5 \times 10^{-5}$ Па при 20° С.

В биологических средах легко гидролизуется до соответствующей кислоты. Период полураспада в воде составляет 2 дня, в почве - менее одной недели, в растениях эфир разрушается до кислоты в среднем в течение 1-2 недель в зависимости от вида растений.

Растворимость эфира в хлористом метилене, ксилоле, ацетоне, этаноле, этилацетате, гексане свыше 1000 г/л, плохо растворим в воде (2 мг/л при 25 ° С).

Флуазифоп-R-бутил малотоксичен для человека и теплокровных животных ($ЛД_{50}$ для крыс 2451-3680 мг/кг), обладает слабым кожно-резорбтивным действием. Технический продукт может вызывать раздражение слизистых оболочек глаз.

Разработчики: В.А.Калинин, Т.С.Калинина, А.В.Довгилевич, Е.В.Довгилевич (Московская сельскохозяйственная академия имени К.А.Тимирязева)

Химически чистая кислота (флуазифоп-R) - белый кристаллический порошок. Хорошо растворима в метаноле, этаноле, ацетоне и ксилоле, плохо растворима в воде.

Относительно стабильна в кислой среде, период полураспада в почве от 5 до 20 недель. Очень медленно расщепляется по пиридиновой эфирной связи. Кислота среднетоксична для человека и теплокровных животных. Обладает слабым кожно-резорбтивным действием. Технический продукт может вызывать раздражение слизистых оболочек глаз.

Для фюзилада-супер ПДК в воде и почве и МДУ в продуктах питания не установлены. Для Фюзилада МДУ в корнеплодах столовой свеклы составляет 0,1, сахарной свеклы - 0,02, в луке, плодах, винограде - 0,02, в моркови - 0,03 мг/кг. ПДК в воде - 0,01 мг/л, в почве - 0,3 мг/кг.

Фюзилад-супер - новый селективный послевсходовый гербицид, эффективный в борьбе с однолетними и многолетними злаковыми сорняками. Не действует на двудольные культуры и сорняки. Разрешен для применения в СНГ в виде 12,5% концентрата эмульсии на посевах овощных культур (морковь, лук, петрушка корневая, томаты, капуста белокочанная, огурцы), льна, хлопчатника, рапса, зернобобовых, люпина, клевера, конопли, всех видов свеклы и картофеля при нормах расхода 2-3 л/га. На плантациях плодовых, цитрусовых и винограде, а также для борьбы с особо злостными злаковыми сорняками - 4-6 л/га.

2. Методика определения фюзилада-супер (флуазифопа-R) в корнеплодах сахарной свеклы, луке и зеленой массе растений методом газожидкостной хроматографии.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на определении фюзилада-супер с помощью газожидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации электронов на неподвижной фазе ХЕ-60 или OV-17 после экстракции (в виде кислоты) органическим растворителем, очистки экстракта путем двукратного перераспределения действующего вещества из кислой среды в щелочную, перевода его в органический растворитель, бутилирования кислоты, последующего бромирования и очистки продукта на колонке с силикагелем. Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода.

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в интенсивной технологии выращивания сельскохозяйственных культур (хлор- и фосфорорганические пестициды, симм-триазины, амиды, синтетические пиретроиды, фенилмочевины, тио- и дитиокарбаматы).

2.1.3. Метрологическая характеристика метода (табл 1, табл 2).

2.2. Реактивы и материалы.

Флуазифоп-R (фюзилад-супер кислота) с содержанием д.в. 99,8%.

Спирт этиловый, ректифицированный, ТУ 6-09-1710-77.

Водно-спиртовой раствор щелочи (смесь 950 мл спирта этилового с 50 мл

20% водного раствора NaOH).

Эфир диэтиловый (для наркоза, Фармакопея СССР).

н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.

Кислота серная, концентрированная, ч., ГОСТ 4204-77.

Кислота серная - 4 н водный раствор.

Этиловый эфир уксусной кислоты, ч.д.а., ГОСТ 22300-76.

Раствор этилацетата в н-гексане - 8% (по объему).

Натрия гидроокись, х.ч., ГОСТ 4328-77, 10 и 20% водный раствор.

Натрий сернокислый, безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76.

Натрий хлористый, ч.д.а., ГОСТ 4233-77.

Насыщенный раствор хлористого натрия в воде.

Натрий бикарбонат, х.ч., ГОСТ 4201-79, 5% водный раствор.

Вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72.

Хлороформ (Фармакопея СССР).

н-Бутанол, х.ч., ГОСТ 6006-78, свежеперегнанный.

Бром, ГОСТ 4109-79.

Перманганат калия, х.ч., ГОСТ 20490-75, 1% водный раствор.

Аммоний хлористый, х.ч., ГОСТ 3773-60.

Кислота орто-фосфорная 85%, ГОСТ 6552-80.

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79.

Цеолит.

Раствор для бутилирования: осторожно приливают 2 мл концентрированной серной кислоты к 80 мл н-бутанола в мерную колбу на 100 мл, перемешивают и доводят до метки бутанолом. Готовят непосредственно перед определением.

Коагулирующие растворы:

раствор 1: в мерную колбу на 1000 мл помещают 6,25 г хлористого аммония, 10 мл орто-фосфорной кислоты и доводят объем до метки дистиллированной водой; **раствор 2:** в мерную колбу на 1000 мл помещают 6,25 г хлористого аммония, 10 мл орто-фосфорной кислоты, 100 мл ацетона и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Силикагель Л 100/250 меш, Хемапол, ЧССР.

Насадки для колонки: 5% ХЕ-60 на Инертоне-супер, размер частиц - 0,12-0,16 мм Хемапол, ЧССР.

3% OV-17 на Инертоне-супер, размер частиц - 0,16-0,20 мм. Хемапол, ЧССР.

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

2.3. Приборы, аппаратура, посуда.

Газовый хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации электронов "Цвет-550" или другой аналогичного типа (предпочтителен детектор с ^{63}Ni).

Встряхиватель механический, ТУ 64-1-1081-73.

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Вакуумный насос масляный, тип ВН-461-М.

Водоструйный насос, ГОСТ 10696-75.

Баня водяная, ТУ 46-22-603-75.

Колонки для адсорбционной хроматографии длиной 15 см, диаметр 1,5 см.

Колбы конические плоскодонные на 100 и 250 мл, КПШ-100, КПШ-250, ГОСТ 10394-72.

Воронки для фильтрования, стеклянные, ГОСТ 8613-75.

Воронки делительные на 250 и 500 мл, ГОСТ 10054-75.

Концентраторы грушевидные (конические) НШ 19, КГУ-100-14/19, ТС, ГОСТ 10394-72.

Пипетки мерные на 0,1; 1,0; 5,0; 10; 25 мл, ГОСТ 20292-74.

Стаканы стеклянные на 100 мл, ГОСТ 6236-72.

Колбы мерные на 25, 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Фильтры бумажные "синяя лента", ТУ 6-09-2678-77.

Универсальная индикаторная бумага, ТУ 6-09-1181-76.

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" (N 2051-79 от 21.08.79). Отобранные пробы хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре не выше +4° С. Для длительного хранения растительные образцы замораживаются (лучше жидким азотом) и хранятся в холодильнике при -10° С в течение 1 месяца; предварительно определяется содержание влаги.

Перед анализом корнеплоды свеклы растирают на терке, лук-репку и растительный материал режут ножом на кусочки длиной 0,5 см.

2.5. Подготовка к определению.

2.5.1. Приготовление колонки с силикагелем для очистки бромпроизводного бутилового эфира Флуазифопа-R.

2.5.1.1. Заполнение колонки силикагелем.

В стеклянную или пластмассовую колонку длиной 15 см, диаметром 1,5 см помещают на дно чистую стекловату, колонку заполняют 3,5 г силикагеля Л 100/250 меш, уплотняя сорбент путем легкой вибрации. На слой силикагеля наносят слой безводного сернокислого натрия толщиной 1 см. За день до определения промывают заполненную колонку 40 мл 8% раствора этилацетата в н-гексане со скоростью 2-3 капли в секунду. После этого колонка готова к работе.

2.5.1.2. Проверка хроматографического поведения бромпроизводного бутилового эфира флуазифопа-R на колонке.

В подготовленную колонку вносят 4 мл стандартного раствора бромпроизводного бутилового эфира флуазифопа-R с концентрацией 0,1 мкг/мл (раздел 2.5.3.). Колонку промывают 10 мл н-гексана со скоростью 2-3 капли в секунду, не допуская осушения верхнего слоя адсорбента. После этого пропускают через

колонку 5-6 порций по 5 мл 8% раствора этилацетата в н-гексане, собирая их в отдельные емкости. Собранные фракции упаривают досуха, сухой остаток растворяют в 1-2 мл н-гексана и вводят в хроматограф 5 мкл пробы.Фракции, содержащие бромпроизводное бутилового эфира флуазифопа-супер, объединяют, упаривают досуха, сухой остаток вновь растворяют в 4 мл н-гексана и вводят в хроматограф 5 мкл пробы. Расчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту элюирования вещества из колонки и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание: Хроматографическое поведение бромпроизводного бутилового эфира флуазифопа-R на колонке обязательно проверяют при обработке методики и каждый раз при использовании новой партии силикагеля.

2.5.2. Подготовка и кондиционирование колонки.

Готовую насадку (5% ХЕ-60 или 3% OV-17 на Инертоне-супер) засыпают в стеклянную колонку, ее входную и выходную части уплотняют стекловатой и устанавливают в термостат хроматографа для стабилизации в токе воздуха при температуре 240 или 280° С в течение 8-10 часов, не подключая к детектору.

2.5.3. Приготовление стандартных растворов.

Взвешивают 50 г флуазифопа-R в мерной колбе на 50 мл, растворяют навеску в этаноле и доводят объем до метки этанолом (стандартный раствор N 1, концентрация 1 мг/мл). Стандартный раствор N 1 можно хранить в холодильнике в течение 1 месяца. Методом последовательного разбавления готовят стандартный раствор N 2 с концентрацией 10 мкг/мл.

Для построения градуировочного графика отбирают 1 мл стандартного раствора N 2 в конический концентратор, удаляют растворитель током теплого воздуха и проводят бутилирование и последующее бромирование флуазифопа-супер как указано в разделе 2.6.2 и 2.6.3. Переносят 5 мл гексанового экстракта в мерную колбу на 50 мл, доводят объем до метки гексаном и перемешивают. Получают раствор с концентрацией Флуазифопа-R 0,1 мкг/мл.Из него последовательным разбавлением готовят растворы с концентрациями 0,05; 0,025; 0,01; 0,005 мкг/мл. Вводят в хроматограф по 5 мкл каждого из полученных пяти растворов, измеряют высоту пиков и строят график зависимости высоты пика (мм) от концентрации флуазифопа-R (мкг/мл).

2.6. Описание определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстракта.

2.6.1.1. Определение остаточных количеств фюзилада-супер в луке.

К навеске 10 г измельченного лука-репки добавляют 50 мл водно-спиртового раствора щелочи (950 мл этанола и 50 мл 20% водного раствора NaOH), встряхивают 1 час, оставляют на ночь и затем встряхивают еще 1 час. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр. К 10 мл фильтрата прибавляют 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия, 25 мл воды и доводят pH раствора до 2-3 добавлением 4 н серной кислоты. Экстрагируют диэтиловым эфиром (3 раза порциями по 20, 20 и 10 мл), встряхивая воронку каждый раз по 2 минуты.

К объединенному эфирному экстракту в делительной воронке добавляют

20 мл 5% раствора бикарбоната натрия и содержимое встряхивают 2 минуты. Эфирный слой отбрасывают, а к водному - порциями (осторожно! вспенивание!) добавляют 5 мл 4 н серной кислоты (pH раствора после подкисления 2-3). Экстрагируют подкисленный раствор диэтиловым эфиром (3 раза порциями по 20, 20 и 10 мл), встряхивая воронку каждый раз по 2 минуты.После каждой экстракции эфирный слой собирают в концентратор, пропуская его через слой безводного сульфата натрия. После пропускания последней порции эфирного экстракта сульфат натрия обмывают 20 мл эфира. Объединенные экстракты упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при нагревании не выше 30° С. Далее поступают как указано в разделе 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.1.2. Корнеплоды сахарной свеклы.

2.6.1.2.1. Из растертого на терке среднего образца корнеплодов свеклы взвешивают аналитическую пробу 10 г в конической колбе объемом 250 мл. Приливают в колбу 50 мл водно-спиртового раствора NaOH. Встряхивают в течение 1 часа и оставляют на ночь. После этого пробу встряхивают еще 0,5 часа и экстракт фильтруют методом декантации через плотный фильтр "синяя лента". Добавляют к навеске еще одну порцию 50 мл водно-спиртового раствора NaOH. Встряхивают образец 0,5 часа, экстракт фильтруют и объединяют с предыдущим.
2.6.1.2.2. Переносят 20 мл объединенного экстракта в делительную воронку объемом 250 мл, добавляют 10 мл дистиллированной воды, 20 мл насыщенного раствора хлористого натрия и подкисляют 4 н серной кислотой до pH 2-3. Прибавляют 20 мл диэтилового эфира, встряхивают воронку 2 минуты и после разделения фаз переносят органический слой в концентратор. Повторяют экстракцию дважды порциями по 20 и 10 мл эфира. Объединенную эфирную фракцию упаривают досуха в концентраторе.

К остатку добавляют 10 мл ацетона, 100 мл коагулирующего раствора 1 и 2 г измельченного цеолита. Встряхивают концентратор в течение 1 минуты, оставляют на 10 минут и фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку. Обмывают концентратор 50 мл коагулирующего раствора 2, фильтруют через тот же фильтр и объединяют фильтраты в делительной воронке.В воронку добавляют 20 мл хлороформа, встряхивают воронку 2 минуты и после разделения фаз переносят органический слой в стакан. Повторяют экстракцию дваждя порциями по 20 мл. Водную фазу отбрасывают, а органическую возвращают обратно в воронку. Добавляют к хлороформенному экстракту 20 мл 5% раствора бикарбоната натрия, встряхивают воронку 2 минуты и после разделения фаз органический слой отбрасывают.

Осторожно (вспенивание!) подкисляют водную фракцию в воронке 5 мл 4 н серной кислоты (pH раствора не выше 2-3!) и после окончания выделения пузырьков газа флуазифоп-R экстрагируют порциями диэтилового эфира 20, 20, и 10 мл. Эфирные экстракты собирают в коническом концентраторе, пропуская их через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе.

Далее поступают как указано в разделах 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.1.3. Зеленая масса растений.

2.6.1.3.1. Из измельченного на кусочки среднего образца зеленой массы растений взвешивают аналитическую пробу 10 г в конической колбе объемом 250 мл. Приливают в колбу 50 мл спиртово-щелочной смеси (50 мл 20% раствора NaOH доводят до 1000 мл этиловым спиртом), образец встряхивают 2 часа и экстракт фильтруют методом декантации через бумажный фильтр. Добавляют к навеске к остатку в колбе приливают еще одну порцию 50 мл спирто-щелочной смеси, встряхивают образец 0,5 часа, экстракт фильтруют и объединяют с предыдущим.

2.6.1.3.2. Переносят 20 мл объединенного экстракта в делительную воронку объемом 250 мл, добавляют 25 мл дистиллированной воды, 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия и препарат экстрагируют трижды петролейным эфиром порциями по 20 мл. Органический слой отбрасывают, а водный подкисляют 4 н серной кислотой до pH 2-3. Прибавляют 20 мл диэтилового эфира, встряхивают воронку 2 минуты и после разделения фаз переносят органический слой в концентратор.Повторяют экстракцию дважды порциями по 20 и 10 мл. Объединенную эфирную фракцию собирают в концентратор с 3 мл 1%-ного водного раствора перманганата калия. Смесь энергично встряхивают и дают отстояться в течение 5-10 минут, после чего смесь фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку объемом 250 мл. Водный слой отбрасывают.

К эфирному экстракту в делительной воронке добавляют 20 мл 5% раствора бикарбоната натрия и встряхивают 2 минуты. Эфирный слой отбрасывают, а к водному - порциями (осторожно! вспенивание!) добавляют 5 мл 4 н серной кислоты (pH раствора после подкисления 2-3). Экстрагируют подкисленный раствор диэтиловым эфиром (3 раза порциями по 20, 20 и 10 мл), встряхивая воронку каждый раз по 2 минуты.После каждой экстракции эфирный слой собирают в концентратор, пропуская его через слой безводного сульфата натрия. После пропускания последней порции эфирного экстракта сульфат натрия обмывают 20 мл эфира. Объединенные экстракты упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при нагревании не выше 30° С. Далее поступают как указано в разделах 2.6.2.-2.6.4.

2.6.2. Бутилирование.

К сухому остатку в концентраторе добавляют 1 мл 2%-ного раствора концентрированной серной кислоты в бутаноле. Плотно (!) закрывают концентратор пробкой и нагревают при 100° С в течение 30 минут.

2.6.3. Бромирование бутилового эфира Флуазифопа-R.

К раствору после бутилирования (раздел 2.6.2.) в концентраторе добавляют 1 мл гексана и 0,2 мл брома, плотно закрывают пробкой и оставляют на 30 минут. Затем добавляют в концентратор 9 мл гексана, 20-25 мл дистиллированной воды и 5-10 мл 10%-ного водного раствора NaOH. Смесь интенсивно встряхивают и после разделения фаз органический слой очищают в соответствии с разделом 2.6.4.

Примечание: При анализе образцов лука очистку бромпроизводного бути-

лового эфира флуазифопа-R можно не проводить.

2.6.4. Очистка бромпроизводного бутилового эфира флуазифопа-R.

При анализе образцов корнеплодов сахарной свеклы в подготовленную и промытую 8%-ным раствором этилацетата в гексане колонку вносят 4 мл гексановой фазы (см. раздел 2.6.3.) Прибавляют последовательно 10 мл гексана и 5 мл 8%-ного раствора этилацетата в н-гексане, пропуская их через колонку со скоростью 2-3 капли в секунду. Элюаты отбрасывают. Затем пробу элюируют 20 мл 8%-ного раствора этилацетата в н-гексане. Элюат собирают в концентратор и упаривают досуха. Остаток растворяют в 1,6 мл н-гексана и вводят в хроматограф 5 мкл образца.

При анализе образцов зеленой массы растений в подготовленную и промытую 8%-ным раствором этилацетата в гексане колонку вносят 2 мл гексановой фазы (см. раздел 2.6.3.). Прибавляют последовательно 12 мл гексана и 5 мл 8%-ного раствора этилацетата в н-гексане, элюируют их из колонки со скоростью 2-3 капли в секунду. Элюаты отбрасывают. Затем пробу элюируют 20 мл 8%-ного раствора этилацетата в н-гексане. Элюат собирают в концентратор и упаривают досуха. Остаток растворяют в 4-10 мл гексана и вводят в хроматограф 5 мкл образца.

2.6.5. Условия хроматографирования.

Хроматограф "Цвет-550" с детектором постоянной скорости рекомбинации электронов. Рабочая шкала электрометра $16x10^{10}$. Скорость движения ленты самописца 240 мм/час.

Колонка стеклянная, спиральная, 3м х 3 мм, заполненная 3% OV-17 на Инертоне.

Температура термостата колонки - 260° С, детектора - 340° С, испарителя - 270° С.

Скорость газа-носителя 30 мл/мин.

Объем пробы, вводимой в испаритель, - 5 мкл. Абсолютное время удерживания бромпроизводного бутилового эфира Фюзилада-супер 8 мин 01 сек. Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,025-0,5 нг.

Альтернативная фаза: 5% ХЕ-60 на Инертоне-супер 80-100 меш, длина колонки 2 м, температура термостата колонки 230° С, детектора - 300° С, испарителя - 250° С. Скорость газа-носителя 30 мл/мин. Абсолютное время удерживания 4 мин 36 сек.

Каждую анализируемую пробу вводят 3 раза и вычисляют среднюю высоту пика. Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,1 мкг/мл, разбавляют так, чтобы концентрация анализируемого соединения соответствовала линейному динамическому диапазону детектора.

2.6.6. Обработка результатов анализов.

Содержание Фюзилада-супер расчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X=\frac{H_1.A.V.c}{H_0.m}$$

X - содержание гербицида в пробе, мг/кг;

H_0 - высота пика стандарта, мм;

H_1 - высота пика образца, мм;

A - концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

V - объем экстракта подготовленного для хроматографирования (мл);

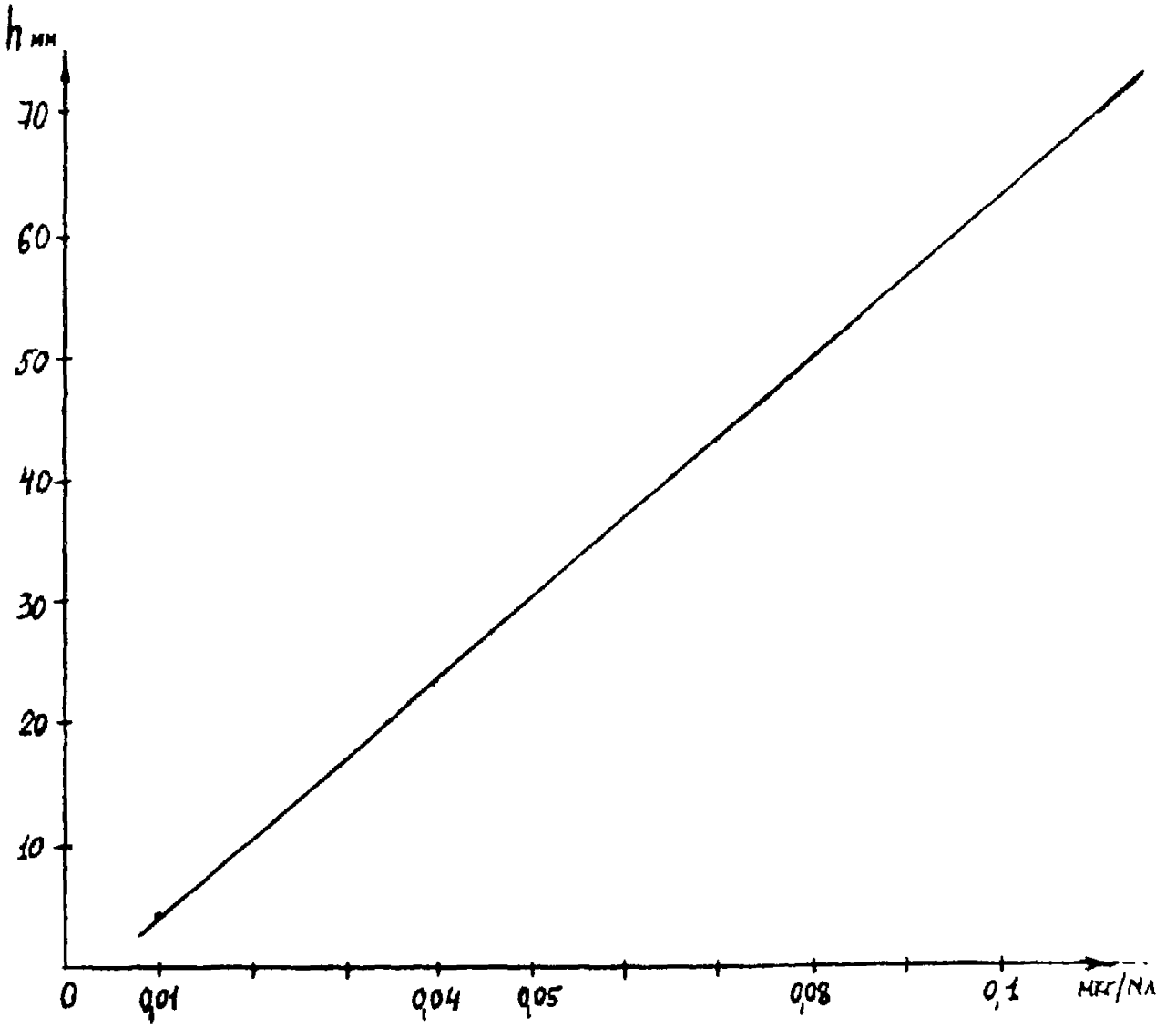
c - коэффициент разбавления, учитывающий взятие аликвот в ходе определения;

m - масса анализируемого образца, г.

3. Требования техники безопасности.

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

График линейной зависимости высоты пика стандарта Фюзилада от концентрации раствора. OV-17 3 %, 2 м 16 х 10^{10}



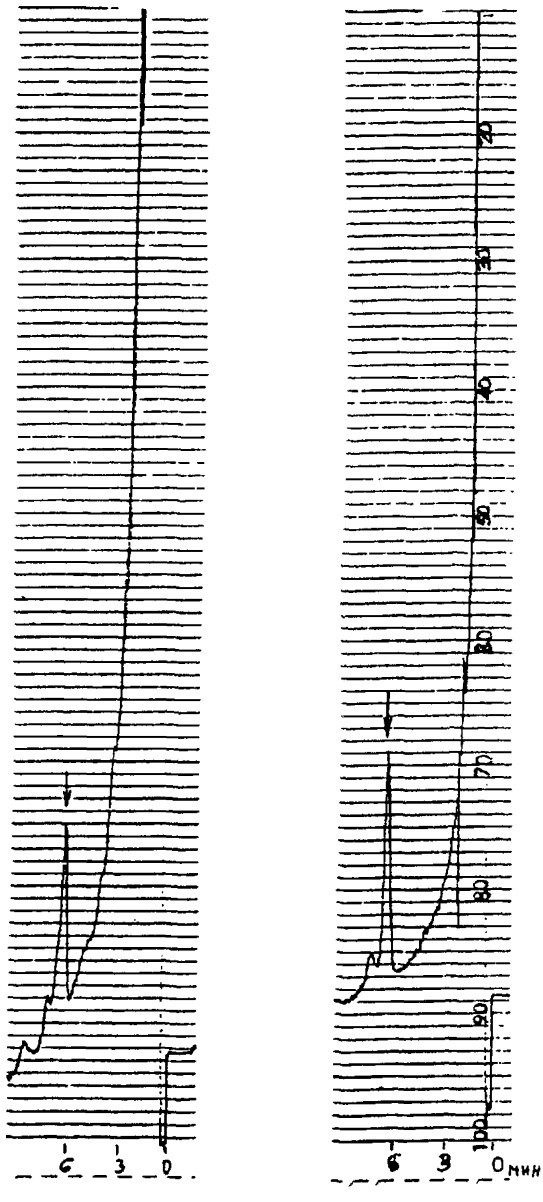


Рис.1. Хроматограммы образцов лука (репка): внесено в образец - 0,5 мг/кг; фюзилад (стандарт) - 0,1 мкг/мл.

Усилитель - 16 x 10^{10}. Неподв. фаза OV-17 3%, 2 м, Цвет 550.

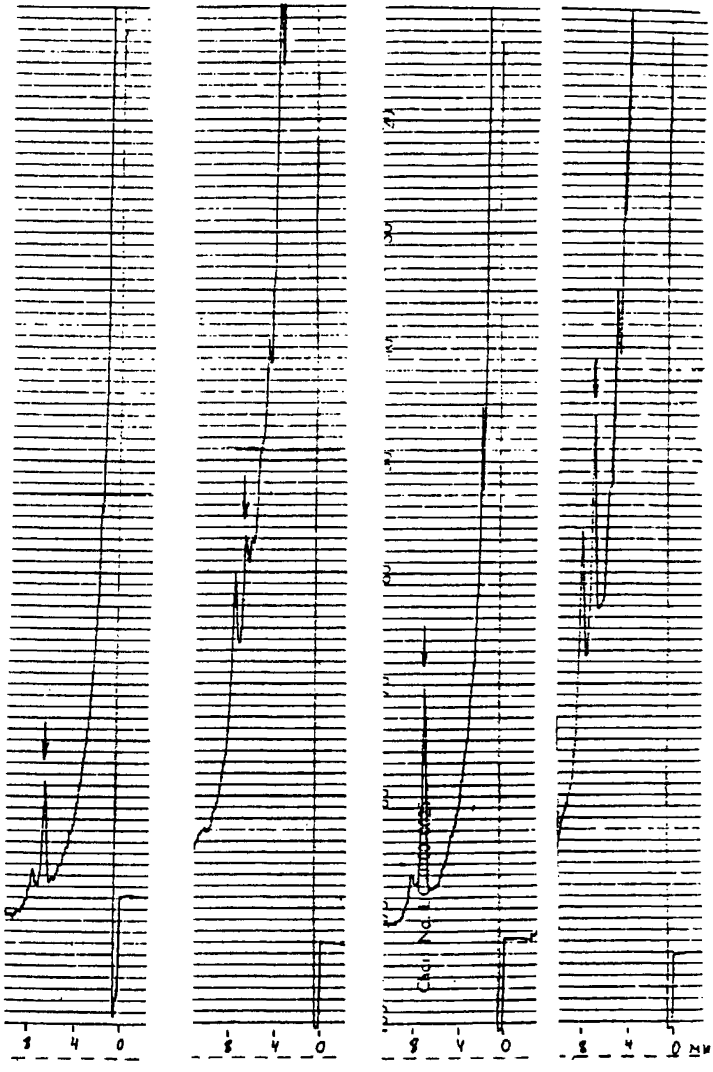


Рис.2. Хроматограммы образцов лука (репка): фюзилад (стандарт) - 0,04 мкг/мл; внесено в образец 0,1 мг/кг; фюзилад (стандарт) - 0,08 мкг/мл; внесено в образец - 0,2 мг/кг.

Усилитель 16 х 10^{10}. Неподв. фаза OV-17 3%, 2 м, Цвет 550.

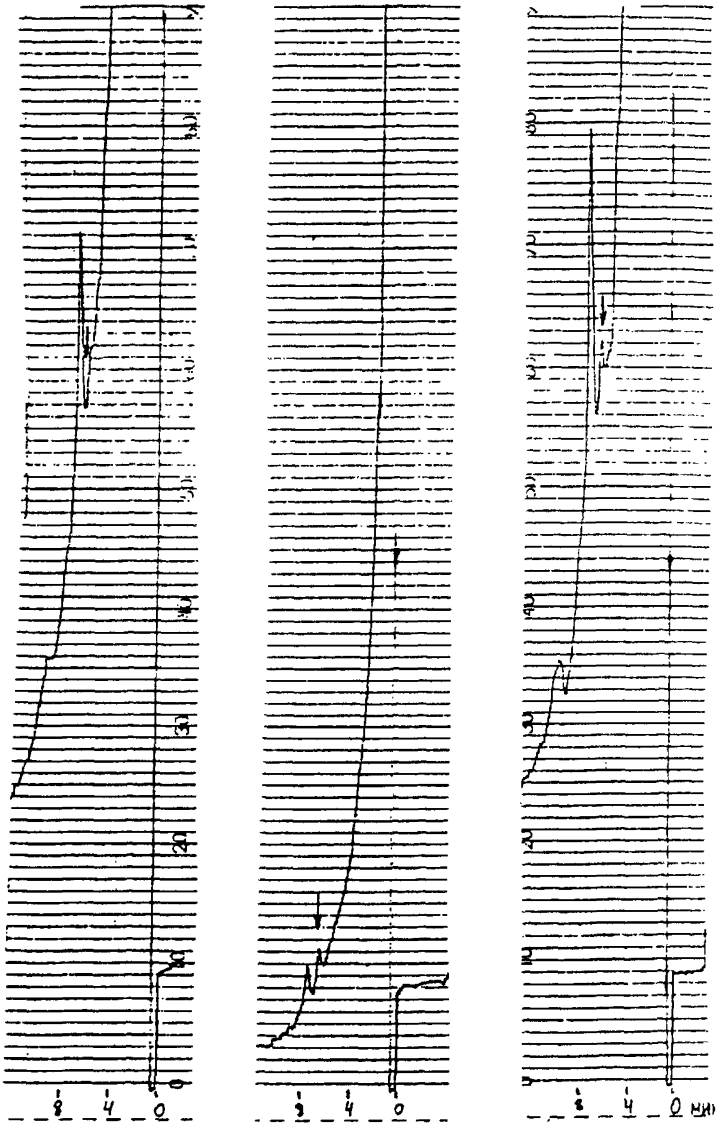


Рис.3. Хроматограммы образцов лука (репка): контроль без внесения; фюзилад (стандарт) - 0,01 мкг/мл; внесено в образец - 0,05 мг/кг.

Усилитель - 16 х 10^{10}. Неподв. фаза OV-17 3%, 2 м, Цвет 550.

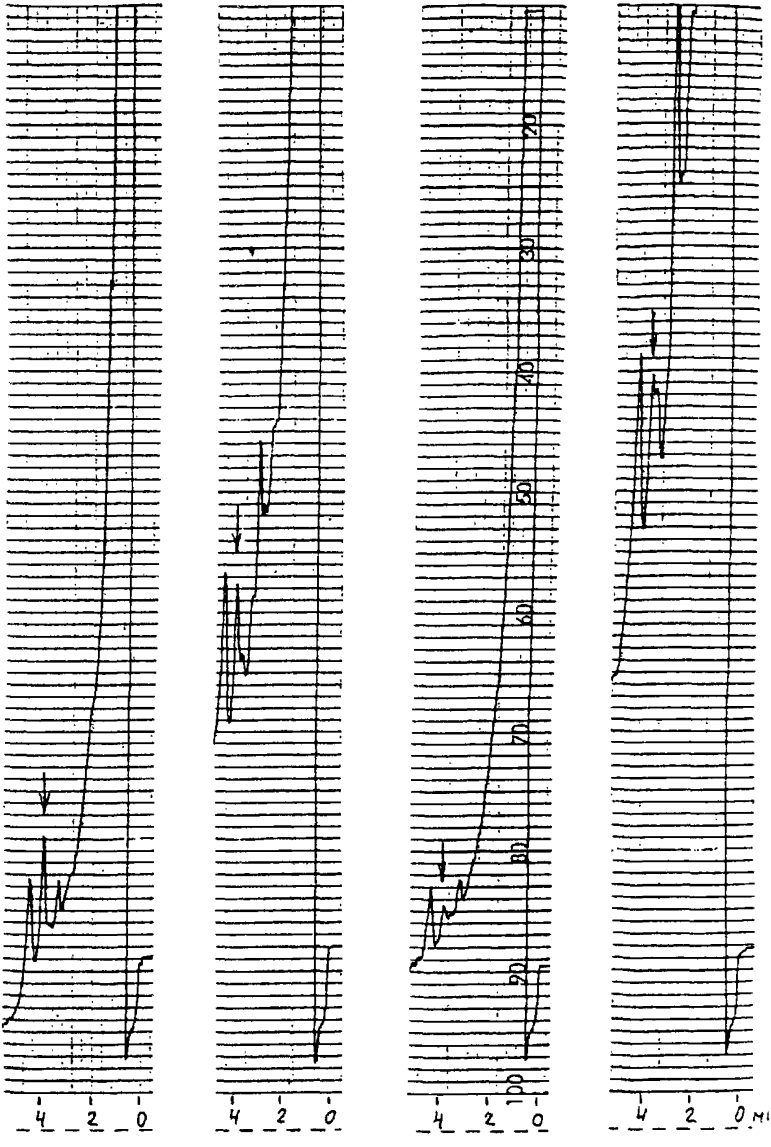


Рис.4. Хроматограммы образцов сах.свеклы: фюзилад (стандарт) - 0,04 мкг/мл; внесено в образец - 0,1 мг/кг; фюзилад (стандарт) - 0,01 мкг/мл; внесено в образец - 0,02 мг/кг.

Усилитель 16 x 10^{10}. Неподвижная фаза OV-17 3%, 3 м. Цвет 550.

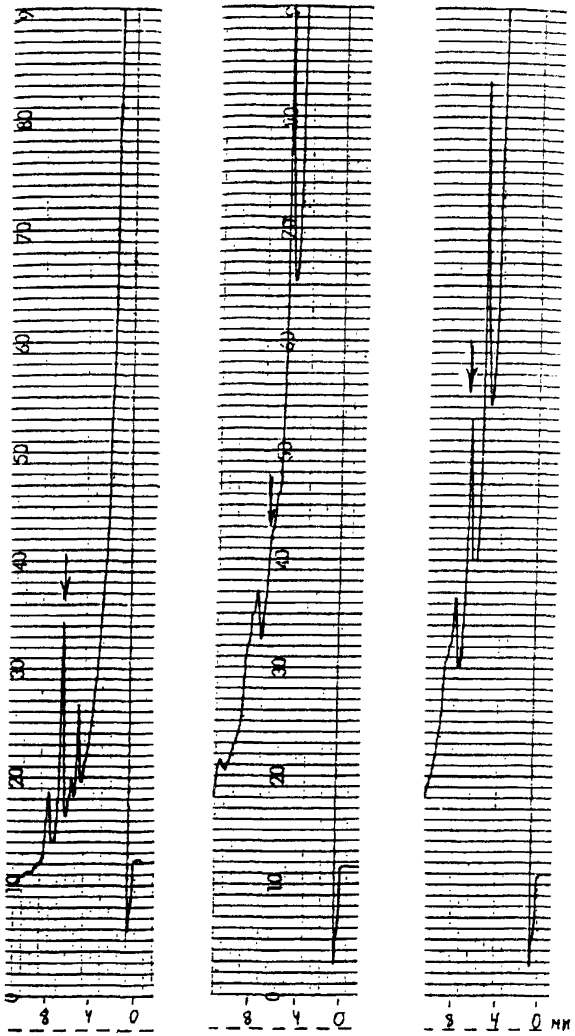


Рис.5. Хроматограммы образцов Зеленой массы: фюзилад (стандарт) - 0,1 мкг/мл; контроль (без внесения); внесено в образец - 0,5 мг/кг.

Усилитель 16 х 10^{10} . Неподв. фаза OV-17 3%, 3м. Цвет 550.

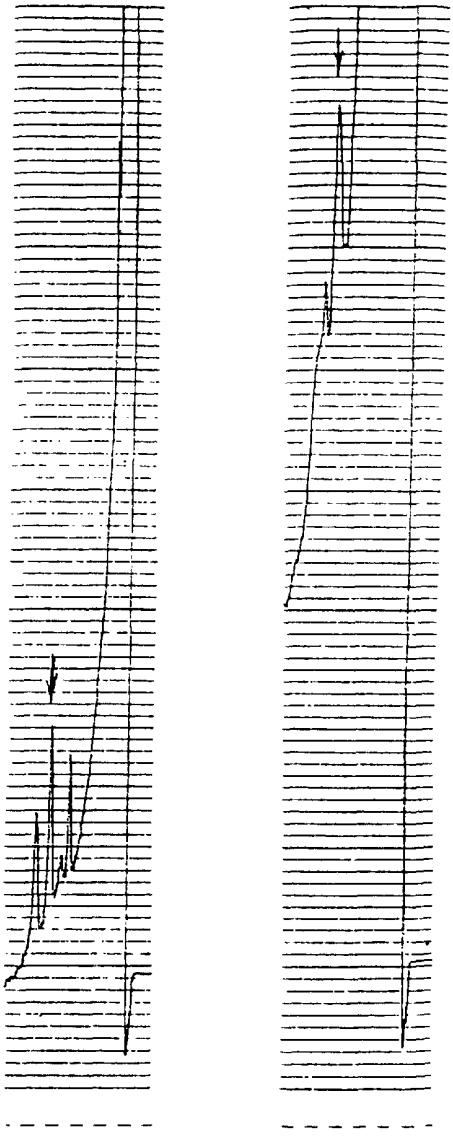


Рис.6. Хроматограммы образцов зеленой массы: фюзилад (стандарт) - 0,08 мкг/мл; внесено в образец 0,2 мг/кг.

Усилитель 16 х 10^{10}. Неподв. фаза OV-17 3%, 3 м. Цвет 550.

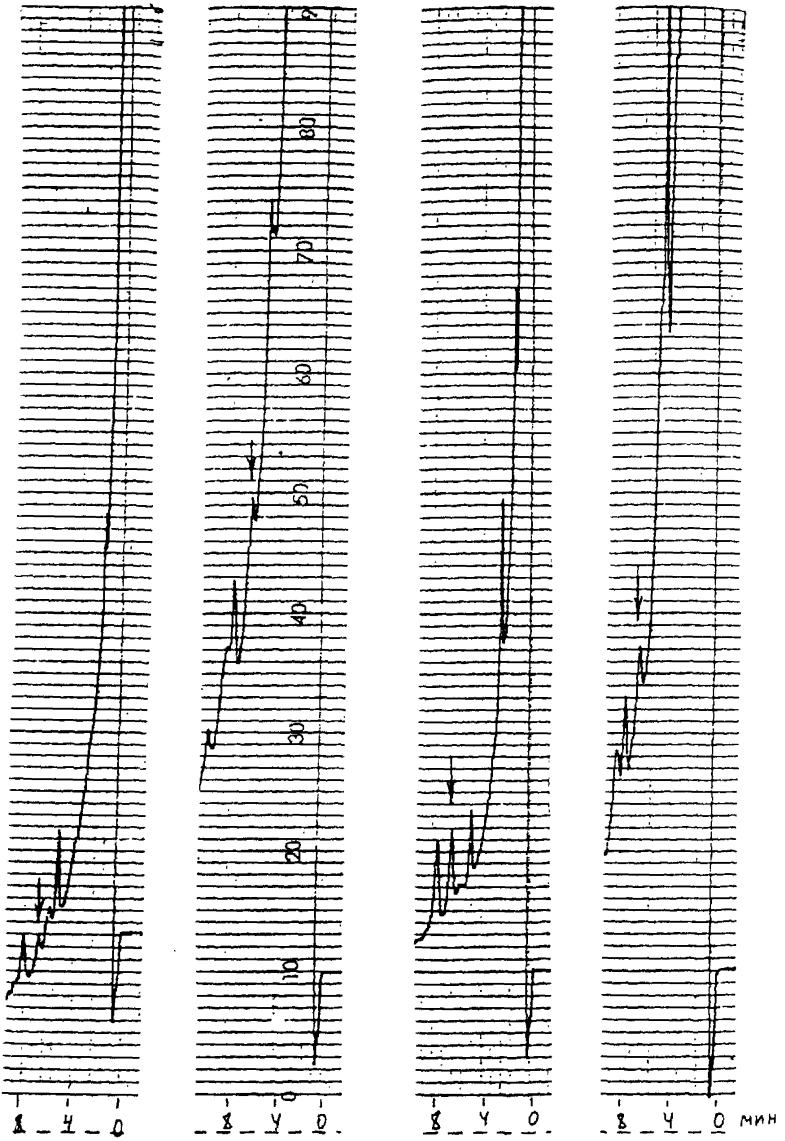


Рис.7. Хроматограммы образцов зеленой массы: фюзилад (стандарт) - 0,01 мкг/мл; внесено в образец - 0,02 мг/кг; фюзилад (стандарт) - 0,04 мкг/мл; внесено в образец - 0,1 мг/кг.

Усилитель 16 х 10^{10}. Неподв. фаза OV-17 3%, 3 м. Цвет 550.

gost.e-ecolog.ru