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 4**
**МУК 4.1.1225—1228—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 4**
**МУК 4.1.1225—4.1.1228—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. 4.

ISBN 5—7508—0602—2

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин) при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов). Разработчики методик контроля указаны в конце каждой из них.

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по госсанэпиднормированию 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 16 марта 2003 г.

4. Введены впервые.

**ББК 51.23+51.21**

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

Подписано в печать 10.03.06

Формат 60x88/16 Печ. л. 2,75

Тираж 500 экз. Заказ 13
(1-й завод 1—200 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 гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел. 952-50-89

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

# Содержание

Измерение концентраций метсульфурон-метила в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1225—03 ..... 4

Определение остаточных количеств никосульфурона в воде, почве, зерне и зеленой массе кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1226—03 ..... 15

Измерение концентраций никосульфурона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1227—03 ..... 24

Определение остаточных количеств спироксамина в воде, почве, зерне, зеленой массе и соломе злаковых культур, винограде методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1228—03 ..... 30

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

# Измерение концентраций никосульфурона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

## Методические указания МУК 4.1.1227—03

## 1. Вводная часть

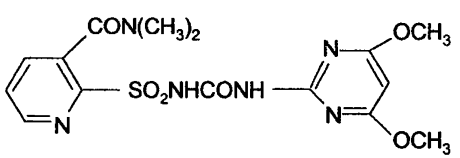
Фирма-производитель: Зенека (Великобритания).

Торговое наименование препарата: АКЦЕНТ, НИССХИН.

Название действующего вещества по номенклатуре ИСО: никосульфурон.

Название действующего вещества по номенклатуре ИЮПАК: 2-(4,6-диметоксипиримидин-2-илкарбомоил-сульфамоил)-N,N-диметилникотинамид.

Структурная формула:




Эмпирическая формула: $C_{15}H_{18}N_6O_6S$.

Молекулярная масса: 410,40.

Химически чистый никосульфурон представляет собой бесцветное кристаллическое вещество без запаха.

Температура плавления: 172—173 °С.

Растворимость: хорошо растворим в дихлорметане, толуоле, хлороформе; удовлетворительно – в ацетонитриле, ацетоне, этаноле; прак-

тически не растворим в гексане; растворимость в воде (в мг/л): 44 (pH 3,5) и 120000 (pH 7,0).

*Область применения* препарата: никосульфурон – послевсходовый гербицид для борьбы с широким кругом одно- и многолетних сорняков.

## 2. Методика измерения концентраций никосульфурона в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

### *2.1. Основные положения*

#### *2.1.1. Принцип методики*

Методика основана на определении никосульфурона с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с ультрафиолетовым детектором.

Отбор воздуха осуществляется концентрированием аэрозоля на бумажные фильтры «синяя лента».

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

#### *2.1.2. Избирательность метода*

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии компонентов препаративной формы, а также пестицидов, применяемых в интенсивной технологии выращивания сельскохозяйственных культур (хлор- и фосфорорганические пестициды, симм-триазины, фенилмочевины, тио- и дитиокарбоматы).

#### *2.1.3. Метрологическая характеристика метода (P = 0,95)*

Число параллельных определений – 6
Предел обнаружения в хроматографируемом объеме – 5,0 нг
Предел обнаружения – 0,01 мг/м$^3$ (при отборе 25 л воздуха)
Диапазон определяемых концентраций – 0,01—0,10 мг/м$^3$
Среднее значение определения – 95,02 %
Стандартное отклонение ($S$) – 1,18 %
Относительное стандартное отклонение (DS) – 0,67 %
Доверительный интервал среднего – 1,72 %
Суммарная погрешность измерения не превышает 14 %

### *2.2. Реактивы, материалы и растворы*

Никосульфурон с содержанием д.в. 94,8 %
Ацетонитрил для хроматографии, хч ТУ 6-09-4326—76

| | |
|---|---|
| Вода бидистиллированная, деионизованная или перегнанная над $KMnO_4$ | |
| Хлороформ (Фармакопея СССР) | |
| Кислота уксусная, ледяная | ГОСТ 61—75 |
| Бумажные фильтры «синяя лента», обеззоленные предварительно промытые хлороформом | ТУ 6-09-2678—77 |

### *2.3. Приборы, аппаратура, посуда*

| | |
|---|---|
| Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны Shimadzu (Япония) или аналогичный | |
| Хроматографическая колонка стальная, длиной 25 см, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Lichrosorb RP-8 или Hipersil ODS (альтернативная фаза), зернением 5 мкм | |
| Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа | |
| Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или аналогичный | ТУ 25-11-917—74 |
| Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные | ГОСТ 34104—80Е |
| Насос водоструйный | ГОСТ 10696—75 |
| Печь муфельная | |
| Аспирационное устройство достаточной разрешающей способности (типа ЭА-1) | ТУ 25-11-1414—78 |
| Барометр-анероид М-67, | ТУ 2504-1797—75 |
| Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, пределы измерения 0—55 °С, цена деления 1 °С | ГОСТ 215—73Е |
| Колбы мерные, вместимостью 100 и 1 000 мл | ГОСТ 1770—74 |
| Цилиндры мерные, вместимостью 10, 500 и 1 000 мл | ГОСТ 1770—74Е |
| Колбы грушевидные со шлифом, вместимостью 100 мл | ГОСТ 10394—72 |
| Стаканы химические, вместимостью 100 мл | ГОСТ 25336—82Е |
| Пипетки, вместимостью 0,1; 1,0 и 10 мл | ГОСТ 20292—74 |
| Фильтродержатели | |
| Стеклянные палочки | |
| Воронки конические диаметром 30—37 мм | ГОСТ 25336—82Е |

### *2.4. Отбор проб*

Отбор проб воздуха рабочей зоны проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

В течение 15 мин последовательно отбирают 3 пробы, для чего воздух аспирируют в течение 5 мин с объемным расходом 1—5 $дм^3$/мин через бумажный фильтр «синяя лента».

Фильтры с отобранными пробами, упакованные в полиэтиленовые пакеты, можно хранить в холодильнике не более 3 дней.

### *2.5. Подготовка к определению*

#### *2.5.1. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ*

Отмеряют 300 мл ацетонитрила, прозрачного при 254 нм, переносят в колбу на 1 000 мл, добавляют 5 мл уксусной кислоты и 695 мл бидистиллированной воды, фильтруют, дегазируют.

#### *2.5.2. Кондиционирование колонки*

Промыть колонку для ВЭЖХ системой ацетонитрил–вода–уксусная кислота (300 : 695 : 5) в течение 30 мин при скорости подачи растворителя 1 мл/мин. Включить детектор и подождать стабилизации базовой линии (5—15 мин).

#### *2.5.3. Приготовление стандартных растворов*

Стандартный раствор никосульфурона с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в ацетонитриле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранится в холодильнике не более 10 дней.

Рабочие стандартные растворы с концентрацией 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,5 мкг/мл готовят из раствора, содержащего 100 мкг/мл никосульфурона, соответствующим последовательным разбавлением подвижной фазой для ВЭЖХ (п. 2.5.1). Растворы немедленно после приготовления помещаются в холодильник, где хранятся не более 3 суток.

#### *2.5.4. Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика в инжектор хроматографа вводят по 20 мкл рабочего стандартного раствора никосульфурона с концентрацией 0,25; 0,5; 1,0; 1,5; 2,5 мкг/мл.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации.

Строят градуировочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации никосульфурона в растворе в мкг/мл.

### *2.6. Описание определения*

Бумажный фильтр с отобранной пробой переносят в химический стакан вместимостью 100 мл, заливают 10 мл хлороформа оставляют на 2—3 мин. Растворитель сливают, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр дважды обрабатывают новыми порциями хлороформа объемом 10 мл.

Далее объединенный экстракт упаривают в грушевидных колбах на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 45 °С почти досуха, оставшийся растворитель отдувают потоком теплого воздуха. Остаток растворяют в 1 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (2.5.1) и анализируют по п. 2.7.

### *2.7. Условия хроматографирования*

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Shimadzu (Япония)

Колонка стальная длиной 25 см, внутренним диаметром 4,6 мм

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил–вода–уксусная кислота (300 : 695 : 5, по объему)

Скорость потока элюента: 1 мл/мин

Рабочая длина волны: 254 нм

Чувствительность: 0,02 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 20 мкл

*2.7.1. Неподвижная фаза: Lichrosorb RP 8, зернением 5 мкм*

Время выхода никосульфурона: 6,5—7 мин

*2.7.2. Альтернативная неподвижная фаза: HipersilODS, зернением 5 мкм*

Время выхода никосульфурона: около 10 мин

Линейный диапазон детектирования: 5—50 нг

Образцы, дающие пики большие чем стандартный раствор с концентрацией 2,5 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

### *2.8. Обработка результатов анализа*

Содержание никосульфурона рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \cdot A \cdot W}{H_o \cdot V}$$, где

$X$ – содержание никосульфурона в пробе воздуха, мг/м$^3$;

$H_o$ – высота пика стандарта, мм;

$H_1$ – высота пика образца, мм;

$A$ – концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

$W$ – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

$V$ – объем пробы воздуха, отобранного для анализа, приведенного к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С), л

$$V = 0{,}383\frac{P}{273+T} \cdot u \cdot t$$, где

$T$ – температура воздуха при отборе пробы (на входе в аспиратор), °С;

$P$ – атмосферное давление при отборе пробы, мм рт. ст.;

$u$ – расход воздуха при отборе пробы, дм$^3$/мин;

$t$ – длительность отбора пробы, мин.

## 3. Требования техники безопасности

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

Калинин В. А., Довгилевич Е. В., Калинина Т. С., Довгилевич А. В.

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

gost.e-ecolog.ru