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
МУК 4.1.2845—11, 4.1.2851—4.1.2858—11

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—164 с.

1. Разработаны Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К. А. Тимирязева, Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» Минсельхоза России.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 28.12.2010 № 3).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 31.03.2011.

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Редактор Е. В. Николаева
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 15.07.11

Формат 60x88/16 Печ. л. 10,25

Тираж 200 экз. Заказ 94

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2011
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

Содержание

Определение остаточных количеств Азоксистробина (ICIA 5504) и его геометрического изомера (R 230310) в клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2845—11 4
Определение остаточных количеств Индоксакарба в луке-перо, луке-репке, плодах томата, томатном соке, семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2851—11 21
Определение остаточных количеств Квинмерака в воде, почве, семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2852—11 ... 43
Определение остаточных количеств Мезотриона в кукурузном масле методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2853—11 65
Определение остаточных количеств Проквиназида в зерне и соломе зерновых культур методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2854—11 82
Определение остаточных количеств Пропиконазола в ягодах земляники и ягодных кустарников методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2855—11 97
Определение остаточных количеств Просульфокарба в воде, почве и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2856—11 111
Определение остаточных количеств Тербутилазина в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2857—11 128
Определение остаточных количеств Топрамезона в воде, почве, зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2858—11 143

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
31 марта 2011 г.
Дата введения: с момента утверждения.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств Квинмерака в воде, почве, семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.2852—11

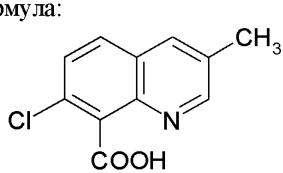
Общие положения и область применения

Свидетельство об аттестации методики от 06.10.2010 № 0048.27.09.10.

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации Квинмерака в воде в диапазоне 0,0005—0,005 мг/дм^3, в почве – 0,01—0,1 мг/кг, а также уровня остаточных количеств в семенах и масле рапса в диапазоне 0,05—0,5 мг/кг.

Название по ИЮПАК: 7-хлор-3-метилхинолинил-8-карбоновая кислота.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{11}H_8ClNO_2$.

Молекулярная масса: 221,63.

Агрегатное состояние: кристаллы.

Цвет, запах: бесцветный, без запаха.

Давление паров: < 0,01 мПа при 20 °С.

Коэффициент распределения октанол-вода при 20 °С: K_{ow} logP = –1,11 (pH 7).

Растворимость в воде г/дм^3 (при 20 °С): 240.

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, 20 °С): в ацетоне, хлористом метилене – 2,0, этаноле – 1,0, n-гексане, этилацетате – < 1,0.

Стабилен при нагревании и на свету и в водной среде при pH 3—9.

Квинмерак – слабая кислота: pKa – 4,32 (при 20 °С).

Умеренно стабилен в почве с $ДТ_{50}$ 12—38 дней в полевых условиях и умеренно подвижен с K_{oc} – 86 см^3/г.

Краткая токсикологическая характеристика: Квинмерак относится к веществам малоопасным по острой пероральной ($ЛД_{50}$ для крыс более 5 000 мг/кг) и дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для крыс более 2 000 мг/кг), но к умеренно опасным веществам по ингаляционной токсичности ($ЛК_{50}$ (4 ч) для крыс более 5 400 мг/м^3 воздуха). Не оказывает раздражающего действия на кожу и глаза кроликов.

Область применения: Квинмерак – синтетический ауксин (аналог индолилуксусной кислоты), индуцирующий образование в растениях этилена и абцизовой кислоты, избыток которых приводит к нарушению водного баланса и последующей гибели растений. Хорошо проникает в растение через корни и листья. Эффективно подавляет двудольные однолетние сорняки в посевах сахарной свеклы и рапса при норме расхода до 1,5 г д.в./га.

В России для Квинмерака установлены следующие гигиенические нормативы: МДУ в семенах рапса – 0,1 мг/кг.

1. Метрологическая характеристика метода

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений, приведенных в табл. 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительные интервалы среднего результата для полного диапазона концентраций ($n = 20$) приведены в табл. 2.

Таблица 1

Метрологические параметры для Квинмерака

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ± δ, %, P = 0,95	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Вода	менее 0,005	150	11	30	36
	0,005—0,01 вкл	100	6	16	22
Почва	0,01—0,1 вкл	50	9	25	30
Семена рапса	0,1—1,0 вкл	25	4,0	11,2	13,4
	0,01—0,1 вкл	50	5,0	14,0	20,0
Масло рапса	0,1—1,0 вкл	25	4,5	12,6	15,0
	0,01—0,1 вкл	50	6	16	22

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для Квинмерака

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Полнота извлечения вещества, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Вода	0,0005	0,0005—0,005	87,1	7,47	3,07
Почва	0,01	0,01—0,1	85,6	8,87	3,55
Семена рапса	0,05	0,05—0,5	78,7	5,2	1,92
Масло рапса	0,05	0,05—0,5	74,4	4,0	1,39

2. Метод измерения

Метод основан на определении Квинмерака в виде метилового эфира методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов после его экстракции из образцов ацетонитрилом (ацетоном), очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами, метилирования и дополнительной очистки полученного метилового эфира Квинмерака на колонках с Флоризилом.

Идентификация веществ проводится по времени удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Избирательность обеспечивается путем подбора колонки и изменения температуры колонки.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Весы аналитические «OHAUS», EP 114 с наибольшим пределом взвешивания до 110 г и дискретностью 0,0001 г, класс точности по ГОСТ 24104—2001 – специальный (I)	
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 600 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г «ACCULAB» V600, соответствуют классу точности по ГОСТ 24104—2001 – средний (III)	
Колбы мерные на 10, 25, 50, 100, 500 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Микрошприц для газовой хроматографии, объем 10 $мм^3$, фирма «Хроматэк», кат. № SO400	
Пипетки мерные на 1,0; 2,0; 5,0 $см^3$	ГОСТ 29227—91
pH-метр/милливольтметр pH-150 0…14 pH; ± 1999 мВ, номер госрегистрации 10663	
Хроматограф газовый «Кристалл 2000м» с детектором по захвату электронов (ЭЗД) с пределом детектирования по Линдану 4×10^{-14} $г/см^3$ и приспособлениями для капиллярной колонки. Номер в государственном реестре средств измерений 14516-95	
Хроматограф газовый «Цвет-560» с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов (ДПР) с пределом детектирования по Линдану не менее 4×10^{-10} $г/см^3$	Номер в государственном реестре средств измерений 14516—95
Цилиндры мерные на 10, 25 и 50 $см^3$	ГОСТ 1770—74

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Квинмерак, CAS 90717-03-6, аналитический стандарт с содержанием д.в. не менее 98,0 %,	

фирма «Dr. Ehreustorfer GmbH», аккредитованная по ИСО-9001-2000	
Азот, осч	ГОСТ 9293—74
Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил, осч, УФ-200 нм	ТУ 6-09-2167—84
Вода бидистиллированная (бидистиллят), деионизированная или перегнанная над $KMnO_4$	ГОСТ 6709—72
Гелий очищенный, марки «А»	ТУ 51-940—80
Калий гидроокись, ч.д.а.	ГОСТ 24363—80
Калий марганцово-кислый, ч.д.а.	ГОСТ 20490—75
Калий фосфорно-кислый двузамещённый, 3-водный, ч.д.а.	ГОСТ 2493—75
Кальций хлористый безводный, ч.	ТУ 6-09-4711—81
Карбамид (мочевина), ч.д.а.	ГОСТ 6691—77
Кислота муравьиная, ч.д.а.	ГОСТ 5848—73
Кислота серная, х.ч.	ГОСТ 4204—77
Кислота соляная, х.ч.	ГОСТ 3118—77
Метиламин гидрохлорид, ч, CAS 593-51-1, фирма «Acros», кат. № 15678	
Метилен хлористый, хч	ТУ 6-09-2662—77
Натрий азотисто-кислый, хч	ГОСТ 4168—79
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий углекислый, кислый, хч	ГОСТ 4201—79
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Натрия гидроокись, хч	ГОСТ 4328—77
Натрия нитрит, ч.д.а.	ГОСТ 4197—74
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3818—89
Фаза неподвижная Хроматон-супер с 5 % OV-17 (0,16—0,20 мм), Хемапол, Чехия	
Фаза неподвижная Хроматон N-AW с 5 % XE-60 (0,20—0,25 мм), Хемапол, Чехия	
Флоризил® (Магния силикат, 99 %, CAS 1343-88-0) для колоночной хроматографии, зернение 60/100 меш, фирма «Acros Organics»	
Хлороформ, хч	ТУ 2631-001-29483781—04
Этилацетат, ч.д.а.	ГОСТ 22300—76
Эфир диэтиловый, ФС 42-3643-98	

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или лучшими характеристиками.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аппарат для встряхивания проб «SKLO UNION TYP LT1»	
Банки с крышками для экстракции на 250 $см^3$, полипропилен, кат. №3120-0250, фирма «NALGENE»	
Вата медицинская гигроскопическая хлопковая нестерильная	ГОСТ 5556—81
Виалы (пузырьки) с тефлоновыми прокладками емкостью 40 $см^3$, кат. № Z 27,702-9, фирма «Aldrich»	
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147—80
Воронки делительные на 250 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки лабораторные, стеклянные	ГОСТ 25336—82
Испаритель ротационный Rota vapor R110 Buchi с водяной баней B-480, фирма «Buchi»	
Колба с тубусом с взаимозаменяемыми конусами (Бунзена)	ГОСТ 8682—93
Колбы конические плоскодонные на 100, 250 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные со шлифом (концентраторы) на 100, 250 $см^3$, 1 000 и 4 000 $см^3$ ТС	ТУ 92-891.029—91
Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая HP-5, (Crosslinked 5 % фенилсилоксана и 95 % метилсилоксана), длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм, фирма «HP»	
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 3 м, внутренним диаметром 3 мм	
Насос водоструйный	ГОСТ 25336—82
Насос диафрагменный FT.19, фирма «KNF Neu Laboport»	
Палочки стеклянные	ТУ 9464-001-52876351—2000
Сито лабораторное с полотном из латуни или нержавеющей стали с размером ячеек 1 мм	ГОСТ 3826—82 и ГОСТ 6613—86
Стаканы стеклянные, термостойкие объемом 100—2 000 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Установка для перегонки растворителей с круглодонной колбой объемом 4 000 $см^3$ и приемной конической колбой объемом 1 000 $см^3$	
Фильтры бумажные, «красная лента»	ТУ 6-09-1678—86

Холодильник спиралевидный с внутренним охлаждением, обратимый	ГОСТ 25336—82
Центрифуга MPW-350e с числом оборотов 4 000 об./мин и с набором полипропиленовых банок емкостью 200 $см^3$	
Эксикатор вакуумный	ГОСТ 25336—82

Допускается применение хроматографических колонок и другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на газовый хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой проведения анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы контроля при проведении процедуры контроля погрешности анализа.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С, относительной влажности не более 80 % и нормальном атмосферном давлении;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к определению

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, подготовка колонок с Флоризилом для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонке с Флоризилом, построение калибровочной кривой.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил, содержащий воду, предварительно осушают, добавляя в него гранулированный безводный хлористый кальций из расчета не менее 100 г/дм^3. Выдерживают его над осушителем в течение 5—6 ч. Затем ацетонитрил сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 аппарата для перегонки растворителей.

Ацетонитрил перегоняют при температуре 81,5 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 81,5 °С, отбрасывают.

7.1.2. Очистка ацетона

Ацетон помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 от аппарата для перегонки растворителей, добавляют к нему марганцово-кислый калий из расчета 1 г/дм^3.

Ацетон перегоняют при температуре 56,2 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 56,2 °С, отбрасывают.

7.1.3. Приготовление бидистиллированной воды

Дистиллят помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 от аппарата для перегонки растворителей, добавляют к нему марганцово-кислый калий из расчета 1 г/дм^3 и кипятят в течение 6 ч.

Собирают фракции, отогнанные при температуре 100,0 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 100,0 °С, отбрасывают.

7.2. Приготовление растворов для проведения анализа

7.2.1. Приготовление рабочих растворов

7.2.1.1. Приготовление 0,05 М раствора двузамещенного фосфорнокислого калия.

5,7 г $K_2HPO_4 \times 3H_2O$ и 50 г NaCl переносят в мерную колбу на 500 см^3, добавляют 200—300 см^3 бидистиллированной воды, перемешивают до полного растворения солей, проверяют pH полученного раствора. Если pH раствора менее 9, доводят его до указанного значения с помощью 1 М раствора гидроокиси натрия, контролируя pH. После достижения нужного значения pH объем доводят водой до метки.

7.2.1.2. Приготовление 1 М раствора гидроокиси натрия.

20 г гидроксида натрия переносят в мерную колбу на 500 $см^3$, добавляют 200—300 $см^3$ дистиллированной воды. Затем раствор перемешивают и после охлаждения доводят водой объем в колбе до метки (при приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой).

7.2.1.3. Приготовление 6 М раствора соляной кислоты.

Мерным цилиндром отбирают 246 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и осторожно переносят в мерную колбу на 500 $см^3$, куда предварительно наливают около 100 $см^3$ дистиллированной воды. Затем раствор перемешивают и после охлаждения доводят водой объем в колбе до метки (при приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой).

7.2.1.4. Приготовление подкисленного ацетонитрила.

К ацетонитрилу пипеткой добавляют концентрированную соляную кислоту до pH $\approx$ 1. При приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой.

7.2.1.5. Приготовление 4 н раствора серной кислоты.

Мерным цилиндром отбирают 112 $см^3$ концентрированной серной кислоты и осторожно переносят в мерную колбу на 1 000 $см^3$, куда предварительно наливают около 300 $см^3$ дистиллированной воды. Затем раствор перемешивают и после охлаждения доводят водой объем в колбе до метки (при приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой).

7.2.1.6. Приготовление 5 %-го раствора гидрокарбоната натрия.

50 г гидрокарбоната натрия переносят в мерную колбу на 1 000 $см^3$, добавляют 200—300 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения и доводят водой объем в колбе до метки.

7.2.1.7. Приготовление 40 %-го раствора гидроокиси калия.

40 г гидроокиси калия переносят в мерную колбу на 100 $см^3$, куда предварительно наливают около 40 $см^3$ дистиллированной воды. Затем раствор перемешивают и после охлаждения доводят водой объем в колбе до метки (при приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой).

7.2.1.8. Получение N-нитрозо-N-метилмочевины.

При отсутствии коммерческого препарата нитрозометилмочевины осуществляют его синтез.

При получении нитрозометилмочевины соблюдать осторожность и обязательно работать под тягой.

В круглодонную колбу на шлифе вместимостью 1 000 $см^3$, снабженную обратным холодильником, помещают 80 г метиламина гидрохлорида и 300 г мочевины, растворяют содержимое в 400 $см^3$ воды и нагревают 3 ч

с обратным холодильником. После этого добавляют в раствор 110 г нитрита натрия, охлаждают в бане со льдом до –10 °С и медленно при перемешивании вливают в смесь 600 г льда и 60 см^3 концентрированной серной кислоты, помещенную в стакан вместимостью 2 000 см^3, охлаждаемый снаружи смесью льда с поваренной солью. Выпавшее нитрозосоединение немедленно отфильтровывают на воронке Бюхнера, хорошо отсасывают под вакуумом и промывают на фильтре ледяной водой.

ВНИМАНИЕ! Нитрозометилмочевину хранят в темной склянке в холодильнике, т. к. под действием света и тепла она может взорваться.

Продукт без дальнейшей очистки может быть использован для получения диазометана.

7.2.1.9. Получение раствора диазометана (метилирующей смеси).

ВНИМАНИЕ! Диазометан взрывоопасен и очень ядовит. При получении раствора диазометана, а также при работе с этим раствором необходимо соблюдать осторожность и обязательно работать под тягой.

В коническую колбу на 100 см^3 вносят 20 см^3 40 %-го раствора гидроокиси калия и 50 см^3 диэтилового эфира, колбу помещают в баню со льдом и охлаждают до температуры 2—5 °С. Затем, постоянно встряхивая колбу, небольшими порциями прибавляют 5 г нитрозометилмочевины. Через 10 мин после внесения последней порции сливают эфирный раствор диазометана и сушат его 3 ч над небольшим количеством твердого едкого калия.

Полученный раствор диазометана годен в течение 1—2 суток при хранении в холодильнике в неплотно закрытом сосуде.

7.2.2. Приготовление градуировочных растворов

7.2.2.1. Стандартный раствор № 1 с концентрацией Квинмерака 1,0 мг/см^3.

Взвешивают 50 мг Квинмерака в мерной колбе объемом 50 см^3. Навеску растворяют в ацетоне и доводят объем до метки ацетоном. Полученный стандартный раствор № 1 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и построения калибровочной кривой.

7.2.2.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией Квинмерака 10,0 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 1 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 100 см^3 и доводят объем до метки ацетоном. Стандартный раствор № 2 используется для приготовления стандартных растворов для построения калибровочной кривой.

7.2.2.3. Стандартный раствор № 3 с концентрацией метилового эфира Квинмерака 1,0 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в концентратор объемом 10 см^3, удаляют растворитель током теплого воздуха и проводят метилирование, как указано в п. 7.3. Сухой остаток после метилирования растворяют в 10 см^3 гексана. Стандартный раствор № 3 используется для построения калибровочной кривой.

7.2.2.4. Стандартный раствор № 4 с концентрацией метилового эфира Квинмерака 0,5 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 5 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки гексаном. Стандартный раствор № 4 используется для построения калибровочной кривой.

7.2.2.5. Стандартный раствор № 5 с концентрацией метилового эфира Квинмерака 0,2 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 2 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки гексаном. Стандартный раствор № 5 используется для построения калибровочной кривой.

7.2.2.6. Стандартный раствор № 6 с концентрацией метилового эфира Квинмерака 0,1 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки гексаном. Стандартный раствор № 6 используется для построения калибровочной кривой.

7.2.2.7. Стандартные растворы Квинмерака с концентрацией 5,0; 2,5; 2,0; 1,0; 0,5; 0,4 и 0,2 мкг/см^3 для внесения в образцы.

Методом последовательного разведения ацетоном стандартного раствора № 2 готовят растворы, содержащие по 5,0; 2,5; 2,0; 1,0; 0,5; 0,4 и 0,2 мкг/см^3, и используют эти растворы для внесения в контрольные образцы.

7.3. Метилирование

К сухому остатку в концентраторе прибавляют 2 см^3 раствора диазометана (метилирующей смеси), полученного по п. 7.2.1.9. Концентратор плотно закрывают крышкой и оставляют при комнатной температуре на 1 ч. По истечении этого времени концентратор высушивают током прохладного воздуха (под тягой!).

7.4. Установление градуировочной характеристики.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации Квинмерака в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки с концентрацией 1,0; 0,5; 0,2 и 0,1 мкг/см^3.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 (для капиллярной колонки) или 5 мм^3 (для набивной колонки) каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.5. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений.

7.5. Подготовка колонки с Флоризилом для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения метилового эфира Квинмерака

7.5.1. Подготовка колонки с Флоризилом для очистки экстракта

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм помещают 4 г Флоризила с зернением 60/100 меш. и, аккуратно постукивая по стенкам колонки, формируют слой адсорбента. На слой Флоризила наносят слой безводного серно-кислого натрия толщиной 1 см.

Непосредственно перед использованием колонку промывают 20 см^3 смеси гексана с этилацетатом в соотношении 1 : 1, затем 10 см^3 гексана и высушивают при комнатной температуре.

7.5.2. Проверка хроматографического поведения метилового эфира Квинмерака на колонке с Флоризилом

В концентратор объемом 100 см^3 вносят 1 см^3 стандартного раствора метилового эфира Квинмерака в гексане с концентрацией 1,0 мкг/см^3 и выпаривают его досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 5 см^3 гексана, тщательно обмывают стенки концентратора и наносят на подготовленную колонку. Элюат собирают в концентратор объемом по 100 см^3 и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Исходную колбу обмывают сначала 10 см^3 гексана, затем 10 см^3 смеси гексана с этилацетатом в соотношении 2 : 1, а затем еще двумя порциями смеси гексана с этилацетатом в соотношении 1 : 1 объемом 10 см^3 каждая и последовательно вносят их на колонку. Каждую порцию собирают отдельно в концентраторы объемом по 100 см^3 и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток каждой фракции растворяют в 2 см^3 гексана и 1 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

Определяют фракции, содержащие Квинмерак, полноту смывания с колонки и необходимый объём элюента.

Изучение поведения Квинмерака на колонке проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии Флоризила.

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» от 21.08.1979 № 2051-79, а также ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 17.4.3.01—83 «Почвы. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 28168—89 «Почвы. Отбор проб», ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб», ГОСТ 8988—2002 «Масло рапсовое. ТУ».

Пробы воды хранят в стеклянной герметично закрытой таре в холодильнике при температуре 4 °С; пробы почвы – в полиэтиленовой таре в морозильнике при температуре –18 °С.

Отобранные пробы семян рапса подсушивают до стандартной влажности и хранят в бумажных или тканевых мешочках в сухом, хорошо проветриваемом шкафу, недоступном для грызунов.

Пробы масла рапса хранят в плотно закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре 0—4 °С.

9. Подготовка проб и выполнение измерений

9.1. Вода

9.1.1. Экстракция

Пробу воды объемом 400 $см^3$ помещают в делительную воронку объемом 500 $см^3$, прибавляют туда 1 $см^3$ муравьиной кислоты и перемешивают. Квинмерак экстрагируют тремя порциями хлористого метилена объемом по 70, 50 и 50 $см^3$, встряхивая каждый раз делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой (хлористый метилен) объединяют в концентраторе объемом 250 $см^3$, собирая его через слой безводного сульфата натрия. Экстракт выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Отдувают муравьиную кислоту током теплого воздуха.

9.1.2. Метилирование

К сухому остатку в концентраторе, полученному в п. 9.1.1, добавляют 2 $см^3$ метилирующей смеси и подвергают метилированию, как указано в п. 7.3. После метилирования растворитель отдувают током прохладного воздуха (под тягой!).

Сухой остаток растворяют в 5 $см^3$ гексана и 5 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.2. Почва

9.2.1. Экстракция

Пробу почвы весом 50 г помещают в коническую колбу объемом 250 см^3, прибавляют туда 20 см^3 5 %-го водного раствора гидрокарбоната натрия. Квинмерак экстрагируют 70 см^3 этанола в течение 1 ч на аппарат для встряхивания проб. Экстракт фильтруют методом декантации в концентратор объемом 250 см^3 через фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 см^3 этанола и помещая каждый раз на 1 ч на аппарат для встряхивания проб. Экстракты объединяют в концентраторе объемом 250 см^3. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

9.2.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К сухому остатку в концентраторе, полученному в п. 9.2.1, прибавляют 5 см^3 ацетона, 50 см^3 дистиллированной воды и 2,5 см^3 муравьиной кислоты, перемешивают и переносят в делительную воронку объемом 250 см^3. Туда же прибавляют 10 г сухого хлорида натрия и интенсивно перемешивают до полного растворения соли. Полученную водную фракцию промывают 20 см^3 гексана, встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (гексан) отбрасывают, а водную фракцию переносят в делительную воронку.

Квинмерак экстрагируют тремя порциями хлористого метилена объемом по 20, 20 и 10 см^3, каждый раз интенсивно встряхивая воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой хлористого метилена объединяют в химическом стакане объемом 100 см^3, верхний (водный) слой отбрасывают. Хлористый метилен возвращают в делительную воронку и экстрагируют Квинмерак тремя порциями 5 %-го раствора гидрокарбоната натрия объемом по 20, 20 и 10 см^3, интенсивно встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой (хлористый метилен) отбрасывают. Объединенную водную фракцию переносят в делительную воронку, добавляют 3 см^3 муравьиной кислоты (до pH 3—3,5) и дегазируют. Полученную водную фракцию промывают 20 см^3 гексана, встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (гексан) отбрасывают, а водную фракцию переносят в чистую делительную воронку.

Квинмерак экстрагируют тремя порциями хлористого метилена объемом по 20, 20 и 10 $см^3$, каждый раз интенсивно встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой хлористого метилена объединяют в концентраторе объемом 250 $см^3$, пропуская его через слой безводного сульфата натрия, и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

9.2.3. Метилирование

К сухому остатку в концентраторе, полученному в п. 9.2.2, добавляют 2 $см^3$ метилирующей смеси и подвергают метилированию, как указано в п. 7.3. После метилирования растворитель отдувают током прохладного воздуха (под тягой!).

9.2.4. Очистка экстракта на колонке с Флоризилом

Сухой остаток, полученный в п. 9.2.3, растворяют в 5 $см^3$ гексана, тщательно обмывают стенки концентратора и вносят на заранее подготовленную колонку с Флоризилом, элюат отбрасывают. Исходную колбу обмывают сначала 10 $см^3$ гексана, затем 10 $см^3$ смеси гексана с этилацетатом в соотношении 2 : 1, элюаты отбрасывают. Квинмерак элюируют 15 $см^3$ смеси гексана с этилацетатом в соотношении 1 : 1. Элюат собирают в концентратор объемом 100 $см^3$ и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 5 $см^3$ гексана и 5 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.3. Семена рапса

9.3.1. Экстракция

Образец измельченных семян рапса массой 10 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции и центрифугирования объемом 200 $см^3$, прибавляют 50 $см^3$ ацетона и помещают на 30 мин на аппарат для встряхивания проб, а затем на 10 мин в ультразвуковую ванну. Пробу центрифугируют в течение 10 мин при скорости 4 000 об./мин и экстракт фильтруют в концентратор объемом 250 $см^3$ через фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще два раза, используя каждый раз по 50 $см^3$ ацетона и помещая на 30 мин на аппарат для встряхивания проб, а затем на 10 мин в ультразвуковую ванну. Пробы центрифугируют в течение 10 мин при скорости 4 000 об./мин, супернатант фильтруют. Экстракты объединяют в концентраторе объемом 250 $см^3$. Экстракт упаривают до маслянистого остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

9.3.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К масляному остатку в концентраторе, полученному в п. 9.3.1, прибавляют 5 $см^3$ ацетона, тщательно обмывают стенки концентратора и помещают на 5 мин в ультразвуковую ванну. В концентратор двумя порциями добавляют 100 $см^3$ гексана, ополаскивая стенки концентратора, и переносят в делительную воронку.

Квинмерак экстрагируют тремя порциями щелочного буфера pH 9 объемом по 30 $см^3$ каждая, осторожно встряхивая воронку в течение 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний (водный) слой с эмульсией собирают в коническую колбу объемом 250 $см^3$, куда предварительно насыпают около 5 г хлорида натрия. Гексановый слой отбрасывают. Водную фракцию переносят в делительную воронку и промывают двумя порциями гексана по 50 $см^3$ каждая, встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (гексан) отбрасывают, а водную фракцию собирают в коническую колбу объемом 250 $см^3$. Затем содержимое колбы подщелачивают 1 М раствором гидроокиси натрия до pH 9. Водную фракцию возвращают в делительную воронку и промывают двумя порциями хлороформа объемом по 50 $см^3$ каждая и 50 $см^3$ эфира, встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке хлороформ и эфир отбрасывают, а водную фракцию собирают в коническую колбу объемом 250 $см^3$, подкисляют 6 М соляной кислотой до pH 3, дегазируют и переносят в чистую делительную воронку.

Квинмерак экстрагируют тремя порциями эфира объемом по 50, 30, 30 $см^3$, каждый раз интенсивно встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (эфир) объединяют в концентраторе объемом 250 $см^3$, пропуская его через слой безводного сульфата натрия, и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

После упаривания сухой остаток растворяют в 5 $см^3$ диэтилового эфира и, тщательно обмывая стенки концентратора, переносят в виалу. Процедуру повторяют дважды, используя по 5 $см^3$ диэтилового эфира. Эфир высушивают под током теплого воздуха (под тягой!) и проводят метилирование, как указано в п. 9.2.3 «Метилирование».

Сухой остаток в виале растворяют в 10 $см^3$ гексана и 1 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.4. Масло рапса

9.4.1. Экстракция

Из пробы рапсового масла отбирают в стакан навеску массой 10 г и переносят ее в делительную воронку объемом 250 $см^3$ двумя порциями гексана объемом по 25 $см^3$. Квинмерак экстрагируют тремя порциями подкисленного ацетонитрила объемом по 50, 30 и 30 $см^3$, встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой объединяют в концентраторе объемом 250 $см^3$, пропуская его через слой безводного сульфата натрия, и выпаривают до маслянистого остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Верхний слой (гексан) отбрасывают.

9.4.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К масляному остатку в концентраторе, полученному в п. 9.4.1, прибавляют 5 $см^3$ ацетона, тщательно обмывают стенки концентратора и помещают на 5 мин в ультразвуковую ванну. В концентратор двумя порциями добавляют 60 $см^3$ 5 %-го раствора гидрокарбоната натрия, ополаскивая стенки концентратора, и переносят в делительную воронку. Водную фракцию промывают тремя порциями диэтилового эфира объемом по 30 $см^3$ каждая, встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (эфир) отбрасывают, а водную фракцию собирают в коническую колбу объемом 250 $см^3$, подкисляют 4 н серной кислотой до pH 1, дегазируют и переносят в чистую делительную воронку.

Квинмерак экстрагируют тремя порциями эфира объемом по 30 $см^3$ каждая, каждый раз интенсивно встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (диэтиловый эфир) объединяют в концентраторе объемом 250 $см^3$, пропуская его через слой безводного сульфата натрия, и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

После упаривания сухой остаток растворяют в 5 $см^3$ диэтилового эфира и, тщательно обмывая стенки концентратора, переносят в виалу. Процедуру повторяют дважды, используя по 5 $см^3$ диэтилового эфира. Эфир высушивают под током теплого воздуха (под тягой!) и проводят метилирование, как указано в п. 9.2.3 «Метилирование».

Сухой остаток в виале растворяют в 10 $см^3$ гексана, и 1 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.5. Условия хроматографирования

9.5.1. Вода, почва (набивная колонка)

Хроматограф «Цвет-550» с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов с пределом детектирования по Линдану не выше 4×10^{-14} г/см^3.

Рабочая шкала электрометра 16×10^{10}. Скорость движения ленты самописца 200 мм/ч.

Колонка стеклянная спиральная, длина 3 м, внутренний диаметр 3 мм, заполненная 5 % OV-17 на Хроматоне-супер (0,16—0,20 мм).

Температура: испарителя – 250 °С, термостата колонки – 240 °С, детектора – 340 °С.

Газовый режим: азот – 35 мл/мин.

Абсолютное время удерживания Квинмерака – 7 мин 55 с.

Объем вводимой пробы – 5 мм^3.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,4—10,0 нг.

Альтернативная фаза: 5 % XE-60 на Хроматоне N-AW (0,20—0,25 мм), длина колонки 3 м.

Рабочая шкала электрометра 32×10^{10}. Скорость движения ленты самописца 200 мм/ч.

Температура: термостата колонки – 210 °С, детектора – 340 °С, испарителя – 240 °С.

Газовый режим: азот – 30 мл/мин.

Абсолютное время удерживания Квинмерака – 2 мин 34 с.

Объем вводимой пробы – 5 мм^3.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,4—10,0 нг.

9.5.2. Семена и масло рапса (капиллярная колонка)

Хроматограф газовый «Кристалл 2000 м» с электроннозахватным детектором с пределом детектирования по Линдану 4×10^{-14} г/см^3 и приспособлениями для капиллярной колонки. Номер в государственном реестре средств измерений 14516-95.

Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая HP-5, (Cross-linked 5 % фенилсилоксана и 95 % метилсилоксана), длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм, фирмы «HP».

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 140 °С, выдержка 2 мин; нагрев колонки по 10 град./мин до температуры 200 °С.

Температура: детектора – 320 °С, испарителя – 250 °С.

Газ 1: тип регулятора расхода газа РРГ-11, режим нормальный, скорость 26 см/с, давление 110,92 кПа.

Газ 2 (гелий) – 5 мл/мин: расход 0,5 мл/мин, сброс 1 : 10.

Газ 3 (азот, поддув детектора) – 45 мл/мин.

Продувка: температура колонки 230 °С, Газ 2 – 60 мл/мин, Газ 3 – 60 мл/мин, время 3 мин.

Абсолютное время удерживания Квинмерака – 10 мин 40 с ± 2 %.

Линейность детектирования сохраняется в пределах – 0,05—0,5 нг.

10. Обработка результатов

Для обработки результатов хроматографического анализа используется программное обеспечение химического анализа «Хроматэк Аналитик», версия 1.20.

Альтернативная обработка результатов.

Содержание Квинмерака рассчитывают по формуле:

$$\tilde{O} = \frac{S_{\tilde{i}\partial} \cdot A \cdot V}{100 \cdot S_{\tilde{n}\grave{o}} \cdot m} \cdot P \text{, где}$$

X – содержание Квинмерака в пробе, мг/кг;

$S_{ст}$ – высота (площадь) пика стандарта, мВ;

$S_{пр}$ – высота (площадь) пика образца, мВ;

A – концентрация стандартного раствора, мкг/см^3;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

m – масса анализируемого образца, г;

P – содержание Квинмерака в аналитическом стандарте, %.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (1):

$$\frac{2 \cdot \left| \tilde{O}_1 - \tilde{O}_2 \right| \cdot 100}{(\tilde{O}_1 + \tilde{O}_2)} \le r \text{, где} \qquad (1)$$

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг;

r – значение предела повторяемости (табл. 1), при этом $r = 2{,}8 \times \sigma_r$.

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

($\bar{\tilde{O}} \pm \Delta$) мг/кг при вероятности $P = 0{,}95$, где

$\bar{O}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta \cdot \bar{O}/100, \text{ где}$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

В случае если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

«*содержание вещества в пробе менее 0,01 мг/кг*»*,

* – *0,01 мг/кг – предел обнаружения.*

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

13.1. Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

$$C_д = \Delta_{ё,\bar{O}} + \Delta_{ё,\bar{O}'}, \text{ где}$$

$\pm\Delta_{ё,\bar{O}}$ ($\pm\Delta_{ё,\bar{O}'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/кг, при этом:

$$\Delta_л = \pm\, 0{,}84\ \Delta, \text{ где}$$

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta \cdot \bar{O}/100, \text{ где}$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = \bar{O}' - \bar{O} - C_д, \text{ где}$$

$\bar{O}'$, $\bar{O}$, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11), содержания компо-

нента в образце с добавкой, испытуемом образце и концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$\hat{E} = \sqrt{\Delta^2_{\ddot{e},\tilde{O}'} + \Delta^2_{\ddot{e},\tilde{O}}}$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($K_к$) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R):

$$\frac{2 \cdot \left| \tilde{O}_1 - \tilde{O}_2 \right| \cdot 100}{(\tilde{O}_1 + \tilde{O}_2)} \le R \text{, где} \qquad (3)$$

X_1, X_2 – результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/кг;

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

14. Разработчики

Калинин В. А., профессор, канд. с-х. наук, Калинина Т. С., ст. н. сотр., канд. с.-х. наук, Довгилевич А. В., ст. н. сотр., канд. хим. наук, Довгилевич Е. В, ст. н. сотр., канд. биол. наук, Калинин А. В., мл. науч. сотр., Третьякова О. А., инженер.

Российский государственный аграрный университет – МСХА им. К. А. Тимирязева.

Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов». 127550, Москва, Тимирязевская ул., д. 53/1. Телефон: (495) 976-37-68, факс: (495) 976-43-26.

Приложение 1

Полнота извлечения Квинмерака из воды, почвы, семян и масла рапса (5 повторностей для каждой концентрации, $P = 0,95$)

Среда	Внесено, мг/кг ($дм^3$/кг)	Обнаружено, мг/кг ($дм^3$/кг)	Полнота определения, %
Вода	0,005	0,0044 ± 0,00024	87,4
	0,002	0,0017 ± 0,0001	85,0
	0,001	0,00086 ± 0,00008	85,9
	0,0005	0,00045 ± 0,00006	90,0
Почва	0,1	0,084 ± 0,005	84,3
	0,05	0,0043 ± 0,0046	85,5
	0,02	0,0017 ± 0,002	81,3
	0,01	0.009 ± 0,00097	91,4
Семена рапса	0,5	0,41 ± 0,0065	82,3
	0,2	0,165 ± 0,0029	82,3
	0,1	0,077 ± 0,0011	77,4
	0,05	0,036 ± 0,0006	73,0
Масло рапса	0,5	0,376 ± 0,0082	75,2
	0,2	0,157 ± 0,0022	78,5
	0,1	0,071 ± 0,0013	71,4
	0,05	0,036 + 0,0006	72,5

Приложение 1

Полнота извлечения Топрамезона из воды, почвы, зеленой массы, зерна и масла кукурузы (5 повторностей для каждой концентрации, $P = 0,95$)

Среда	Внесено Топрамезона, мг/кг	Обнаружено Топрамезона, мг/кг	Полнота извлечения, %
Вода	0,005	0,0041 ± 0,0001	81,2
	0,010	0,0087 ± 0,0001	87,2
	0,020	0,0174 ± 0,0002	87,2
	0,050	0,0403 ± 0,0007	80,6
Почва	0,01	0,0083 ± 0,0001	83,4
	0,02	0,0152 ± 0,0002	76,0
	0,05	0,0411 ± 0,0004	82,1
	0,10	0,0846 ± 0,0004	84,6
Зерно кукурузы	0,01	0,0075 ± 0,0001	75,2
	0,02	0,0166 ± 0,001	83,1
	0,05	0,0416 ± 0,0003	83,3
	0,10	0,0736 ± 0,0017	73,6
Масло кукурузы	0,01	0,0086 ± 0,0002	86,4
	0,02	0,0182 ± 0,0004	91,
	0,05	0,0414 ± 0,0004	82,8
	0,10	0,0920 ± 0,0014	92,0
Зеленая масса кукурузы	0,05	0,0399±0,0007	79,8
	0,10	0,0788±0,0017	78,8
	0,20	0,1498±0,0030	74,9
	0,50	0,3744±0,0048	74,9

gost.e-ecolog.ru