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 Индоксакарба в луке-перо, луке-репке, плодах томата, томатном соке, семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2851—11

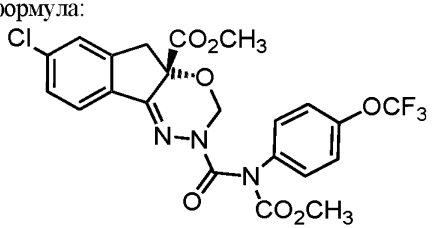
Общие положения и область применения

Свидетельство об аттестации методики от 28.09.2010 № 0046.22.09.10.

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения уровня остаточных количеств Индоксакарба в плодах томата, томатном соке в диапазоне 0,1—1,0 мг/кг, в луке-перо, луке-репке в диапазоне 0,02—1,0 мг/кг, в семенах и масле рапса в диапазоне 0,05—1,0 мг/кг.

Название по ИЮПАК: Метил(*S*)-*N*-[7-хлоро-2,3,4a,5-тетрагидро-4a-(метоксикарбонил)индено[1,2-*e*] [1,3,4] оксадиазин-2-илкарбонил]-4'-(трифторметокси) карбанилат.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{22}H_{17}ClF_3N_3O_7$.

Молекулярная масса: 527,8.

Агрегатное состояние: порошок.

Цвет, запах: белого цвета.

Давление паров: $2,5 \times 10^{-5}$ мПа (25 °С).

Коэффициент распределения октанол/вода (при 25 °С): K_{ow} logP = 4,65.

Температура плавления: 88,1 °С.

Растворимость в воде (мг/дм^3, 25 °С): 0,2.

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, при 25 °С): ацетон – более 250; ацетонитрил – 139; метанол – 103; н-октанол – 14,5.

Гидролитически стоек в кислой и нейтральной среде с $ДТ_{50}$ более 30 дней (pH 5), 38 дней (pH 7), но быстро разрушается в щелочном растворе $ДТ_{50}$ – 1 день (при pH 9).

В почве Индоксакарб умеренно персистентен, в аэробных условиях $ДТ_{50}$ – от 3 до 23 дней, в анаэробных условиях $ДТ_{50}$ – 186 дней. В илистой почве $ДТ_{50}$ – 17 дней.

Краткая токсикологическая характеристика: Индоксакарб относится к умеренно опасным веществам по острой пероральной ($ЛД_{50}$ для крыс от 268 до 1 732 мг/кг) и по ингаляционной токсичности ($ЛК_{50}$ для крыс (4 ч) более 2 000 мг/м^3) и к малоопасным веществам по дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для кроликов более 5 000 мг/кг). Не раздражает слизистую глаз и кожу кроликов.

Область применения: Индоксакарб – инсектицид из класса оксадиазинов контактного и кишечного действия, блокирует натриевые каналы нервных волокон активным S-изомером. Насекомые прекращают питаться, у них нарушается координация, наступает паралич и затем смерть.

Применяется для борьбы с широким спектром различных бабочек на хлопчатнике, овощных культурах и в фруктовых садах при нормах расхода 12,5—125 г/га.

Проходит регистрационные испытания в России в качестве инсектицида для борьбы с вредителями яблоневых садов и виноградников с нормой расхода 0,4—0,5 л/га и 5 обработками за сезон.

В России установлены следующие гигиенические нормативы: МДУ в продукции: лук-перо, лук-репка – 0,02 мг/кг, томаты и томатный сок – 0,5 мг/кг; семена и масло рапса – 0,05 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 Индоксакарба

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, %
Лук-перо	0,02—0,1 вкл.	50	3,17	8,81	10,49
	0,1—1,0 вкл	25	2,33	6,48	7,71
Лук-репка	0,02—0,1 вкл.	50	2,2	7,84	9,33
	0,1—1,0 вкл	25	1,88	5,23	6,22
Томаты	0,1—1,0 вкл.	25	2,65	7,37	8,77
Томатный сок	0,1—1,0 вкл.	25	1,96	5,45	6,49
Семена рапса	0,05—0,1 вкл.	50	2,53	7,03	8,37
	0,1—1,0 вкл	25	1,55	4,31	5,13
Масло рапса	0,05—0,1 вкл.	50	1,03	2,86	3,41
	0,1—1,0 вкл	25	1,93	5,37	6,39

Таблица 2

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

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, ±, %
Лук-перо	0,02	0,02—1,0	82,03	2,41	1,42
Лук-репка	0,02	0,02—1,0	75,89	2,31	1,26
Томаты	0,1	0,1—1,0	86,06	2,59	1,18
Томатный сок	0,1	0,1—1,0	83,77	1,99	0,87
Семена рапса	0,05	0,05—1,0	79,52	2,3	1,13
Масло рапса	0,05	0,05—1,0	78,91	2,1	0,86

2. Метод измерений

Метод основан на определении Индоксакарба с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового детектора после его экстракции из образцов органическим растворителем, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами, на концентрирующих патронах Диапак С, Диапак Амин и Диапак С16.

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

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Специфичность обеспечивается подбором состава подвижной фазы и выбором колонок различной полярности.

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 жидкостной хроматографии, объем 100 мм^3, фирма «Hamilton», кат. № 80665	
Пипетки мерные на 1,0; 2,0; 5,0 см^3	ГОСТ 29227—91
pH-метр/милливольтметр pH-150 0…14 pH; ± 1 999 мВ, номер госрегистрации 10663	
Хроматограф жидкостной Waters 515 с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны и чувствительностью не ниже 0,005 единиц адсорбции на шкалу, номер госрегистрации № 15311-02	
Цилиндры мерные на 10, 25 и 50 см^3	ГОСТ 1770—74

Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Индоксакарб, CAS 144171-61-9, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 99,6 %, фирма «Dr. Ehreustorfer GmbH», аккредитованная по ИСО-9001—2000	
Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил, осч, УФ-200 нм	ТУ 6-09-2167—84
Вода дистиллированная и (или) бидистиллированная (вода дистиллированная, перегнанная повторно в стеклянной емкости)	ГОСТ 6709—72
Гелий очищенный, марки «А»	ТУ 51-940—80
n-Гексан, хч	ТУ 6-09-3818—89
Калий марганцово-кислый, ч.д.а.	ГОСТ 20490—75
Кальций хлористый, ч	ТУ 6-09-4711—81
Кислота соляная, хч	ГОСТ 857—95
Кислота уксусная, ледяная, хч	ГОСТ 61—75
Концентрирующие патроны Диапак С, Диапак Амин и Диапак С16 (0,6 г) фирма «БиоХимМак СТ»	ТУ 4215-002-05451931—94
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Эфир диэтиловый, ФС 42-3643-98	

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Алонж прямой с отводом для вакуума (АО-14/23) для работы с концентрирующими патронами Диапак С16	ГОСТ 25336—82
Аппарат для встряхивания проб «SKLO UNION TYP LT1»	
Банки с крышками для экстракции на 250 $см^3$, полипропилен, кат. № 3120-0250, фирма «NALGENE»	
Ванна ультразвуковая «UNITRA» UNIMA OL-SZTYN UM-4	
Вата медицинская гигроскопическая хлопковая нестерильная	ГОСТ 5556—81
Воронки делительные на 250 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки лабораторные, стеклянные	ГОСТ 25336—82

Испаритель ротационный Rota vapor R110 Buchi с водяной баней B-480, фирма «Buchi»	
Колбы конические плоскодонные на 100, 250 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные со шлифом (концентраторы) на 100, 250 $см^3$ и 4 000 $см^3$ ТС	ТУ 92-891.029—91
Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, с внутренним диаметром 4,6 мм, Symmetry Shield RP18, зернение 5 мкм, фирма «Waters»	
Насос диафрагменный FT.19, фирма «KNF Neu Laboport»	
Предколонка хроматографическая стальная, Symmetry C 18, длиной 20,0 мм, внутренним диаметром 3,9 мм, зернение 5 мкм, фирма «Waters»	
Стаканы стеклянные, термостойкие объемом 100—500 $см^3$	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
Фильтры для очистки растворителей, диаметром 20 мм с отверстиями пор 20 мкм, фирма «Waters»	
Центрифуга MPW-350e с числом оборотов 4 000 об./мин и с набором полипропиленовых банок емкостью 200 $см^3$	
Шприц инъекционный однократного применения объемом 10 $см^3$	ГОСТ 24861—91 (ИСО 7886—84)

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 жидкостный 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 выполнению определений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, подготовка концентрирующих патронов Диапак Амин, Диапак С и Диапак С16 для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на концентрирующих патронах Диапак Амин, Диапак С и Диапак С16, установление градуировочной характеристики.

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

Дистиллированную воду помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 $см^3$ от аппарата для перегонки растворителей, добавляют к ней 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 подвижной фазы для ВЭЖХ

Для приготовления подвижной фазы используют свежеперегнанный ацетонитрил и очищенную воду, а также ледяную уксусную кислоту.

В плоскодонную колбу объемом 1 000 $см^3$ помещают 700 $см^3$ ацетонитрила и 300 $см^3$ очищенной воды. Смесь тщательно перемешивают, пропускают через нее газообразный гелий со скоростью 20 $см^3$/мин в течение 5 мин, после чего помещают в ультразвуковую ванну для удаления растворенных газов на 1 мин. Готовый раствор подвижной фазы хранят при комнатной температуре не более 7 суток.

7.2.2. Приготовление градуировочных растворов

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

Взвешивают 50 мг Индоксакарба в мерной колбе объемом 50 $см^3$. Навеску растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом. Полученный стандартный раствор № 1 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 1 хранится в холодильнике в течение 6 месяцев.

7.2.2.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией Индоксакарба 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 ацетонитрилом. Стандартный раствор № 2 используется для внесения в контрольные образцы и для приготовления стандартных растворов для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 2 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.3. Стандартный раствор № 3 с концентрацией Индоксакарба 1,0 $мкг/см^3$.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 $см^3$, помещают в мерную колбу объемом 10 $см^3$ и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 3 используется для установления градуировочной характеристики и для внесения в контрольные образцы. Стандартный раствор № 3 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.4. Стандартный раствор № 4 с концентрацией Индоксакарба 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 ацетонитрилом. Стандартный раствор № 4 используется для установления градуировочной характеристики и для внесения в контрольные образцы. Стандартный раствор № 4 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.5. Стандартный раствор № 5 с концентрацией Индоксакарба 0,2 $мкг/см^3$.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 $см^3$, помещают в мерную колбу объемом 50 $см^3$ и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 5 используется для установления градуировочной характеристики и для внесения в контрольные образцы. Стандартный раствор № 5 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.6. Стандартный раствор № 6 с концентрацией Индоксакарба 0,1 $мкг/см^3$.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 $см^3$, помещают в мерную колбу объемом 100 $см^3$ и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 6 используется для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 6 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.7. Стандартные растворы с концентрацией Индоксакарба 10,0, 5,0, 2,0 и 1,0 $мкг/см^3$ для внесения в контрольные образцы.

Методом последовательного разведения ацетонитрилом готовят растворы, содержащие по 5,0 и 2,0 $мкг/см^3$, и используют эти растворы с целью внесения в контрольные образцы лука-перо, лука-репки, плодов

томата, томатного сока и семян рапса. Стандартные растворы для внесения в контрольные образцы хранятся в холодильнике не более 30 суток.

Методом последовательного разведения ацетоном готовят растворы, содержащие по 10,0, 5,0, 2,0, 1,0 мкг/см^3 и используют эти растворы для внесения в контрольные образцы масла. Стандартные растворы для внесения в контрольные образцы масла хранятся в холодильнике не более 7 суток.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации Индоксакарба 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 инжектор хроматографа вводят по 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.5. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений.

7.4. Подготовка концентрирующих патронов Диапак Амин для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения Индоксакарба на них

7.4.1. Подготовка концентрирующих патронов Диапак Амин для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 см^3/мин (1—2 кап./с).

Патрон Диапак Амин устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 см^3 (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 10 см^3 смеси гексана с ацетоном в соотношении 9 : 2. Элюат отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

7.4.2. Проверка хроматографического поведения Индоксакарба на концентрирующих патронах Диапак Амин

Из стандартного раствора Индоксакарба в ацетонитриле, содержащего 1 мкг/см^3, отбирают 1 см^3, помещают в концентратор объемом 100 см^3 и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 2 см^3 ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 см^3 гексана, перемешивают и вносят на патрон. Элюат собирают в концентра-

тор объемом по 100 см^3, выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 2 см^3 ацетонитрила и 20 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

Исходный концентратор обмывают последовательно двумя порциями по 10 см^3 смеси гексана с ацетоном в соотношении 9 : 2, полученные растворы последовательно вносят на патрон. Элюат после прохождения каждой порции элюентов собирают в отдельные концентраторы объемом по 100 см^3, выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 2 см^3 ацетонитрила и хроматографируют.

Определяют фракции, содержащие Индоксакарб, полноту смывания с патрона и необходимый объём элюента.

Изучение поведения Индоксакарба на концентрирующих патронах Диапак Амин проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии концентрирующих патронов.

7.5. Подготовка концентрирующих патронов Диапак С для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения Индоксакарба на них

7.5.1. Подготовка концентрирующих патронов Диапак С для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 см^3/мин (1—2 кап./с).

Патрон Диапак С устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 см^3 (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 10 см^3 смеси гексана с ацетоном в соотношении 9 : 2. Элюат отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

7.5.2. Проверка хроматографического поведения Индоксакарба на концентрирующих патронах Диапак С

Из стандартного раствора Индоксакарба в ацетонитриле, содержащего 1 мкг/см^3, отбирают 1 см^3, помещают в концентратор объемом 100 см^3 и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 2 см^3 ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 см^3 гексана, перемешивают и вносят на патрон. Элюат собирают в концентратор объемом по 100 см^3, выпаривают на ротационном вакуумном испа-

рителе досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ ацетонитрила и 20 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

Исходный концентратор обмывают последовательно двумя порциями по 10 $см^3$ смеси гексана с ацетоном в соотношении 9 : 2, полученные растворы последовательно вносят на патрон. Элюат после прохождения каждой порции элюентов собирают в отдельные концентраторы объемом по 100 $см^3$, выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ ацетонитрила и хроматографируют.

Определяют фракции, содержащие Индоксакарб, полноту смывания с патрона и необходимый объём элюента.

Изучение поведения Индоксакарба на концентрирующих патронах Диапак С проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии концентрирующих патронов.

7.6. Подготовка концентрирующих патронов Диапак С16 для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения Индоксакарба на них

7.6.1. Подготовка концентрирующих патронов Диапак С16 для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 $см^3$/мин (1—2 кап./с).

Патрон Диапак С16 устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 $см^3$ (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 5 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой соотношении 7 : 3, затем 20 $см^3$ воды. Элюаты отбрасывают.

7.6.2. Проверка хроматографического поведения Индоксакарба на концентрирующих патронах Диапак С16

Из стандартного раствора Индоксакарба в ацетонитриле, содержащего 1 мкг/$см^3$, отбирают 1 $см^3$, помещают в концентратор объемом 100 $см^3$ и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 $см^3$ воды, перемешивают и вносят на патрон. Элюат собирают в концентратор объемом по 100 $см^3$, выпаривают на ротационном вакуумном испа-

рителе досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ ацетонитрила и 20 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

Исходный концентратор обмывают последовательно 10 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 4, 10 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 2, затем двумя порциями по 10 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 7 : 3, полученные растворы последовательно вносят на патрон. Элюат после прохождения каждой порции элюентов собирают в отдельные концентраторы объемом по 100 $см^3$, выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток каждой фракции растворяют в 2 $см^3$ ацетонитрила и хроматографируют.

Определяют фракции, содержащие Индоксакарб, полноту смывания с патрона и необходимый объём элюента.

Изучение поведения Индоксакарба на концентрирующих патронах Диапак С16 проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии концентрирующих патронов.

7.7. Подготовка и кондиционирование колонки для жидкостной хроматографии

Хроматографическую колонку Symmetry Shield RP18 с предколонкой Symmetry C18 устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре 25 °С и скорости потока подвижной фазы 1 $см^3$/мин 3—4 ч.

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 с ГОСТ Р 51783—2001 «Лук репчатый свежий, реализуемый в розничной торговой сети. ТУ», ГОСТ Р 51810—2001 «Томаты свежие, реализуемые в розничной торговой сети», ГОСТ Р 52183—2003 «Консервы, Соки овощные, Сок томатный. ТУ», ГОСТ 10852—86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб», ГОСТ 8988—2002 «Масло рапсовое. ТУ».

Пробы лука-перо, лука-репки, плодов томата хранят в холодильнике в полиэтиленовых пакетах при температуре 0—4 °С не более суток. Для длительного хранения пробы замораживают и хранят в полиэтиленовой таре в морозильнике при температуре –18 °С до 2 лет.

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

Пробы томатного сока и масла рапса хранят в плотно закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре 0—4 °С не более суток.

9. Подготовка проб и выполнение измерений

9.1. Плоды томата и томатный сок

9.1.1. Экстракция

Образец измельченных плодов томата (или томатного сока) массой 10 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 см^3, прибавляют 30 см^3 ацетонитрила и помещают в ультразвуковую ванну на 5 мин. Затем экстракт фильтруют через фильтр «красная лента» в коническую колбу объемом 250 см^3 с 5 г сухого хлорида натрия. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 см^3 ацетонитрила и помещая каждый раз на 5 мин в ультразвуковую ванну. Экстракты объединяют в конической колбе с хлоридом натрия, перемешивают и выдерживают при комнатной температуре 10 мин. Затем содержимое колбы (без нерастворившейся соли) переносят в делительную воронку объемом 250 см^3 и выдерживают 5 мин. Выделившуюся нижнюю водную фазу отбрасывают, а верхний ацетонитрильный экстракт собирают в концентратор объемом 250 см^3 через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

9.1.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К сухому остатку в концентраторе, полученному по п. 9.1.1, прибавляют 3 см^3 ацетона, обмывают стенки колбы. Туда же прибавляют 100 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и переносят в делительную воронку объемом 250 см^3. Туда же прибавляют 5 г сухого хлорида натрия и интенсивно перемешивают до полного растворения соли. Индоксакарб экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира объемом по 30 см^3, интенсивно встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой диэтилового эфира 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.

9.1.3. Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак С

Сухой остаток, полученный в п. 9.1.2, растворяют в 2 $см^3$ ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 $см^3$ гексана, перемешивают и вносят на заранее подготовленный концентрирующий патрон Диапак С, элюат собирают в концентратор объемом 100 $см^3$. Исходный концентратор обмывают 10 $см^3$ смеси гексана с ацетоном в соотношении 9 : 2 и также вносят на патрон. Элюаты объединяют, выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

9.1.4. Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак С16

Сухой остаток, полученный по п. 9.1.3, растворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 $см^3$ воды, перемешивают и вносят на заранее подготовленный патрон Диапак С16. Элюат отбрасывают. Исходный концентратор обмывают 10 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 4, затем 10 $см^3$ смеси ацетонитрил–вода в соотношении 1 : 2, вносят на патрон, элюаты отбрасывают. Индоксакарб элюируют 10 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 7 : 3. 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 10 $см^3$ ацетонитрила и 20 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.2. Лук-перо и лук-репка

9.2.1. Экстракция и очистка полученного экстракта

Образец измельченного лука-перо (или лука-репки) массой 10 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 $см^3$, прибавляют 30 $см^3$ ацетонитрила и помещают в ультразвуковую ванну на 5 мин. Затем экстракт фильтруют через фильтр «красная лента» в коническую колбу объемом 250 $см^3$ с 5 г сухого хлорида натрия. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 $см^3$ ацетонитрила и помещая каждый раз на 5 мин в ультразвуковую ванну. Экстракты объединяют в конической колбе с хлоридом натрия, перемешивают и выдерживают при комнатной температуре 10 мин. Затем содержимое колбы (без нерастворившейся соли) переносят в делительную воронку объемом 250 $см^3$ и выдерживают 5 мин. Выделившуюся нижнюю водную фазу отбрасывают, а верхнюю ацетонитрильную оставляют в делительной воронке.

К ацетонитрильному экстракту в делительной воронке прибавляют 30 $см^3$ гексана и интенсивно встряхивают воронку 2 мин. После полного

разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой собирают в химический стакан объемом 250 $см^3$, верхний гексановый слой отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают еще одной порцией гексана объемом по 30 $см^3$, гексан отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 $см^3$ и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.1.2 «Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей», п. 9.1.3 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак С» и п. 9.1.4 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак С16».

После очистки элюат выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 2—10 $см^3$ ацетонитрила и 20 $мм^3$ 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 30 $см^3$ ацетонитрила и помещают на 5 мин в ультразвуковую ванну, а затем на 5 мин на аппарат для встряхивания проб. Пробу центрифугируют в течение 5 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 30 $см^3$ ацетонитрила и помещая на 5 мин в ультразвуковую ванну, а затем на 5 мин на аппарат для встряхивания проб. Пробы центрифугируют в течение 5 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 маслянистому остатку, полученному по п. 9.3.1, добавляют 50 $см^3$ гексана, тщательно обмывают стенки концентратора и переносят в делительную воронку объемом 250 $см^3$. Индоксакарб экстрагируют тремя порциями ацетонитрила объемом по 20 $см^3$, встряхивая каждый раз делительную воронку по 2 мин. После полного разделения фаз в делитель-

ной воронке нижний ацетонитрильный слой собирают в химический стакан объемом 100 см^3.

Ацетонитрильный экстракт переносят в делительную воронку, прибавляют к нему 25 см^3 гексана и интенсивно встряхивают воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонитрильный слой собирают в химический стакан объемом 100 см^3, верхний гексановый слой отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают еще одной порцией гексана объемом по 30 см^3, гексан отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 см^3 и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

9.3.3. Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак С16

Сухой остаток, полученный по п. 9.3.2, растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 см^3 воды, перемешивают и проводят очистку на концентрирующих патронах Диапак С16, как указано в п. 9.1.4 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак С16».

9.3.4. Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак Амин

Сухой остаток, полученный в п. 9.3.3, растворяют в 2 см^3 ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 см^3 гексана, перемешивают и вносят на заранее подготовленный концентрирующий патрон Диапак Амин, элюат собирают в концентратор объемом 100 см^3. Исходный концентратор обмывают 10 см^3 смеси гексана с ацетоном в соотношении 9 : 2 и также вносят на патрон. Элюаты объединяют, выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

После очистки элюат выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 5—10 см^3 ацетонитрила и 20 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

9.4. Масло рапса

9.4.1. Экстракция и очистка полученного экстракта

Из пробы рапсового масла отбирают в стакан навеску массой 10 г и переносят ее в делительную воронку объемом 250 см^3 тремя порциями гексана объемом по 30 см^3. Индоксакарб экстрагируют тремя порциями ацетонитрила объемом по 30 см^3, встряхивая делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний ацетонит-

рильный слой объединяют в стакане объемом 100 см^3. Верхний слой (гексан) отбрасывают.

Ацетонитрильный экстракт, полученный в п. 9.4.1, переносят в чистую делительную воронку объемом 250 см^3, прибавляют 50 см^3 гексана и интенсивно встряхивают воронку 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (гексан) отбрасывают, а ацетонитрильный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают еще одной порцией гексана объемом 50 см^3. Гексан отбрасывают, а ацетонитрил собирают в концентратор объемом 250 см^3 через слой безводного сульфата натрия и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.1.4 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак С16» и п. 9.3.4 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак Амин».

После очистки элюат выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 5—10 см^3 ацетонитрила и 20 мм^3 пробы вводят в хроматограф.

9.5. Условия хроматографирования

Хроматограф жидкостной Waters 515 с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны и чувствительностью не ниже 0,005 единиц адсорбции на шкалу, номер госрегистрации 15311-02 или другой с аналогичными характеристиками.

Колонка стальная Symmetry Shield RP18, 250 мм × 4,6 мм, зернение 5 мкм, фирма «Waters».

Предколонка стальная Symmetry C8, 20 мм × 3,9 мм, зернение 5 мкм, фирма «Waters».

Температура колонки: 25 °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил–вода в соотношении 70 : 30.

Длина волны: 300 нм.

Время удерживания Индоксакарба: 9,255 мин ± 2 %.

Чувствительность не менее 0,005 AUFS (единиц абсорбции на шкалу).

Объем вводимой пробы: 20 мм^3.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в пределах 2—20 нг.

10. Обработка результатов

Для обработки результатов хроматографического анализа используется программное обеспечение химического анализа Millenium 3.05.01.

Альтернативная обработка результатов.

Содержание Индоксакарба рассчитывают по формуле:

$$\tilde{O} = \frac{S_{r\partial} \cdot A \cdot V}{100 \cdot S_{\eta\partial} \cdot m} \cdot P \text{, где}$$

X – содержание Индоксакарба в пробе, мг/кг;

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

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

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

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

m – масса анализируемого образца, г (см^3);

P – содержание Индоксакарба 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

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

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

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

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 0,02 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:

$$C_д = \Delta_{л,\bar{О}} + \Delta_{л,\bar{О}'}, \text{ где}$$

$\pm\Delta_{л,\bar{О}}$ ($\pm\Delta_{л,\bar{О}'}$) – 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;

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

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

Результат контроля процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

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

$\bar{О}'$, $\bar{О}$, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11), содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце и концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$\hat{E} = \sqrt{\Delta^2_{л,\bar{О}'} + \Delta^2_{л,\bar{О}}}$$

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

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):

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

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, Довгилевич Е. В., ст. н. сотр., канд. биол. наук, Довгилевич А. В., ст. н. сотр., канд. хим. наук, Устименко Н. В., ст. н. сотр., канд. с-х. наук.

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.

Методика прошла метрологическую экспертизу (Свидетельство об аттестации № 0046.22.09.10 от 28.09.2010 и внесена в Федеральный реестр (ФР.1.31.2010.09007).

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