Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2076—4.1.2088—06

Издание официальное

Москва, 2009

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2076—4.1.2088—06

Издание официальное

ББК 51.21
О37

О37 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009 — 188с.

1. Сборник подготовлен Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); при участии специалистов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 11,75

Тираж 100 экз.

Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

Содержание

1. Методические указания по определению остаточных количеств глюфосинат аммония и его метаболита в зерне гороха газохроматографическом методом. МУК 4.1.2076-06.....4
2. Методические указания по измерению концентраций дикамбы в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2077-06.....22
3. Методические указания по определению остаточных количеств квинклорака в зерне риса методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2078-06.....35
4. Методические указания по определению остаточных количеств квинклорака в зерне риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2079-06.....49
5. Методические указания по определению остаточных количеств люфенурона в томатах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2080-06.....62
6. Методические указания по определению остаточных количеств метамитрона в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной, столовой и кормовой свеклы методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2081-06.....72
7. Методические указания по определению остаточных количеств Трибенурон-метила в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2082-06.....87
8. Методические указания по определению остаточных количеств тиаметоксама в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2083-06.....106
9. Методические указания по определению остаточных количеств тебуконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2084-06.....120
10. Методические указания по измерению концентраций тринексапак-этила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2085-06.....132
11. Методические указания по определению остаточных количеств тринексапак-этила и его основного метаболита тринексапака-кислоты в воде, тринексапак-этила по метаболиту тринексапаку-кислоте в почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2086-06.....142
12. Методические указания по определению остаточных количеств Альфа-циперметрина в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2087-06.....162
13. Методические указания по измерению концентраций эсфенвалерата в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2088-06.....176

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный врач
Российской федерации

Г.Г. Онищенко

«30» июля 2006г.

Дата введения: с 1 января 2007 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ТЕБУКОНАЗОЛА В СЕМЕНАХ, МАСЛЕ И ЗЕЛЕНОЙ МАССЕ РАПСА МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОЙ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

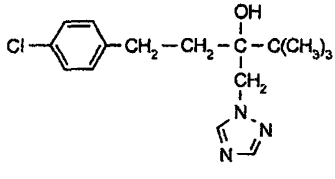
МУК 4.1.2084-06

Настоящие методические указания устанавливают метод капиллярной газожидкостной хроматографии для определения массовой концентрации тебуконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса в диапазоне 0,1-1,0 мг/кг.

Тебуконазол – действующее вещество фунгицида Фоликур, КЭ (250 г/л), фирма производитель Байер Кроп Сайенс (Германия).

(RS)-1-п-хлорфенил-4,4-диметил-3-(1Н-1,2,4-триазол-1-илметил)пентан-3-ол (ИЮПАК)

(±)-α-[2-(4-хлорфенил)этил]- α-(1,1-диметилэтил)-1Н-1,2,4-триазол-1-этанол (С.А.)



$C_{16}H_{22}ClN_3O$

Мол. масса: 307,8

Бесцветное кристаллическое вещество. Температура плавления: 105°С. Давление паров при 20°С: 1,7 х 10^{-3} мПа. Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{OW} log P = 3,7. Растворимость (г/дм^3) при 20°С: дихлорметан – более 200, изопропанол, толуол – 50-100, гексан – менее 0,1, вода – 0,036.

Вещество устойчиво к гидролизу при pH 5-9 и фотолизу.

Тебуконазол медленно разрушается в почве и слабо передвигается по почвенному профилю.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс и мышей - 3000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс - более 5000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс - 5100 мг/м^3 воздуха. Тебуконазол вызывает слабое раздражение слизистой оболочки глаз у кроликов. LC_{50} для рыб 5,7 мг/дм^3 (96 час.).

Фунгицид нетоксичен для птиц, пчел, дождевых червей и водорослей.

Рекомендуемый норматив для тебуконазола в семенах и масле рапса – 0,2 мг/кг.

Область применения препарата

Тебуконазол – системный фунгицид широкого спектра действия с защитным, лечебным и искореняющим эффектом. Эффективен против возбудителей мучнистой росы, ржавчины, септориоза, фузариоза, ринхоспориоза на зерновых злаках, альтернариоза и склеротиниоза на рапсе. Используется как для обработки вегетирующих растений, так и для протравливания семян.

Зарегистрирован в России под торговым названием Фоликур, КЭ (250 г/л) в качестве фунгицида для обработки вегетирующих растений зерновых злаков и рапса.

1. Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20					
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Относительное отклонение DS, %	Доверительный интервал среднего, %
Зеленая масса	0,1	0,1 - 1,0	82,2	2,9	1,3	± 2,9
Семена	0,1	0,1 – 1,0	85,9	4,1	1,8	± 3,8
Масло	0,1	0,1 - 1,0	84,5	3,9	1,8	±3,7

Таблица 2

Полнота определения тебуконазола в модельных матрицах (n = 5)

Матрица	Внесено тебуконазола, мг/кг	Открыто тебуконазола, %	Доверительный интервал среднего, %
Зеленая масса	0,1	81,3	±2,6
	0,2	83,0	±2,5
Семена	0,1	82,7	±3,6
	0,2	84,4	±3,4
	0,5	86,5	±2,9
	1,0	89,8	±2,8
Масло	0,1	80,4	±3,5
	0,2	84,6	±3,5
	0,5	85,6	±2,6
	1,0	87,5	±2,4

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью капиллярной газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с термоионным детектором (ТИД). Контроль тебуконазола в матрицах осуществляется по содержанию вещества после экстракции его из зеленой массы водным ацетоном, из семян и масла ацетонитрилом, очистки экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей, а также на колонке с силикагелем.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Газовый хроматограф «Кристалл 2000М» с ТИД	Номер Госреестра
(СКБ «Хроматэк», Россия)	№ 14516-95
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим	ГОСТ 7328

пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности +/- 0,036 г	
Колбы мерные вместимостью 2-100-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой вместимостью 5 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 500 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Тебуконазол, аналитический стандарт фирмы Байер (Германия) с содержанием д.в. 99,8%	
Ацетон, чда	ГОСТ 2603-79
Ацетонитрил, хч	ТУ 6-09-3534-87
Вода бидистиллированная	ГОСТ 6702
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375
Метилен хлористый (дихлорметан), хч	ГОСТ 12794
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
Этиловый эфир уксусной кислоты, ч	ГОСТ 22300

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Азот газообразный (баллон), осч	ГОСТ 9293
Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851-78
Ванна ультразвуковая, модель D-50, фирма Branson Instr. Co. (США)	
Вата медицинская	ТУ 9393-001-00302238
Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147
Воронки делительные вместимостью 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	ГОСТ 25336

Генератор водорода, модель SPE, фирма General Electric (США) или аналогичный	
Дефлегматор елочный	ГОСТ 9737
Колба Бунзена	ГОСТ 5614
Колбы плоскодонные вместимостью 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 9737
Колонка кварцевая капиллярная ZB-1, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,32 мм, толщина пленки 0,5 мкм, неподвижная фаза SE-30, фирма Phenomenex (США) или аналогичная	
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см, внутренним диаметром 8-10 мм	ГОСТ 9737
Компрессор (СКБ "Хроматэк", Россия)	
Мельница электрическая лабораторная	ТУ 46-22-236
Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi (Швейцария)	ТУ 25-11-917
Силикагель 60 (0,063-0,2 мм) для колоночной хроматографии (Мерк, Германия) I степени активности	
Стаканы химические вместимостью 100 и 500 $см^3$	
Стекловата	
Установка для перегонки растворителей	
Фильтры бумажные «красная лента», обеззоленные или фильтры из хроматографической бумаги Ватман 3ММ	ТУ 6-09-2678-77
Шприц для ввода образцов для газового хроматографа вместимостью 1 - 10 $мм^3$ (Hamilton, США)	

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими 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 допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя с опытом работы на газовом хроматографе.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха $(20+5)^0$С и относительной влажности не более 80%.
- выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с силикагелем.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Очистка н-гексана

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания последней в желтый цвет, затем водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.1.2. Очистка этилацетата

Этилацетат промывают последовательно 5%-ным водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют.

7.1.3. Очистка ацетона

Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 л ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г K_2CO_3).

7.1.4. Очистка силикагеля

Силикагель I степени активности встряхивают с двойным объемом очищенного ацетона и затем фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Силикагель

на фильтре промывают 1,5 объемом ацетона и затем высушивают при температуре 130^{0}С в течение 3 часов.

7.2. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 8-10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 3 г силикагеля I степени активности в 15 см^3 гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 20 см^3 гексана со скоростью 1-2 капли в сек., после чего она готова к работе.

7.3. Проверка хроматографического поведения тебуконазола на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,1 см^3 градуировочного раствора № 1 тебуконазола с концентрацией 10 мкг/см^3 в этилацетате (п. 7.5.2). Отдувают растворитель током теплого воздуха, остаток растворяют в 3 см^3 этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку с силикагелем, подготовленную по п.7.2. Промывают колонку 50 см^3 смеси гексан-этилацетат (1:1, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек., элюат отбрасывают. Затем колонку с силикагелем промывают 60 см^3 смеси гексан-этилацетат (2:8, по объему). Фракционно (по 10 см^3) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 см^3 этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., и анализируют на содержание тебуконазола по п.9.4.

7.4. Подготовка и кондиционирование хроматографической колонки

Капиллярную кварцевую колонку ZB-1 (типа SE-30) устанавливают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют при температуре 280^{0}С и скорости газа-носителя 2 см^3/мин в течение 8-10 часов.

7.5. Приготовление градуировочных растворов

7.5.1. Исходный раствор тебуконазола для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,010 г тебуконазола, растворяют в 40-50 см^3 этилацетата, доводят этилацетатом до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в морозильной камере при температуре не выше –18^{0}С в течение 3-х месяцев.

7.5.2. Раствор тебуконазола №1 для градуировки (концентрация 10 мкг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 10 $см^3$ исходного раствора тебуконазола с концентрацией 100 $мкг/см^3$ (п.7.6.1.), разбавляют этилацетатом до метки. Этот раствор используют для приготовления рабочих градуировочных растворов №№ 2-5.

Для приготовления проб семян и зеленой массы с внесением при оценке полноты извлечения тебуконазола из исследуемых образцов используют ацетоновый раствор тебуконазола с концентрацией 10 $мкг/см^3$, а для приготовления проб масла – раствор тебуконазола в изопропаноле с концентрацией 10 $мкг/см^3$.

Градуировочный раствор № 1, а также ацетоновый и изопропанольный растворы тебуконазола хранят в морозильной камере при температуре не выше -18^0С в течение месяца.

7.5.3. Рабочие растворы №№ 2-5 тебуконазола для градуировки (концентрация 0,2-2,0 $мкг/см^3$).

В 4 мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ помещают 2.0, 4.0, 10.0 и 20.0 $см^3$ градуировочного раствора № 1 тебуконазола с концентрацией 10 $мкг/см^3$ (п.7.5.2), доводят до метки этилацетатом, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2-5 с концентрацией тебуконазола 0.2, 0.4, 1.0 и 2.0 $мкг/см^3$, соответственно.

Растворы готовят непосредственно перед использованием.

7.6. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика (мВ) от концентрации тебуконазола в растворе ($мкг/см^3$), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки.

В инжектор хроматографа вводят по 1 $мм^3$ каждого градуировочного раствора (п.7.5.3) и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТом 10852-86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб».

Пробы зеленой массы хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более одного дня; для длительного хранения пробы замораживают и хранят при температуре -18^0С до анализа. Пробы семян высушивают до стандартной влажности и хранят в холодильнике при температуре не выше 4^0С. Масло хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре не выше 4^0С. В некоторых случаях масло получают из семян рапса экстракцией органическими

неполярными растворителями (петролейный и диэтиловый эфиры) непосредственно перед проведением анализа.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция тебуконазола

9.1.1. Зеленая масса. Образец измельченного растительного материала массой 20 г помещают в плоскодонную колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 100 $см^3$ смеси ацетон-вода (7:3, по объему) и суспензию перемешивают в течение 1 часа на аппарате для встряхивания. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр в колбу вместимостью 250 $см^3$. Осадок на фильтре промывают 50 $см^3$ смеси ацетон-вода (7:3, по объему). Экстракт и промывную жидкость переносят в химический стакан, перемешивают, измеряют объем раствора и ¼ его часть (эквивалентную 5 г образца) переносят в круглодонную колбу. Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.

9.1.2. Семена. Образец размолотых семян массой 10 г помещают в плоскодонную колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ ацетонитрила и помещают на аппарат для встряхивания на 1 час. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр в колбу вместимостью 250 $см^3$. Осадок на фильтре промывают 30 $см^3$ ацетонитрила. Экстракт и промывную жидкость переносят в химический стакан, перемешивают, измеряют объем раствора и ½ его часть (эквивалентную 5 г образца) переносят в делительную воронку вместимостью 100 $см^3$. В воронку вносят 10 $см^3$ гексана, интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз нижний ацетонитрильный слой фильтруют в круглодонную колбу вместимостью 100 $см^3$ через слой ваты, помещенный в конусную воронку. Вату на фильтре промывают 10 $см^3$ ацетонитрила, которые объединяют с фильтратом. Объединенную ацетонитрильную фракцию упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40^0С и подвергают очистке на колонке по п.9.3.

9.1.3. Масло. К образцу масла массой 5 г, помещенного в плоскодонную колбу вместимостью 250 $см^3$, добавляют 50 $см^3$ ацетонитрила и колбу помещают на встряхиватель на 30 мин. Верхний ацетонитрильный слой декантируют в круглодонную колбу вместимостью 100 $см^3$ через слой ваты, помещенной в конусную воронку. К оставшемуся в колбе маслу приливают 25 $см^3$ ацетонитрила и операцию экстракции повторяют. После декантации ацетонитрильного слоя вату промывают 10 $см^3$ ацетонитрила, которые объединяют с фильтратом. Объединенную

ацетонитрильную фазу, пропущенную через вату, переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 15 см^3 гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний ацетонитрильный слой собирают в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40^{0}С и подвергают очистке на колонке по п.9.3.

9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Экстракт, полученный по п. 9.1.1. и помещенный в круглодонную колбу, упаривают на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка (8-10 см^3) при температуре не выше 40^{0}С. К водному остатку прибавляют 15 см^3 насыщенного раствора хлорида натрия, перемешивают и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см^3. В воронку вносят 30 см^3 хлористого метилена, интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После разделения фаз нижний органический слой фильтруют через слой безводного сульфата натрия в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3. Операцию экстракции водной фазы повторяют еще дважды, используя 30 и 20 см^3 хлористого метилена. Объединенную органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40^{0}С и подвергают дополнительной очистке на колонке по п.9.3.

9.3. Очистка экстракта на колонке с силикагелем

Сухой остаток в круглодонной колбе, полученный по пп. 9.1.2., 9.1.3. и 9.2., растворяют в 0,6 см^3 этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., добавляют 2,4 см^3 гексана, перемешивают, вновь помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку, подготовленную по п. 7.2. Колбу обмывают 3 см^3 смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему), которые также наносят на колонку. Промывают колонку 40 см^3 смеси гексан-этилацетат (1:1, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек., элюат отбрасывают. Тебуконазол элюируют с колонки 50 см^3 смеси гексан-этилацетат (2:8, по объему), собирая элюат непосредственно в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3. Раствор упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40°С. Остаток в колбе растворяют в 2,5 см^3 этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., и анализируют на содержание тебуконазола по п. 9.4.

9.4. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф «Кристалл 2000М» с термоионным детектором на азотсодержащие вещества с пределом детектирования не выше $2,82x10^{-14}$ г/с.

Колонка капиллярная кварцевая ZB-1, длина 30 м, внутренний диаметр 0,32 мм, толщина пленки 0,5 мкм, неподвижная фаза SE-30, фирма Phenomenex (США)

Температура термостата испарителя – 270^0С, детектора – 330^0С, термостата колонки (программа: от 180^0С (1 мин.) со скоростью 25^0/мин до 240^0С (0 мин.); со скоростью 5^0/мин до 255^0С (4 мин.); со скоростью 25^0/мин до 270^0С (2 мин.)

Расход газов: газа-носителя (азот) – 3,5 $см^3$/мин; водорода и воздуха к ТИД – 12,2 и 200 $см^3$/мин., соответственно

Деление потока: 1:2

Время удерживания тебуконазола: около 8 мин.

Объем вводимой пробы: 1 $мм^3$.

Линейный диапазон детектирования: 0,1 – 2,0 нг.

Каждую анализируемую пробу вводят 3 раза и вычисляют среднюю высоту хроматографического пика тебуконазола.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 2,0 мкг/$см^3$, разбавляют этилацетатом.

10. Обработка результатов анализа

Содержание тебуконазола рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \times A \times V}{H_o \times m}$$, где

X - содержание тебуконазола в пробе, мг/кг;

H_1 - высота пика образца, мВ;

H_o – высота пика стандарта, мВ;

A - концентрация стандартного раствора тебуконазола, мкг/$см^3$;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, $см^3$;

m - масса анализируемой части образца (г) / для зеленой массы, зерна и масла - 5 г/.

11. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1-6.2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

12. Разработчики

Дубовая Л.В., науч. сотр.; Макеев А.М., зав. лаб., канд. биол. наук.

ГНУ ВНИИ фитопатологии, 143050, Московская обл., п/о Большие Вяземы, тел. 592-92-20.

Подпись руки Дубовой Л.В. и Макеева А.М. заверяю

Зав. канцелярией ВНИИФ (Банюлис Г.Г.)

gost.e-ecolog.ru