Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний

Выпуск 3
Часть 4
МУК 4.1.1399—4.1.1403—03

Издание официальное

Москва • 2006

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний

Выпуск 3
Часть 4
МУК 4.1.1399—4.1.1403—03

ББК 51.23+51.21
О60
О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2006.—56 с.—Вып. 3.—Ч. 4.

ISBN 5—7508—0597—2

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (чл.-корр. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. Довгилевич А. В.); при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов). Разработчики методик указаны в конце каждой из них.

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по госсанэпиднормированию при Минздраве России.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко 24 июня 2003 г.

4. Введены с 30 июня 2003 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.23+51.21

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

Подписано в печать 19.04.06

Формат 60x88/16 Печ. л. 3,5

Тираж 500 экз. Заказ 20
(1-й завод 1—300 экз.)

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России
113105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел. 952-50-89

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

Содержание

Определение остаточных количеств тиаклоприда в воде, почве и яблоках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1399—03 4

Определение остаточных количеств фипронила и его метаболита фипронил-сульфона (мв 46136) в воде, почве, клубнях картофеля, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1400—03 13

Измерение концентраций фипронила в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.14001—03 24

Определение остаточных количеств флумиоксазина в воде, почве, семенах и масле сои, зеленой массе и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1402—03 34

Определение остаточных количеств хлоримурон–этила в воде, почве, семенах и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1403—03 48

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра
здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
24 июня 2003 г.
Дата введения: 30 июня 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств фипронила и его метаболита фипронил-сульфона в воде, почве, клубнях картофеля, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1400—03

1. Вводная часть

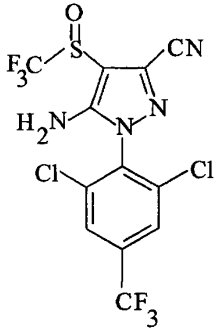
Фирма-производитель: Рон-Пуленк.

Торговое название: Регент, Адонис, Космос.

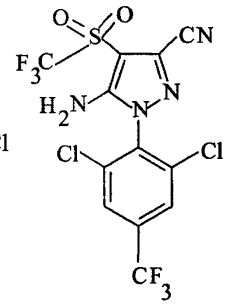
Названия по ИСО: фипронил, фипронил-сульфон.

Название по ИЮПАК: Фипронил – (±)-5-амино-1-(2,6-дихлор-α,α,α-трифтор-п-толил)-4-трифторметилсульфинил-пиразол-3-карбонитрил (1).

Фипронил-сульфон – (±)-5-амино-1-(2,6-дихлор-α,α,α-трифтор-п-толил)-4-трифторметилсульфонил-пиразол-3-карбонитрил (2).



1



2

Эмпирическая формула: $C_{12}H_4Cl_2F_6N_4OS$ (1), $C_{12}H_4Cl_2F_6N_4O_2S$ (2).

Молекулярная масса: 437,2.

Химически чистый фипронил представляет собой бесцветное кристаллическое вещество с плесневым запахом.

Давление насыщенного пара $3,7 \times 10^{-4}$ mPa при 20 °С.

Температура плавления: 195,5—203,0 °С.

Коэффициент распределения октанол/вода: K_{ow} lg$P$ = 4,00 при 20 °С.

Растворимость (г/100 мл): дихлорметан – 2,23, ацетон – 54,59, этилацетат – 26,49, гексан – 0,003 (28 мг/л), метанол – 13,75, 1-октанол – 1,22, вода – 1,9—2,4 мг/л (независимо от pH). Коэффициент распределения октанол/вода K_{OW} lg P = 4,00 при 20 °С Фипронил термически стабилен, не разрушается в присутствии металлов, не гидролизуется при pH 5—7; при pH 9 гидролизуется на 50 % за 28 дней.

В растениях соединение в результате окисления метаболизируется до фипронил-сульфона. В почве в период 30 и более дней наряду с сульфоном образуется соответствующий сульфид в результате восстановления сульфоксидной группы, а также амид за счет гидролиза нитрильной группы.

В России установлены следующие *гигиенические нормативы*: ДСД – 0,0002 мг/кг/сутки; ПДК в почве – 0,05 мг/кг; ПДК в воде водоемов – 0,001 мг/дм^3. МДУ в клубнях картофеля и зерне хлебных злаков – 0,005 мг/кг.

Фипронил – инсектицид из группы арилпиразолов контактного, кишечного и частично системного действия с длительным защитным эффектом. Он эффективно подавляет развитие вредителей из отрядов жесткокрылых и прямокрылых в посевах зерновых культур и на плантациях картофеля при норме расхода 5—12,5 г д.в./га, а также почвообитающих вредителей при обработке семян зерновых культур.

Зарегистрирован в России под торговыми названиями Регент, Адонис и Космос в виде воднодиспергируемых гранул, концентратов эмульсии и суспензии для борьбы с грызущими и сосущими насекомыми с нормой расхода 4—20 г д. в. на га в зависимости от культуры и вредителя в посадках картофеля и посевах зерновых колосовых культур.

2. Методика определения фипронила и фипронила-сульфона в воде, почве, клубнях картофеля, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении фипронила и фипронил-сульфона методом газожидкостной хроматографии с использованием электронозахватного детектора после их экстракции из образцов органическим растворителем и очистки экстрактов методом перераспределения соединений между двумя несмешивающимися растворителями. Идентификация фипронила и фипронил-сульфона проводится по временам удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при возделывании картофеля и зерновых культур (производные фенокси- и гетарилоксикарбоновых кислот, хлор- и фосфорорганические соединения, пиретроиды).

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $p = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения фипронил (фипронил-сульфон), мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S	доверительный интервал среднего результата %, ±
Вода	0,0005	0,0005—0,005	92,2	3,12	1,46
Почва	0,006	0,006—0,2	76,9	9,21	3,50
Зерно	0,005	0,005—0,1	79,4	5,40	2,52
Солома	0,01	0,01—0,1	81,2	6,66	3,12
Клубни картофеля	0,005 (0,004)	0,005—0,1 (0,004—0,04)	86,6 (89,8)	4,57 (3,09)	2,14 (1,45)

Таблица 2

Доверительный интервал и полнота определения фипронила и фипронил-сульфона в воде, почве, клубнях картофеля, зерне и соломе зерновых колосовых культур

Среда	Добавлено Фипронила, мг/кг	Обнаружено Фипронила, мг/кг	Доверительный интервал, ±	Полнота определения, %
1	2	3	4	5
Вода	0,0005	0,000444	0	88,9
	0,001	0,000930	0,00003	93,0
	0,0025	0,002390	0,00007	95,6
	0,005	0,004566	0,000127	91,3
Почва	0,006	0,00436	0,0001	72,7
	0,012	0,0091	0,0002	75,5
	0,06	0,0472	0,001	78,6
	0,18	0,145	0,004	80,6
Клубни картофеля*	0,004 (0,004)	0,003491 (0,003569)	0,000294 (0,000209)	87,3 (89,2)
	0,01 (0,01)	0,008607 (0,009161)	0,000243 (0,000219)	86,1 (91,6)
	0,02 (0,02)	0,016389 (0,01746)	0,000251 (0,000737)	81,9 (87,3)
	0,04 (0,04)	0,036531 (0,036431)	0,000901 (0,000579)	91,3 (91,1)
Зерно	0,005	0,0344	0,00272	86,0
	0,01	0,007636	0,000472	76,4
	0,025	0,018983	0,00044	75,9
	0,05	0,039661	0,002058	79,3
Солома	0,01	0,009111	0,000617	91,1
	0,02	0,015579	0,001094	77,9
	0,05	0,03902	0,001018	78,0
	0,1	0,077905	0,001295	77,9
* В скобках приведены данные для фипронил-сульфона.				

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы

Фипронил, аналитический стандарт фирмы
БАСФ Агро Б.В. с содержанием д.в. 99,3 %
Фипронил-сульфон, аналитический стандарт
фирмы БАСФ Агро Б.В. с содержанием д.в. 99,3 %

Азот, осч	ГОСТ 9293—74
Ацетонитрил	ТУ 6-09-3534—87
Вода дистиллированная	ГОСТ 7602—72
н-Гексан, ч	ТУ 6-09-3375—78
Метилен хлористый	ГОСТ 19433—88
Насадки для колонки: Газохром Q с 5 % OV-210 (0,12—0,16 мм)	
Хромосорб W-HD с 3 % OV-210 (0,12—0,16 мм)	
Инертон N-AW супер, 5 % OV-17 (0,20—0,25 мм), Хемапол, Чехия	
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Толуол	ГОСТ 5789—78
Этилацетат, хч	ГОСТ 22300—76

2.2.2. Приборы, аппаратура, посуда

Баня водяная	ТУ 46-22-603—75
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 34104—80Е
Водоструйный насос	ГОСТ 10696—75
Воронки делительные на 250 мл	ГОСТ 10054—75
Воронки для фильтрования, стеклянные	ГОСТ 8613—75
Встряхиватель механический	ТУ 64-1-1081—73
Испаритель ротационный, вакуумный ИР-1М или аналогичный	ТУ 25-11-917—74
Колбы конические плоскодонные на 100 и 250 мл, КПШ-100, КПШ-250	ГОСТ 10394—72
Колбы мерные на 25, 50, 100 мл	ГОСТ 1770—74
Колонки хроматографические стеклянные для газовой хроматографии, длина 2 и 3 м, внутренний диаметр 3 мм	
Колонки хроматографические стеклянные или пластиковые диаметром 15 мм и длиной не менее 80 мм	
Концентраторы грушевидные (конические)	
НШ29 КГУ-100-14/19, ТС	ГОСТ 10394—72
Пипетки мерные на 0,1; 1,0; 5,0; 10 мл	ГОСТ 20292—74
Стаканы стеклянные на 100 мл	ГОСТ 6236—72
Стеклянные палочки	
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6-09-1678—86

Хроматограф газовый с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов ^{63}Ni «Цвет-550» или другой аналогичного типа

2.3. Подготовка к определению

2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонки для газожидкостной хроматографии

Готовую насадку засыпают в стеклянную хроматографическую колонку и уплотняют под вакуумом. Колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре на 20 °С ниже максимально допустимой для данной жидкой фазы в течение 8—10 ч.

2.3.2. Приготовление стандартных растворов

Взвешивают 50 мг фипронила или фипронил-сульфона в мерной колбе на 50 мл, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом (стандартные растворы № 1, концентрация 1 мг/мл).

Стандартные растворы № 1 можно хранить в холодильнике в течение 6 месяцев.

Методом последовательного разбавления готовят стандартные растворы фипронила и фипронил-сульфона в ацетонитриле с концентрацией 0,1; 0,05; 0,01 и 0,005 мкг/мл для построения калибровочных графиков. Для приготовления стандартных растворов фипронила можно использовать толуол.

2.3.3. Подготовка колонки для очистки экстракта

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм помещают 4—5 г флорисила с размером зерен 60—100 меш и, аккуратно постукивая по стенкам колонки, формируют слой адсорбента высотой 5 см. Сверху на флорисил насыпают 1 г безводного сульфата натрия. Колонку промывают 20 мл смеси этилацетата с гексаном в соотношении 1 : 1 и высушивают при комнатной температуре.

2.4. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051–79 от 21.08.79). Пробы клубней картофеля хранят при температуре 0—4 °С в течение суток. Для длительного хранения пробы замораживаются и хранятся при температуре –18 °С.

Отобранные пробы зерна и соломы подсушивают до стандартной влажности и хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре при комнатной температуре. Для длительного хранения пробы почвы подсушиваются при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года.

Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, клубни картофеля измельчают на терке, зерно и солому – на лабораторной мельнице.

2.5. Описание определения

2.5.1. Вода

Пробу воды объемом 100 мл помещают в делительную воронку емкостью 250 мл и трижды экстрагируют хлористым метиленом порциями по 20 мл, встряхивая каждый раз воронку в течение 1—2 мин. После разделения фаз в воронке нижний слой сливают в концентратор, пропуская его через безводный сульфат натрия. Объединенные экстракты выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре бани не выше 40 °С.

Остаток в концентраторе растворяют в 10 мл гексана и переносят раствор в делительную воронку, обмывая концентратор еще 10 мл гексана. Фипронил трижды реэкстрагируют ацетонитрилом порциями 20, 10 и 10 мл соответственно, встряхивая воронку во время экстракции 1—2 мин. Сливают каждый раз нижний слой из делительной воронки в концентратор, объединяя все порции ацетонитрила.

Растворитель выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл ацетонитрила и вводят в хроматограф 2 мкл раствора.

2.5.2. Почва

Образец почвы массой 20 г помещают в коническую колбу объемом 250 мл, добавляют 50 мл ацетонитрила и встряхивают смесь на встряхивателе 1 ч. Дают осадку отстояться и растворитель декантируют в концентратор через фильтр «красная лента». К остатку почвы в колбе прибавляют 20 мл ацетонитрила и дополнительно экстрагируют образец на встряхивателе в течение 20 мин. Экстракт фильтруют через тот же фильтр в концентратор. Ацетонитрил упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С до объема 10—15 мл и добавляют в концентратор 10 мл дистиллированной воды. Затем ацетонитрил доупаривают полностью в вакууме, а водный остаток переносят в делительную воронку.

Реэкстрагируют фипронил из водной среды тремя порциями по 10 мл хлористого метилена, встряхивая воронку во время каждой экс-

тракции в течение 1—2 мин. Сливают в концентратор нижний слой после разделения фаз в делительной воронке, пропуская каждый раз экстракт через слой безводного сульфата натрия. Объединенный экстракт выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл толуола и вводят в хроматограф 5 мкл пробы. При необходимости проведения анализа на содержание остатков Фипронил-сульфона сухой остаток растворяют в 5—10 мл ацетонитрила.

2.5.3. Клубни картофеля

Навеску 25 г растертых клубней картофеля помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, добавляют 75 мл ацетонитрила и встряхивают смесь на встряхивателе 1 ч. Экстракт фильтруют через фильтр «красная лента» в коническую колбу на 100 мл методом декантации и добавляют к раствору 5 г твердого хлорида натрия. Оставляют на 20 мин, после чего раствор аккуратно переносят в делительную воронку так, чтобы осадок остался в колбе. Повторяют экстракцию еще раз, используя 50 мл ацетонитрила и встряхивая смесь 0,5 ч. Экстракт объединяют в делительной воронке объемом 250 мл.

К объединенным экстрактам в делительной воронке добавляют 20 мл насыщенного раствора хлорида натрия и встряхивают смесь 1—2 мин. Водный слой (нижний) отбрасывают, органическую фазу фильтруют через слой безводного сульфата натрия в концентратор. Растворитель выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С досуха.

Остаток растворяют в 5 мл ацетонитрила и добавляют в концентратор 40 мл дистиллированной воды. Смесь переносят в делительную воронку и экстрагируют хлористым метиленом трижды порциями по 20 мл. Сливают из делительной воронки каждый раз нижний слой в концентратор, пропуская его через безводный сульфат натрия. Объединенные экстракты выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл ацетонитрила и вводят в хроматограф 5 мкл пробы в условиях, указанных в п. 2.6.1.1. Для определения содержания фипронил-сульфона пробу повторно хроматографируют в условиях, указанных в п. 2.6.1.2.

2.5.4. Зерно

К навеске 10 г размолотого зерна в конической колбе емкостью 250 мл добавляют 30 мл ацетонитрила и встряхивают смесь 1 ч на встряхивателе. Экстракт фильтруют в концентратор через бумажный фильтр «красная лента» методом декантации. Повторяют экстракцию

еще два раза, используя каждый раз тот же объем растворителя и встряхивая смесь по 0,5 ч. Экстракты объединяют в концентраторе объемом 250 мл. Объединенные экстракты выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С досуха.

Остаток в концентраторе растворяют в 5 мл ацетонитрила и добавляют 40 мл воды. Смесь переносят в делительную воронку и экстрагируют хлористым метиленом трижды порциями по 20 мл. Сливают из делительной воронки каждый раз нижний слой в концентратор, пропуская его через безводный сульфат натрия. Объединенные экстракты выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл ацетонитрила и вводят в хроматограф 5 мкл пробы в условиях, указанных в п. 2.6.1.1. Для определения содержания фипронил-сульфона пробу повторно хроматографируют в условиях, указанных в п. 2.6.1.2.

2.5.5. Солома

К навеске 10 г измельченной соломы в конической колбе емкостью 250 мл добавляют 10 мл дистиллированной воды и 75 мл ацетонитрила. Встряхивают смесь в течение 1 ч на встряхивателе. Экстракт фильтруют в делительную воронку через бумажный фильтр «красная лента». Повторяют экстракцию ацетонитрилом еще два раза, используя по 50 мл растворителя и встряхивая смесь каждый раз на встряхивателе по 0,5 ч. Экстракты объединяют в делительной воронке объемом 250 мл.

Добавляют в делительную воронку к объединенным экстрактам 50 мл насыщенного раствора хлорида натрия и встряхивают смесь 1—2 мин. Водный слой (нижний) отбрасывают. К ацетонитриловому раствору добавляют 50 мл гексана, и смесь встряхивают в воронке 1—2 мин. Нижнюю фазу после разделения слоев в делительной воронке фильтруют через безводный сульфат натрия в концентратор. Гексановый (верхний) слой отбрасывают. Растворитель выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40 °С досуха.

К сухому остатку в колбе добавляют 1 мл этилацетата и 4 мл гексана и переносят раствор на колонку для очистки образцов, подготовленную в соответствии с п. 2.3.3. Последовательно промывают колонку 10 мл гексана, 5 мл смеси гексана с этилацетатом в соотношении 4 : 1 и 2 мл смеси гексана с этилацетатом в соотношении 1 : 1. Элюаты отбрасывают.

Далее колонку промывают 10 мл смеси гексана с этилацетатом в соотношении 1 : 1, собирая элюат в концентратор. Растворитель выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не

выше 40 °С досуха. Остаток растворяют в 5 мл ацетонитрила и вводят пробу объемом 5 мкл в хроматограф.

2.6.1. Условия хроматографирования

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} или 32×10^{10}. Скорость движения ленты самописца 120 мм/ч.

Колонка стеклянная, спиральная, длина 2 м, внутренний диаметр 3 мм.

2.6.1.1. Вода, клубни картофеля, зерно и солома.

Носитель Газохром Q размер частиц 0,12—0,16 мм, неподвижная фаза 5 % OV-210.

Фипронил.

Температура испарителя – 250 °С, термостата колонки – 210 °С, детектора – 340 °С.

Газовый режим: азот – 40 мл/мин.

Абсолютное время удерживания фипронила – 8 мин 58 с.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,025—0,5 нг.

Фипронил-сульфон.

Температура испарителя 250 °С, термостата колонки 230 °С, детектора – 340 °С.

Абсолютное время удерживания фипронил-сульфона – 9 мин 56 с.

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

2.6.1.2. Почва.

Носитель Хромосорб W-HD размер частиц 80—100 меш, неподвижная фаза 3 % OV-210.

Фипронил.

Температура испарителя — 250 °С, термостата колонки 210 °С, детектора – 340 °С.

Газовый режим: азот – 40 мл/мин.

Абсолютное время удерживания фипронила – 3 мин 50 с.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,025—0,5 нг.

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю высоту пика.

Образцы, дающие пики большие чем стандартный раствор с концентрациями фипронила и фипронил-сульфона 0,1 мкг/мл соответственно, разбавляют.

Альтернативная фаза: 5 % OV-17 на Инертоне-супер, длина колонки 3 м. Температура термостата колонки – 230 °С, детектора – 340 °С, испарителя – 280 °С. Скорость газа-носителя (азот) – 40 мл/мин.

Время удерживания фипронила – 8 мин 20 с, фипронил-сульфона – 10 мин 18 с.

2.6.2. Обработка результатов анализов

Содержание фипронила и/или фипронил-сульфона в пробах воды, почвы, клубнях картофеля, зерна и соломы рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \, A \, V}{H_0 \, m \cdot 100}$$, где

X – содержание фипронила и/или фипронил-сульфона в пробе, мг/кг;

H_1 – высота пика образца, мм;

H_0 – высота пика стандарта, мм;

A – концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования (мл);

m – масса или объем анализируемого образца, г или мл.

P – содержание фипронила и/или фипронил-сульфона в аналитическом стандарте.

3. Требования техники безопасности

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

4. Разработчики

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

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов», 127550, Москва, Тимирязевская ул., д. 53, стр. 1.

Телефон/факс: 976-37-68 / 976-43-26.

gost.e-ecolog.ru