Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

**Сборник методических указаний
МУК 4.1.1437—4.1.1448—03, МУК 4.1.1453—4.1.1460—03,
МУК 4.1.1467—03**

Выпуск 4

Издание официальное

Москва • 2007

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1437—4.1.1448—03, МУК 4.1.1453—4.1.1460—03,
МУК 4.1.1467—03

Выпуск 4

ББК 51.21
О 37

О 37 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний. Вып. 4—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007.—254 с.

Настоящий сборник содержит копии оригиналов методических указаний по определению остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды.

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В.Н. Ракитский, проф. Т.В. Юдина); Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К.А. Тимирязева (проф. В.А. Калинин, к.х.н. А.В. Довгилевич); при участии Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (А.П.Веселов). Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Методические указания рекомендовваны к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, академиком РАМН Г.Г. Онищенко 24 июня 2003 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ.л.16,0

Тираж 150 экз.

Тиражировано отделом информационно-издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора

© Роспотребнадзор, 2007
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007

Содержание

Определение остаточных количеств тритосульфурона в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур, зерне и зеленой массе кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1437—03 4

Определение остаточных количеств трифлуралина в зеленой массе и зерне зерновых культур, в семенах и масле подсолнечника, сои и рапса методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1438—03 20

Определение остаточных количеств фенпироксимата и его метаболитов в воде, почве, винограде и яблоках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1439—03 30

Измерение концентрации фенпироксимата в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1440—03 43

Измерение концентраций флуметсулама и флорасулама в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1441—03 50

Определение остаточных количеств флуметсулама и флорасулама в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1442—03 59

Определение остаточных количеств флуазифоп-П-бутил по флуазифоп-П в воде, зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне гороха, семенах и масле сои, подсолнечника, рапса, льна методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1443—03 77

Определение остаточных количеств флутриафола в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых колосовых культур, ботве и корнеплодах сахарной свеклы, винограде и яблоках методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1444—03 99

Определение остаточных количеств хлороталонила в зерне и соломе зерновых колосовых культур, винограде, яблоках, хлороталонила и его метаболита – SDS 3701 (R 182281) методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1445—03 113

Определение остаточных количеств эсфенвалерата в воде водоемов, почве, яблоках, клубнях картофеля, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1446—03 128

Измерение концентраций карбосульфана в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1447—03 139

Определение остаточных количеств диниконазола в семенах и масле подсолнечника методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1448—03 146

Измерение концентраций дикамбы в воздухе рабочей зоны газожидкостной и тонкослойной хроматографией: МУК 4.1.1453—03 153

Определению остаточных количеств имазамокса в воде, почве, зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1454—03 164

Определение остаточных количеств клефоксидима в воде, почве, зерне и соломе риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1455—03 176

Определение остаточных количеств кломазона в воде, почве, зерне, соломе риса, семенах и масле сои хроматографическими методами: МУК 4.1.1456—03 187

Определение остаточных количеств крезоксим-метила в воде, почве, яблоках и его метаболита крезоксима в воде и почве газохроматографическим методом: МУК 4.1.1457—03 203

Определение остаточных количеств метазахлора в семенах и масле горчицы и рапса газохроматографическим методом: МУК 4.1.1458—03 215

Определение остатков пирипроксифена в воде, почве и яблоках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1459—03 223

Определение остаточных количеств тепралоксидима в воде, почве, сахарной свекле и сое методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1460—03 233

Определение остаточных количеств бромуконазола в воде, почве, зерне и зеленой массе зерновых колосовых культур, ягодах черной смородины и винограда методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1467—03 245

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации
Первый заместитель министра здравоохранения
Российской Федерации
Г.Г.ОНИЩЕНКО
24 июня 2003 г.

МУК 4.1. 1460-03

Дата введения: 30 июня 2003 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению остаточных количеств тепралоксидима в воде, почве, сахарной свекле и сое методом газожидкостной хроматографии

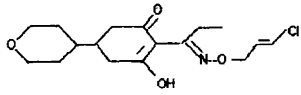
1. ВВОДНАЯ ЧАСТЬ

Фирма - производитель: БАСФ АГ, Германия

Торговое название: АРАМО

Действующее вещество: тепралоксидим (BAS 620 H)

2-[1-(3-хлор-(3E)-пропенилоксиимино)пропил]-3-гидрокси-5-(тетрагидропиран-4-ил)циклогекс-2-енон (ИЮПАК)



Эмпирическая формула: $C_{17}H_{24}ClNO_4$

Молекулярная масса: 341,8

Белое кристаллическое вещество без запаха

Температура плавления: 72,5-74,4°C

Давление паров при 20°C: 1,1 x 10^{-7}мбар

Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{ow} log P = 1,03 (pH 7)

Растворимость (г/л) при 20°C: гептан-10, толуол-820, дихлорметан - 1190, метанол-330, ацетон-700, этилацетат-690, вода - 0,43.

Стабильность к гидролизу при 22 град.С: DT_{50}= 6,6 дня (pH 4); 22,1 дня (pH 5). При pH 7 и 9 вещество оставалось стабильным на протяжении 33-дневного эксперимента.

Тепралоксидим фотолабилен и достаточно быстро разрушается в почве в аэробных условиях (DT_{50} = 1-9 дней).

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) тепралоксидима для крыс составляет около 5000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс более 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс - более 5,1 мг/куб.дм. Вещество не вызывает раздражения слизистой оболочки глаз и кожи у кроликов. LC_{50} для рыб около 100 мг/куб.дм (96 час.).

Тепралоксидим нетоксичен для пчел, птиц и диких животных.

Гигиенические регламенты применения вещества в России не установлены. В Германии предварительные значения МДУ для сахарной свеклы и зерна сои составляют 0,1 и 5 мг/кг, соответственно.

Область применения препарата:

Тепралоксидим - гербицид системного действия из группы ингибиторов синтеза жирных кислот. Он быстро проникает в листья вегетирующих растений и передвигается в корни. Предназначен для уничтожения однолетних и многолетних злаковых сорных растений в посевах широколистных культур (хлопчатник, картофель, сахарная свекла, соя, подсолнечник, люцерна и овощные), виноградниках, лесопитомниках. Применяется для обработки в период от фазы 3 листьев до конца кущения у злаковых сорняков.

Проходит регистрационные испытания в России и странах СНГ под торговым названием Арамо (BAS 620 00 H) (концентрат эмульсии, содержащий 200 г тепралоксидима в 1 л препарата) на сахарной свекле и сое в качестве избирательного гербицида при норме расхода препарата до 2 л/га.

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПРАЛОКСИДИМА В ВОДЕ, ПОЧВЕ, САХАРНОЙ СВЕКЛЕ И СОЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

2.1 Основные положения

2.1.1 Принцип метода

Методика основана на газохроматографическом определении теп-

ралоксидима на неподвижной фазе OV-17 после экстракции его из растительного материала и почвы водным ацетоном, из воды дихлорметаном, из масла водным метанолом, очистки экстрактов перераспределением в системе несмешивающихся растворителей и на колонке с оксидом алюминия.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2 Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в интенсивной технологии выращивания сахарной свеклы и сои.

2.1.3 Метрологическая характеристика метода

Таблица 1

Метрологические параметры метода

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P=0,95 , n=15					
	Предел обнаружения, мг/дм^3; мг/кг	Диапазон определяемых концентраций мг/дм^3; мг/кг	Среднее значение определения,%	Стандартное отклонение, S %	Относит. стандарт. отклон. DS, %	Доверительный интервал среднего, %
Вода	0,005	0,005-0,05	89,4	4,0	1,8	89,4 ± 3,7
Почва	0,02	0,02 - 0,2	85,7	5,3	2,8	85,7 ± 5,9
Сахарная свекла	0,05	0,05 - 0,5	82,5	5,3	2,4	82,5 ± 5,0
Соя (зерно)	0,05	0,05 - 0,5	82,7	4,9	2,2	82,7 ± 4,6
Масло	0,10	0,10 - 1,0	82,6	3,7	1,7	82,6 ± 3,5

Таблица 2

Полнота определения тепралоксидима в модельных матрицах
(n = 5)

Матрица	Внесено мг/куб.дм, мг/кг	Открыто %	Доверительный интервал среднего, %
Вода	0,005	85,8	+/- 3,6
	0,01	89,8	+/- 4,2
	0,025	89,2	+/- 2,9
	0,05	92,8	+/- 1,5
Почва	0,02	78,2	+/- 4,8
	0,04	86,6	+/- 2,6
	0,10	88,2	+/- 3,0
	0,20	90,0	+/- 2,6
Сахарная свекла	0,05	77,0	+/- 5,1
	0,10	82,4	+/- 4,4
	0,25	84,2	+/- 4,4
	0,50	86,2	+/- 2,5
Соя (зерно)	0,05	79,0	+/- 5,5
	0,10	82,2	+/- 4,1
	0,25	83,6	+/- 3,9
	0.50	85,8	+/- 3,8
Масло	0,10	79,8	+/- 3,3
	0,20	81,4	+/- 3,7
	0,50	83,6	+/- 3,1
	1,0	85,6	+/- 2,8

2.2 Реактивы, растворы и материалы

Тепралоксидим с содержанием д.в. 99,8% (БАСФ, Германия)

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79

Ацетонитрил, ч., ТУ 6-09-3534-82

Вода дистиллированная или деионизованная, ГОСТ 7602-72

н-Гексан, хч., ТУ 6-09-3375-78

Кальция хлорид, хч., ГОСТ 4161-77

Калий углекислый, хч., ГОСТ 4221-76

Калия перманганат, хч., ГОСТ 20490-75

Кислота серная, хч., ГОСТ 4204-77

Натрий двууглекислый, ГОСТ 83-79

Натрия гидроксид, хч., ГОСТ 4328-77

Натрия сульфат безводный, хч., ГОСТ 4166-76

Спирт метиловый, хч., ГОСТ 6995-77

Толуол, хч., ТУ 6-09-4305-76

Фосфора пентоксид, ч., МРТУ 6-09-5759-69

Хлористый метилен, ГОСТ 12794-80

Этилацетат, ГОСТ 22300-76

Алюминия оксид для хроматографии, II степени активности по Брокману, нейтральный, МРТУ 6-09-3916-83

Целит 535 (2-15 мкм) /Серва, Германия/

Вата хлопковая

Стекловата

Фильтры бумажные, синяя лента, ТУ 6-09-1678-77

Элюент N1 для колоночной хроматографии: смесь метанол-этилацетат (6:4, по объему)

Элюент N2 для колоночной хроматографии: смесь метанол-этилацетат (7:3, по объему)

2.3 Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф газовый Tracor 570 (США) с детектором по захвату электронов

Колонка хроматографическая, стеклянная, 1800 х 2 мм, неподвижная фаза 3% OV-17 на Инертон-супер, 0,16-0,20 мм (Хемапол, Чехия) или 3% OV-61 на Хромосорбе W(HP), 0,15-0,18 мм

Микрошприц емкостью 10 мкл, МШ-10Ф по ТУ 64-1-2850

Весы аналитические типа ВЛР-200, ГОСТ 19401-74

Встряхиватель механический, ТУ 64-1-1081-83

Гомогенизатор, МРТУ 42-1505-63

Прибор для перегонки при атмосферном давлении

Ротационный испаритель, тип ИР-1М, ТУ 25-11-917-76

Сито с диаметром отверстий 1 мм

Баня водяная, ТУ 46-22-603-75

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10696-75

Воронка Бюхнера, ГОСТ 9147-73

Воронки делительные вместимостью 250 и 500 мл, ГОСТ 25336-82

Воронки для фильтрования, стеклянные, ГОСТ 8613-75

Колба Бунзена, ГОСТ 5614-75

Колбы конические с притертыми пробками вместимостью 250 мл, ГОСТ 25336-82

Колбы мерные вместимостью 25, 50 и 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы грушевидные вместимостью 10,50, 100, 250 и 500 мл, ГОСТ 25336-82

Колонка хроматографическая, стеклянная, 25 х 0,8 см

Пробирки градуированные с притертыми пробками вместимостью 5 и 10 мл, ГОСТ 10515-75

Пипетки мерные вместимостью 1, 2 и 5 мл, ГОСТ 20292-74Е

Цилиндры мерные вместимостью 25, 50, 100, 250 и 500 мл, ГОСТ 1770-74

2.4 Отбор проб

Отбор проб проводится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов " (N 2051-79 от 21.08.79 г.).

Отобранные пробы почвы и растительного материала хранят в стеклянной таре в холодильнике не более двух дней. Для длительного хранения корнеплоды и ботву сахарной свеклы замораживают и хранят в морозильной камере при -18 град.С; пробы почвы доводят до воздушно-сухого состояния и хранят в холодильнике; пробы зерна и масла сои хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре не выше 4 град.С. Пробы воды хранят при температуре не выше 4 град.С в течение 3 дней, при температуре -18 град.С в течение месяца.

Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, а ботву и корнеплоды измельчают.

2.5 Подготовка к определению

2.5.1 Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Органические растворители перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан и хло-

ристый метилен встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до тех пор, пока свежая порция кислоты не перестанет окрашиваться. Затем растворители последовательно промывают водой, 2%-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего сушат над гидроксидом натрия и перегоняют.

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

Этилацетат промывают равным объемом 5%-ного раствора углекислого натрия, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

Оксид алюминия V степени активности по Брокману получают добавлением 12% дистиллированной воды к навеске оксида алюминия II степени активности.

2.5.2 Подготовка и кондиционирование колонки

Готовую насадку (3% OV-17 на Инертон-супер) засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостат хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 270 град.С в течение 8-10 часов.

2.5.3 Приготовление стандартных растворов

Основной стандартный раствор тепралоксидима с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,010 г вещества, содержащего 99,8% д.в., в толуоле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранят в холодильнике не более месяца.

Рабочие стандартные растворы с концентрациями 0,5 , 1,0, 2,5 и 5,0 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора тепралоксидима соответствующим последовательным разбавлением толуолом. Рабочие растворы хранят в холодильнике не более 7 дней.

При изучении полноты открывания тепралоксидима в модельных матрицах используются ацетоновые растворы вещества.

2.5.4 Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 2 мкл рабочего стандартного раствора тепралоксидима с концентрацией 0,5, 1,0, 2,5 и 5,0 мкг/мл.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений и находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации тепралоксидима в растворе

в мкг/мл.

2.5.5 Подготовка колонки с оксидом алюминия для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 0,8 см вставляют тампон из стекловаты и вносят суспензию 15 г оксида алюминия V степени активности в 20 мл этилацетата. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку последовательно промывают 30 мл метанола и 20 мл смеси метанол-этилацетат (6:4, по объему) со скоростью 1-2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.6 Проверка хроматографического поведения тепралоксидима на колонке с оксидом алюминия

В грушевидную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора тепралоксидима с концентрацией 100 мкг/мл. Отдувают растворитель током теплого воздуха, остаток растворяют в 3 мл элюента N1 (смесь метанол-этилацетат, 6:4) и наносят на колонку. Промывают колонку 30 мл элюента N1 и затем 50 мл элюента N2 со скоростью 1-2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 мл каждая, упаривают растворитель, остаток растворяют в 1 мл толуола и анализируют на содержание тепралоксидима по п. 2.7.

Фракции, содержащие тепралоксидим, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 мл толуола и вновь анализируют по п. 2.7. Рассчитывают содержание тепралоксидима в элюате, определяют полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для очистки экстракта объем элюента.

ПРИМЕЧАНИЕ: Профиль вымывания тепралоксидима может меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

2.6 Описание определения

2.6.1 Экстракция тепралоксидима

2.6.1.1 Вода. 250 мл предварительно отфильтрованной воды помещают в делительную воронку емкостью 500 мл и дважды экстрагируют хлористым метиленом порциями по 50 мл при энергичном встряхивании в течение 1 мин. Объединенную органическую фазу пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на роторном испарителе при 30 град.С. Для удаления следов хлористого метилена

к сухому остатку добавляет 5 мл гексана и растворитель упаривают досуха на роторном испарителе при 30 град.С. Эту операцию повторяют еще раз. Сухой остаток растворяют в 1 мл толуола и анализируют на содержание тепралоксидима по п. 2.7.

2.6.1.2 Почва. Навеску (25 г) подготовленной почвы помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 100 мл смеси ацетон-вода (80:20, по объему) и суспензию перемешивают в течение 1 часа на аппарате для встряхивания. Добавляют 2 г целита и фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Осадок на фильтре промывают 50 мл экстрагента. Дальнейшую очистку объединенного экстракта проводят по пп. 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.1.3 Сахарная свекла. К навеске (30 г) измельченного материала добавляют 120 мл смеси ацетон-вода (80:20, по объему) и гомогенизируют 3 минуты при 10000 об/мин. К гомогенату добавляют 2 г целита и фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Осадок на фильтре промывают 50 мл экстрагента. Из объединенного экстракта отбирают 1/3 объема раствора, эквивалентную 10 г ткани. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пп. 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.1.4 Зерно сои. Навеску (10 г) зерна заливают 15 мл воды и оставляют на ночь. Переносят зерно в стакан гомогенизатора, приливают 50 мл ацетона и гомогенизируют 3 минуты при 10000 об/мин. К гомогенату добавляют 2 г целита и фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Осадок на фильтре промывают 75 мл смеси ацетон-вода (80:20, по объему). Дальнейшую очистку объединенного экстракта проводят по пп. 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.1.5 Масло. Навеску (5 г) соевого масла помещают в коническую колбу емкостью 200 мл, приливают 50 мл смеси метанол-вода (80:20, по объему) и перемешивают в течение 20 минут на аппарате для встряхивания. Эмульсию переносят в делительную воронку емкостью 100 мл и оставляют на 15 минут в морозилке холодильника. Отделяют метанольный слой и масло повторно экстрагируют 50 мл смеси метанол-вода (80:20, по объему) указанным выше способом. Объединенный метанольный экстракт фильтруют через небольшой слой хлопковой ваты и в дальнейшем подвергают очистке по пп. 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.2 Очистка перераспределением в несмешивающуюся жидкость

Экстракты почвы (из п.2.6.1.2), сахарной свеклы (из п.2.6.1.3), зерна сои (из п.2.6.1.4) и масла (из п. 2.6.1.5) упаривают до водной фазы на роторном испарителе при температуре 40 град.С. Водный остаток переносят в делительную воронку вместимостью 200 мл, приливают 30 мл насыщенного раствора хлорида натрия и 40 мл хлористого метилена. Смесь встряхивают в течение 1 минуты и после ее разделения отделяют дихлорметановый слой. Экстракцию водной фракции хлористым метиленом повторяют еще раз (40 мл). Объединенный дихлорметановый экстракт высушивают над безводным сульфатом натрия и выпаривают на роторном испарителе досуха при температуре 30 град.С. Сухой остаток растворяют в 25 мл гексана и раствор переносят в делительную воронку вместимостью 200 мл. Колбу обмывают 50 мл ацетонитрила, который переносят в делительную воронку. Смесь встряхивают 1 минуту и отделяют ацетонитрильный слой. Экстракцию гексановой фракции ацетонитрилом повторяют еще раз (50 мл). Объединенный ацетонитрильный экстракт высушивают над безводным сульфатом натрия и упаривают на роторном вакуумном испарителе досуха при температуре 40 град.С.

2.6.3 Очистка на колонке с оксидом алюминия

Остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п. 2.6.2 экстрактов почвы, сахарной свеклы, семян и масла сои, количественно переносят тремя 1-мл порциями элюента N1 (метанол-этилацетат, 6:4) в подготовленную хроматографическую колонку. При анализе масла промывают колонку 15 мл элюента N1, которые отбрасывают, и элюируют тепралоксидим 15 мл элюента N1. При анализе остальных объектов промывают колонку 30 мл элюента N1, которые отбрасывают, и элюируют тепралоксидим 50 мл элюента N2 (смесь метанол-этилацетат, 7:3), собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 100 мл. Полученные растворы упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30 град.С. Сухие остатки объектов растворяют в 1 мл толуола и анализируют на содержание тепралоксидима по п.2.7.

ПРИМЕЧАНИЕ: При использовании новой партии сорбента или растворителей проводится проверка хроматографического поведения тепралоксидима на колонке с оксидом алюминия.

2.7 Условия хроматографирования

Газовый хроматограф Tracor 570 (США) с детектором по захвату

электронов (Ni).

Показания электрометра - 1 х 10^{-9} А

Скорость движения ленты самописца - 15 см/час

Колонка стеклянная, спиральная 1800 х 2 мм; неподвижная фаза - 3% OV-17 на Инертон-супер (0,16-0,20 мм)

Температура испарителя - 240 град. С, термостата колонки - 240 град. С, детектора - 350 град. С

Скорость потока газа-носителя (азота) - 25 мл/мин.

Объем вводимой пробы - 2 мкл.

Время удерживания тепралоксидима - 3 мин. 12 сек.

Предел детектирования - 1 нг.

Линейный диапазон детектирования - 1 - 10 нг.

Альтернативная фаза: 3% OV-61 на Хромосорбе W(HP) (0,15-0,18 мм); колонка стеклянная 1800 х 2 мм; условия хроматографирования те же

Каждую анализируемую пробу вводят три раза и вычисляют среднюю высоту пика.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 10 мкг/мл, разбавляют толуолом.

2.8 Обработка результатов анализа

Содержание тепралоксидима рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_I \times A \times V}{H_0 \times m}$$, где

X - содержание тепралоксидима в пробе, мг/кг или мг/куб. дм;

H_I - высота пика образца в мм;

H_0 - высота пика стандарта в мм;

A - концентрация стандартного раствора тепралоксидима, мкг/мл;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m - объем или масса анализируемой пробы, мл или г (для воды - 100 мл; для свеклы и сои - 10 г; для почвы - 25 г; для масла - 5 г).

3. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

Соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с легковоспламеняющимися жидкостями, токсичными веществами, электронагревательными приборами , сосудами, работающими под вакуумом.

4. РАЗРАБОТЧИКИ

Талалакина Т. Н. , науч. сотр. , Павлова Н. Н. , науч. сотр. , канд. биол. наук, Чаникова Е. В. , науч. сотр. , канд. мед. наук, Макеев А. М. , зав. лаб. , канд. биол. наук.

ВНИИ фитопатологии, 143050 Московская обл. , п/о Большие Вяземы, тел. 592-92-86

Подпись руки Т. Н. Талалакиной, Н. Н. Павловой, Е. В. Чаниковой и А. М. Макеева заверяю

Зав. канцелярией ВНИИФ (Эльнберг Е. Р.)

gost.e-ecolog.ru