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

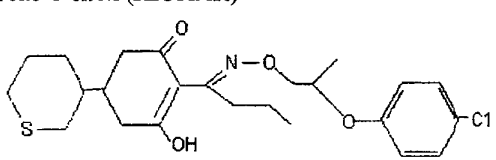
УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации
Первый заместитель министра здравоохранения
Российской Федерации
Г.Г. ОНИЩЕНКО
24 июня 2003 г. МУК 4.1. 1455-03

Дата введения: 30 июня 2003 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по определению остаточных количеств клефоксидима в воде, почве, зерне и соломе риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

1. ВВОДНАЯ ЧАСТЬ

Фирма - производитель: БАСФ АГ, Германия
Торговое название: АУРА
Действующее вещество: клефоксидим (BAS 625 H)
2-[1-(2-(4-хлорфенокси)пропоксиимино)-бутил]-3-оксо-5-тиан-3-илциклогекс-1-енол (ИЮПАК)



Эмпирическая формула: $C_{24}H_{32}Cl\,NO_4S$
Молекулярная масса: 466,04
Бесцветная вязкая жидкость
Температура плавления: 185^{0}C (с разложением)
Давление паров при 25^{0}C:
Коэффициент распределения н-октанол/вода: log P =
Растворимость (г/л) при 20 град.С: ацетон и этилацетат - более 700, 2-пропанол - 330, этанол - 67, вода - 5,3 мг/л.
Стабильность к гидролизу при 25 град.С (в темноте): DT = менее 1 часа (pH 5), 140 дней (pH 7) и более 300 дней (pH 9).

Вещество стабильно при нормальных условиях хранения.

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс - более 5000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс - более 4000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс - более 5,2 мг/куб.дм воздуха. Вещество не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз кролика. LC_{50} для рыб 12,8 мг/куб.дм. (96 час.).

Клефоксидим нетоксичен для пчел, птиц и диких животных.

Гигиенические регламенты применения вещества в России не установлены.

Область применения препарата:

Клефоксидим - гербицид системного действия из группы ингибиторов биосинтеза жирных кислот. Он быстро проникает в листья и корни вегетирующих растений и передвигается в точки роста. Предназначен для уничтожения однолетних и многолетних злаковых сорных растений в посевах риса, независимо от способа его выращивания. Применяется для обработки в период от фазы 2-3 листьев до конца кущения у злаковых сорняков (рис при этом должен иметь не менее 3 листьев).

Проходит регистрационные испытания в России и странах СНГ под торговым названием Аура (BAS 625 H) (концентрат эмульсии, содержащий 75 г клефоксидима в 1 л препарата) на рисе в качестве избирательного гербицида при норме расхода препарата до 2,7 л/га.

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ КЛЕФОКСИДИМА В ВОДЕ, ПОЧВЕ, ЗЕРНЕ И СОЛОМЕ РИСА МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

2.1 Основные положения

2.1.1 Принцип метода

Методика основана на определении клефоксидима методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором после извлечения вещества из воды хлористым метиленом, из почвы и растительного материала ацетоном, очистки экстрактов перерастворением в хлористом метилене и на концентрирующих патронах-колонках Диапак-диол и Диапак-амин.

Количественное определение проводится методом абсолютной на-

либровки.

2.1.2 Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в интенсивной технологии выращивания риса.

2.1.3 Метрологическая характеристика метода

Таблица 1

Метрологические параметры метода

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P=0,95 , n=20					
	Предел обнаружения, мг/куб.дм, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций мг/куб.дм, мг/кг	Среднее значение определения,%	Стандартное отклонение, S %	Относит. стандарт. отклон. DS, %	Доверительный интервал среднего, %
Вода	0,002	0,002-0,02	81,2	4,7	2,1	+/- 4,4
Почва	0,02	0,02-0,2	80,4	5,0	2,2	+/- 4,6
Зерно	0,05	0,05-0,5	79,2	4,8	2,2	+/- 4,5
Солома	0,10	0,10-1,0	87,4	5,4	2,4	+/- 5,0

Таблица 2

Полнота определения клефоксидима в модельных матрицах (n=5)

Матрица	Внесено мг/куб. дм мг/кг	Открыто %	Доверительный интервал среднего результата, %
Вода	0,002	78,4	+/- 4,7
	0,004	80,6	+/- 5,0
	0,010	81,8	+/- 5,5
	0,020	84,0	+/- 3,2
Почва	0,02	76,5	+/- 5,5
	0,04	80,6	+/- 4,3
	0,10	81,4	+/- 4,1
	0,20	83,9	+/- 2,7
Зерно	0,05	77,1	+/- 6,9
	0,10	80,0	+/- 4,7
	0,20	78,3	+/- 5,0
	0,50	81,4	+/- 3,5
Солома	0,10	82,8	+/- 6,9
	0,20	87,1	+/- 4,5
	0,50	89,1	+/- 3,9
	1,0	90,7	+/- 2,2

2.2 Реактивы, растворы и материалы

Клефоксидим с содержанием д.в. 98,8% (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

Калия перманганат, ГОСТ 20490-75

Калий углекислый, хч., ГОСТ 4221-76

Кислота серная, хч., ГОСТ 4204-77

Концентрирующие патроны Диапак-диол, АО БиоХимМак (117899, Москва, Воробьевы горы, МГУ), ТУ 4215-002-05451931-94

Концентрирующие патроны Диапак-амин, АО БиоХимМак (117899, Москва, Воробьевы горы, МГУ), ТУ 4215-002-05451931-94

Метилен хлористый, ГОСТ 12794-80

Натрия сульфат безводный, хч., ГОСТ 4166-76

Спирт метиловый, хч., ГОСТ 6995-77

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

Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил-вода (85:15, по объему)

Элюент для Диапак-диола: смесь гексан:хлористый метилен (1:1, по объему)

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

2.3 Приборы, аппаратура, посуда

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Altex (США) или аналогичный

Самописец регистрирующий фирмы Kipp a. Zonen BD 41 или аналогичный

Колонка хроматографическая, длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, заполненная Диасорбом 130-С16 Т или Диасорбом 130-С8 Т, зернением 7 мкм (АО БиоХимМак; Москва, Воробьевы горы, МГУ)

Шприц для ввода образцов в жидкостной хроматограф емкостью 100 мкл

Медицинский шприц с разъемом типа Люер для ввода образцов в концентрирующий патрон Диапак

Аппарат для встряхивания АБУ, ТУ 64-1-1081-83

Весы аналитические типа ВЛР-200, ГОСТ 19401-74

Водоструйный насос, ГОСТ 10696-75

Мельница электрическая лабораторная, ТУ 46-22-236-79 или аналогичная

Прибор для перегонки при атмосферном давлении

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

Воронка Бюхнера, ГОСТ 9147-73

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 50 и 100 мл, ГОСТ 1770-74

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

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

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

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

2.4 Отбор проб

Отбор проб производится 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 зерна и соломы подсушивают до стандартной влажности и хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре не выше 4 град.С не более 3 месяцев. Пробы почвы высушивают при комнатной температуре до воздушно-сухого состояния и хранят в стеклянной емкости в холодильнике не более 3 месяцев. Пробы воды хранят при температуре не выше 4 град.С в течение 2 дней, при температуре -18 град.С в течение месяца.

Перед анализом зерно и солому размалывают на мельнице, сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

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 хлористый 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).

Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием.

2.5.2 Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

Отмеряют 850 мл ацетонитрила, переносят в мерную колбу на

1000 мл, добавляют 150 мл бидистиллированной воды, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

2.5.3 Кондиционирование колонки и концентрирующих патронов

Промыть колонку для ВЭЖХ смесью ацетонитрил-вода (85:15, по объему) в течение 30 минут при скорости подачи растворителя 1 мл/мин. Включить детектор и подождать стабилизации базовой линии (5-15 минут).

Концентрирующий патрон Диапак-диол промывают последовательно с помощью медицинского шприца 10 мл хлористого метилена и 6 мл смеси гексан-хлористый метилен (1:1, по объему), а патрон Диапак-амин - 10 мл ацетона и 6 мл смеси гексан-ацетон (8:2, по объему) со скоростью 5 мл/мин.

2.5.4 Приготовление стандартных растворов

Основной стандартный раствор клефоксидима с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,010 г препарата, содержащего 98,8% д.в., в метаноле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранят в холодильнике не более месяца.

Рабочие стандартные растворы с концентрациями 0,1, 0,2, 0,5 и 1,0 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора клефоксидима соответствующим последовательным разбавлением подвижной фазой для ВЭЖХ (п. 2.5.2). Рабочие растворы готовятся и используются в день анализа.

2.5.5 Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 50 мкл рабочего стандартного раствора клефоксидима с концентрацией 0,1, 0,2, 0,5 и 1,0 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 клефоксидима в растворе в мкг/мл.

2.5.6 Проверка хроматографического поведения клефоксидима на концентрирующих патронах-колонках Диапак

2.5.6.1 Диапак-диол

В грушевидную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора клефоксидима с концентрацией 10 мкг/мл. Отдувают

растворитель током теплого воздуха, остаток растворяют в 2 мл смеси гексан-хлористый метилен (1:1, по объему) и наносят на кондиционированный патрон. Промывают патрон 5 мл этой же смеси со скоростью 1 мл/мин. Отбирают фракции по 1 мл каждая, упаривают растворитель, остаток растворяют в 1 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.2) и анализируют на содержание клефоксидима по п. 2.7.

Фракции, содержащие клефоксидим, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 5 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют по п. 2.7. Рассчитывают содержание клефоксидима в элюате, определяют полноту вымывания вещества из патрона.

2.5.6.2 Диапак-амин

В грушевидную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора клефоксидима с концентрацией 10 мкг/мл. Отдувают растворитель током теплого воздуха, остаток растворяют в 2 мл смеси гексан-ацетон (8:2, по объему) и наносят на кондиционированный патрон. Промывают патрон 4 мл смеси гексан-ацетон (8:2) и затем 12 мл ацетона со скоростью 1 мл/мин. Отбирают фракции по 1 мл каждая, упаривают растворитель, остаток растворяют в 1 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.2) и анализируют на содержание клефоксидима по п. 2.7.

Фракции, содержащие клефоксидим, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 5 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют по п. 2.7. Рассчитывают содержание клефоксидима в элюате, определяют полноту вымывания вещества из патрона.

ПРИМЕЧАНИЕ: Профиль вымывания клефоксидима может меняться при использовании новой партии патронов-колонок Диапак и растворителей.

2.6 Описание определения

2.6.1 Экстракция клефоксидима

2.6.1.1 Вода. 100 мл предварительно отфильтрованной воды помещают в делительную воронку емкостью 250 мл и трижды экстрагируют хлористым метиленом порциями по 30 мл при энергичном встряхивании в течение 1 минуты. Объединенную органическую фазу пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30 град.С. Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и анализируют на содержание клефоксидима по п. 2.7.

2.6.1.2 Почва. Навеску (20 г) воздушно-сухой почвы помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 100 мл ацетона и суспензию перемешивают в течение 40 минут на аппарате для встряхивания. Добавляют 2 г целита и фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Почву повторно экстрагируют 50 мл ацетона при встряхивании в течение 20 минут и суспензию фильтруют. Из объединенного фильтрата отбирают четвертую часть объема (около 35 мл) раствора, эквивалентную 5 г почвы, и упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30 град. С. Дальнейшую очистку проводят по п. 2.6.2.

2.6.1.3 Зерно, солома. Навеску размолотого зерна (10 г) или соломы (5 г) помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 50 мл ацетона и суспензию перемешивают в течение 30 минут на аппарате для встряхивания. Добавляют 2 г целита и фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Осадок переносят в колбу, приливают 50 мл ацетона и повторно перемешивают 30 минут на аппарате для встряхивания. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр и из объединенного фильтрата отбирают пятую часть объема (около 20 мл) раствора, эквивалентную соответственно 2 г зерна и 1 г соломы. Растворы упаривают досуха на роторном испарителе при 30 град. С и остатки очищают по п. 2.6.2.

2.6.2 Очистка на патронах Диапак

Сухой остаток в колбе, полученный по п. 2.6.1.2 или 2.6.1.3, растворяют двумя 10 мл порциями хлористого метилена и раствор переносят в грушевидную колбу емкостью 50 мл. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30 град. С. Сухой остаток растворяют в 2 мл смеси гексан-хлористый метилен (1:1, по объему) и раствор наносят на кондиционированный патрон Диапак-диол (п. 2.5.3), который затем промывают 5 мл этой же смеси со скоростью 1 мл/мин. Элюат собирают в грушевидную колбу емкостью 25 мл и упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30 град. С. Остаток переносят двумя 1-мл порциями смеси гексан-ацетон (8:2, по объему) в подготовленный патрон Диапак-амин (п. 2.5.3) и промывают 4 мл этой же смеси, которые отбрасывают. Клефоксидим элюируют из патрона 12 мл ацетона со скоростью 1 мл/мин. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30 град. С.

Сухой остаток растворяют в 1 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.2) и анализируют на содержание клефоксидима по п. 2.7.

ПРИМЕЧАНИЕ: При использовании новой партии патронов Диапак или растворителей проводится проверка хроматографического поведения клефоксидима на патронах Диапак-диол и Диапак-амин.

2.7 Условия хроматографирования

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Altex (США) или аналогичный

Самописец регистрирующий фирмы Kipp. a. Zonen BD 41 или аналогичный

Хроматографическая колонка длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Диасорб 130-С16 Т6 зернением 7 мкм

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил-вода (85:15, по объему)

Скорость потока элюента: 0,8 мл/мин

Рабочая длина волны: 280 нм

Чувствительность детектора: 0,01 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 50 мкл

Скорость протяжки ленты самописца: 10 см/час

Время выхода клефоксидима: около 6 мин.

Линейный диапазон детектирования: 5 - 50 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 1 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ

Альтернативная неподвижная фаза: Диасорб 130-С8 Т

Подвижная фаза: ацетонитрил-вода (85:15, по объему)

Скорость потока элюента: 0,8 мл/мин

Время выхода клефоксидима: 4,8 мин.

2.8 Обработка результатов анализа

Содержание клефоксидима рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

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

H_I - высота пика образца, мм;

H_0 - высота пика стандарта, мм;

А - концентрация стандартного раствора клефоксидима, мкг/мл;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m - масса или объем анализируемого образца, г или мл. (для воды-100 мл; для почвы-5 г; для зерна-2 г; для соломы-1 г)

3. Требования техники безопасности

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

4. Разработчики

Дубовая Л.В., научный сотр.;
Макеев А.М., зав. лабораторией, канд. биол. наук
ВНИИ фитопатологии, 143050 Московская обл.,
п/о Большие Вяземы, тел. 592-92-86

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

Зав. канцелярией — (Эльцберг Е.Р.)

gost.e-ecolog.ru