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 4.1.1454-03

Дата введения: 30 июня 2003 г.

4.1 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ, ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению остаточных количеств имазамокса в воде, почве, зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

1. ВВОДНАЯ ЧАСТЬ

Фирма производитель: БАСФ

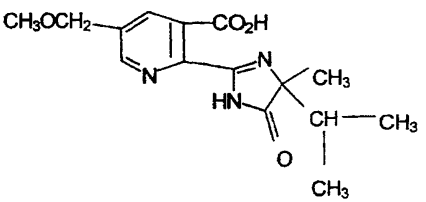
Торговое название: Пульсар

Название действующего вещества по ИСО: имазамокс

Синонимы: отсутствуют

Название действующего вещества по ИЮПАК: (RS)-5-метоксиметил-2-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил) никотиновая кислота

Структурная формула:



1. Назначение препарата

В нашей стране препарат Пульсар (4% к.с.) проходит предварительные регистрационные испытания в качестве гербицида для подавления осок, широколистных и злаковых сорняков в посевах некоторых бобовых культур (гороха и сои) в ранний послевсходовый период до стадии цветения. Рекомендуемая фирмой-производителем «Цианамид» (США) эффективная норма расхода при опрыскивании составляет 25-45 г/га по д.в. в зависимости от культуры, условий и способов применения. Подавление сорняков происходит благодаря поглощению гербицида листьями и/или корневой системой сорняков и быстрому перемещению в точки роста.

Методические указания по определению остаточных количеств имазамокса в почве, воде, зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

2. Физико-химические свойства действующего вещества препарата Пульсар

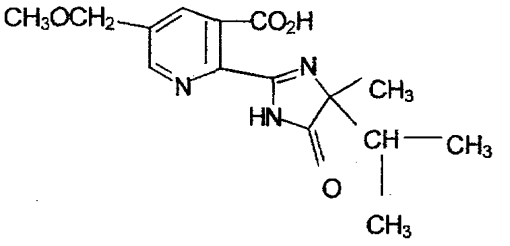
Фирма – производитель: «Цианамид» (США);

торговое название препарата: Пульсар;

название действующего вещества по ИСО: имазамокс;

название действующего вещества по ИЮПАК: (RS)-5-метоксиметил-2-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил) никотиновая кислота;

структурная формула:



Физико-химические свойства имазамокса

Эмпирическая формула: $C_{15}H_{19}N_3O_4$;

молекулярная масса: 305,3;

агрегатное состояние: кристаллическое вещество;

цвет: бесцветные кристаллы, без запаха;

температура плавления: 166,0-166,7 ^{0}C;

летучесть (давление паров): $<1,3x10^{-2}$ мПа (при 20^0C);

растворимость в воде при 25^0C: 4160,0 мг/л;

растворимость в органических растворителях при 20^0C (г/л): ацетон – 30,9; метилен хлористый – 218,0; н-гексан – 0,007; толуол – 2,2; метанол – 67,5; ацетонитрил – 19,0;

коэффициент распределения в системе октанол/вода при 25^0C: K_{ow} logP =-1,03 (pH5, без коррекции на диссоциацию), -2,4 (pH7, без коррекции на диссоциацию), 0,73 (pH5-6, с коррекцией на диссоциацию).

Устойчивость: разлагается при 175^0C и выше (техн. продукт), в нормальных условиях сохраняется без изменений длительное время, но быстро разлагается на свету.

Период полуразложения в дерново-подзолистой почве: 32-39 сут.

3. Краткая гигиеническая характеристика действующего вещества и препаративной формы

Имазамокс относится к малотоксичным веществам: оральная $ЛД_{50}$(крысы)> 5000 мг/кг, кожно-резорбтивная $ЛД_{50}$(крысы)>4000 мг/кг. Ингаляционная токсичность $ЛК_{50}$ (крысы,4 час) более 6,30 мг/л воздуха, $ЛД_{50}$ (перепелка, 14 сут) > 1846 мг/кг, $ЛК_{50}$ (радужная форель, 96 ч) > 122 мг/л, NOEC (дафния) = 122 мг/л, $ЛД_{50}$ (пчелы) > 25 мкг/особь (контактно).

В России проводятся работы по установлению гигиенических нормативов.

4. Метод определения действующего вещества кломазона в масле сои

Метод основан на извлечении имазамокса из воды и почвенных проб – 0,1н. водным раствором соляной кислоты, из зерна сои – этиловым эфиром уксусной кислоты, из масла сои – 0,1н. NaOH, очистке полученных экстрактов путем промывания с несмешивающимся с водой растворителем – н-гексаном, и переэкстракции в метилен хлористый с последующим определением имазамокса методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора при длине волны 254 нм (подробно метод описан в Приложении).

Приложение

Методика определения остаточных количеств имазамокса в почве, воде, зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)

1. Основные положения

1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении имазамокса из воды и почвенных проб – 0,1н. водным раствором соляной кислоты, из зерна сои – этиловым эфиром уксусной кислоты, из масла сои – 0,1н. NaOH, очистке полученных экстрактов путем промывания с несмешивающимся с водой растворителем – н-гексаном, и переэкстракции в метилен хлористый с последующим определением имазамокса методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора при длине волны 254 нм.

Минимально детектируемое количество имазамокса – 10 нг.

2.1.2. Избирательность метода.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен и может применяться для определения остаточных количеств имазамокса в воде, почве и растительном материале сои (зерно и масло), в присутствии других пестицидов.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1–2.

Таблица 1. Метрологическая характеристика метода

Субстрат (матрица)	Тип анализируемого объекта	Метрологические параметры (P=0,95; n=24)				
		Предел обнаружения, мг/кг (мг/л)	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/л)	Среднее значение определения, %	Стандартные отклонения ± S,%	Доверительный интервал среднего результата, %
вода	питьевая	0,0001	0,0001-0,002	94,6	3,7	1,6
почва	дерново-подзолистая	0,001	0,001-0,04	89,7	4,4	1,8
	чернозем выщелоченный	0,001	0,001-0,04	85,4	4,7	1,2
растительный материал	зерно сои	0,01	0,01-0,20	78,6	3,9	1,6
	масло сои	0,01	0,01-0,10	88,6	3,2	0,8

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы

Имазамокс аналитический стандарт с содержанием 99,8% д.в., производство фирмы «Цианамид»;

ацетонитрил, х.ч., ТУ 6-09-06-1092-83;

вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72;

н-гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78;

натрий хлористый, х.ч., ГОСТ 4233-77;

кальций хлористый, обезвоженный, х.ч., ГОСТ 4233-77;

соляная кислота, х.ч., ГОСТ 3118-77;

этиловый эфир уксусной кислоты, х.ч., ГОСТ 22300-76;

уксусная кислота, х.ч., ГОСТ 61-75;

метилен хлористый, х.ч., ТУ 6-09-2662-77;

метанол, х.ч., ТУ 6-09-11-1643-82;

натр едкий, ч.д.а., ГОСТ 4328-77, 20%-ный раствор;

натрия сульфат безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76;

фосфора оксид (V), х.ч., ТУ 6-09-4173-85;

стандартный раствор имазамокса в ацетоне - 100 мкг/мл (хранить в холодильнике, срок годности 60 сут).

2.2.2. Приборы, аппаратура, посуда

Высокоэффективный жидкостный хроматограф «Altex» с ультрафиолетовым детектором “Spectroflow 757” или другой аналогичного типа;

стальная колонка для ВЭЖХ Ultrasphere ODS (4,6х250 мм), 5 мкм;

самописец, модель ВД40 Kipp & Zonen или другой аналогичного типа;

аппарат для встряхивания проб АВУ-1, ТУ 64-1-1081-7 или другой аналогичного типа;

испаритель ротационный Rotavapor R110 Buchi или ИР-1М, ТУ 25-11-917-74 с водяной баней или другой аналогичного типа;

весы аналитические FX-40 A &D Company, АД-20, ВЛА-200, ГОСТ 34104-80Е или другие аналогичного типа;

весы лабораторные технические ВЛТК-500 или другие аналогичного типа;

иономер модель И-135, ТЗАП или другой аналогичного типа;

Таблица 2 – Доверительный интервал и полнота определения имазамокса в воде, почве, масле и зерне сои методом ВЭЖХ (6 повторностей для каждой концентрации)

Субстрат (матрица)	Тип анализируемого объекта	Внесено имазамокса, мг/кг (мг/л)	Определено имазамокса, мг/кг (мг/л)	Полнота определения, %	Стандартные отклонения ± S,%
вода	питьевая	0,0001	0,00009	90,6	3,7
		0,0002	0,00018	94,6	3,7
		0,001	0,00095	95,7	3,5
		0,002	0,00191	95,7	3,6
почва	дерново-подзолистая	0,001	0,0009	83,8	4,0
		0,002	0,0017	85,7	4,1
		0,02	0,0168	84,4	4,3
		0,04	0,0341	85,4	5,1
	чернозем обыкновенный	0,001	0,0008	83,5	3,4
		0,002	0,0017	85,9	5,7
		0,02	0,0175	87,8	4,9
		0,04	0,0319	89,9	4,6
растительный материал	зерно сои	0,01	0,0069	69,0	2,9
		0,02	0,0147	73,7	3,0
		0,04	0,0304	76,1	4,3
		0,20	0,1496	74,8	5,6
	масло сои	0,01	0,0086	89,6	2,4
		0,02	0,0167	86,2	4,2
		0,05	0,0440	83,8	3,7
		0,10	0,0853	85,3	3,4

воронки химические, ГОСТ 25336-82Е;

воронки делительные на 250 мл, ГОСТ 10054-75;

воронки Бюхнера, ГОСТ 9147-81;

колбы конические плоскодонные вместимостью 250 и 500 мл, ГОСТ 10394-72;

колбы мерные вместимостью 50 и 100 мл, ГОСТ 1770-74;

колбы Бунзена, ГОСТ 6514-74;

колбы грушевидные (концентраторы), ГОСТ 10394-74;

мельница (для размола зерна сои);

микропипетки (для нанесения растворов), вместимостью 0,1-0,2 мл, ГОСТ 20-292-74;

микрошприцы Гамильтон, вместимостью 100 мкл или другие аналогичного типа;

палочки стеклянные;

пипетка цифровая автоматическая с максимальной емкостью 5 мл, Aldrich. Wheaton или другая аналогичного типа.

2.3. Подготовка к определению

2.3.1. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В колбу на 1000 мл вносят 190 мл ацетонитрила, добавляют 800 мл бидистиллированной воды и 10 мл уксусной кислоты. Полученный раствор ацетонитрил:вода:уксусная кислота (19:80:1 по объему) фильтруют и дегазируют.

2.3.2. Кондиционирование колонки

Промывают колонку для ВЭЖХ системой ацетонитрил:вода:уксусная кислота (19:80:1 по объему) в течение 30 мин при скорости подачи подвижной фазы 1,5 мл/мин. Включают детектор ожидают стабилизацию базовой линии (10-20 мин).

2.3.3. Приготовление рабочих растворов

2.3.3.1. Приготовление 0,024н. раствора соляной кислоты

2 мл $HCl_{(конц)}$ переносят в мерную колбу на 1л, добавляют 600-700 мл бидистиллированной воды, перемешивают до полного растворения вещества и доводят водой до метки.

2.3.3.2. Приготовление 0,1 н. раствора соляной кислоты

8,4 мл $HCl_{(конц)}$ переносят в мерную колбу на 1л, добавляют 600-700 мл бидистиллированной воды, перемешивают до полного растворения вещества и доводят водой до метки.

2.3.3.3. Приготовление 1 н. раствора соляной кислоты

84 мл $HCl_{(конц)}$ переносят в мерную колбу на 1л, добавляют 600-700 мл бидистиллированной воды, перемешивают до полного растворения вещества и доводят водой до метки.

2.3.3.4. Приготовление 0,1н. раствора едкого натра

4 г сухого NaOH (в таблетках) вносят в мерную колбу вместимостью 1л, добавляют 600-700 мл бидистиллированной воды, перемешивают до полного растворения вещества и доводят водой до метки.

2.3.3.5. Приготовление раствора «А»

50 мл метанола вносят в мерную колбу вместимостью 1л, добавляют 600-700 мл 0,024н. раствора соляной кислоты, перемешивают до полного растворения вещества и доводят 0,024н. раствором соляной кислоты до метки.

2.3.4. Приготовление стандартных растворов

0,01 г имазамокса (аналитического стандарта) вносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют навеску в ацетоне и доводят объем до метки ацетоном (стандартный раствор №1, концентрация 100 мкг/мл). Раствор хранится в холодильнике не более 60 сут.

Методом последовательного разбавления исходного стандарта №1 раствором «А», готовят рабочие растворы имазамокса - 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 мкг/мл (рис.1), которые могут храниться при комнатной температуре не более 14 сут.

2.3.5. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в инжектор хроматографа вводят по 100 мкл рабочего раствора имазамокса с концентрацией 0,05; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 мкг/мл. Проводят не менее 5 параллельных измерений и находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации имазамокса в растворе в мкг/мл (рис.2).

2.4. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», утвержденными Минздравом СССР от 21.08.79 г., №2051-79.

Пробы воды в стеклянной или полиэтиленовой таре хранят при температуре 0-4^{0}С в течение не более 7 суток, для более длительного хранения пробы замораживаются и хранятся при –18^{0}С. Отобранные пробы зерна сои подсушивают до стандартной влажности и хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре при температуре 0-4^{0}С. Для длительного хранения пробы почвы подсушивают при комнатной температуре в отсутствии прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение 6 месяцев. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, зерно сои измельчают на лабораторной мельнице.

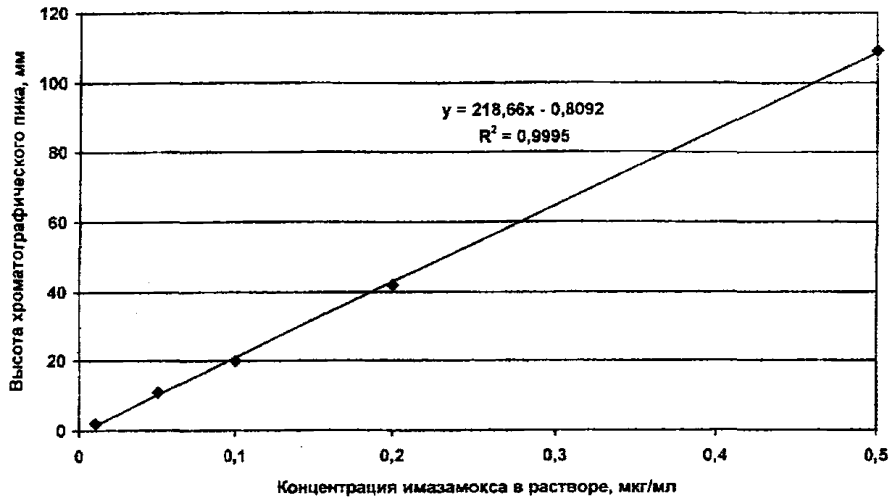


Рис. 2 График зависимости интенсивности сигнала детектора от концентрации имазамокса в растворе

Высокоэффективный жидкостный хроматограф "ALTEX" с УФ-детектором: колонка для ВЭЖХ Ultrasphere ODS (4,6x250 мм), 5 мкм; подвижная фаза ацетонитрил:вода:уксусная кислота (19:80:1 по объему); чувствительность 0,01 ед. абсорбции на шкалу; объем инжектора 100 мкл

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция гербицида из анализируемой пробы

2.5.1.1. Вода

Образец воды объемом 500 мл фильтруют через двойной складчатый фильтр «синяя лента», подкисляют 0,1н. HCl до pH 1,5-2,0 (добавляют около 50 мл) и помещают в делительную воронку на 1000 мл и промывают н-гексаном 3x50 мл, н-гексан отбрасывают. Экстракцию имазамокса из воды проводят метиленом хлористым 3x50 мл. Экстракты объединяют, пропускают через слой безводного сульфата натрия и выпаривают на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40^0C досуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл раствора «А» и хроматографируют. Типичные хроматограммы имазамокса, внесеного в воду, представлены на рис. 3-4.

2.5.1.2. Почва

100 г почвы (в пересчете на воздушно-сухую) помещают в коническую колбу на 500 мл, добавляют 0,5 г $CaCl_2$, заливают 100 мл 0,1н. HCl и экстрагируют имазамокс в

течение 30 мин на аппарате для встряхивания. Смесь отстаивают в течение 10 мин и фильтруют через двойной складчатый фильтр "синяя лента". Процедуру повторяют со 100 мл 0,1н. HCl. В колбу с оставшейся почвой доливают 20 мл 0,1н. HCl, тщательно перемешивают до образования однородной массы и декантируют через воронку с тем же двойным фильтром. Из фильтрата отбирают аликвоту, равную половине исходного объема, т.е. 110 мл.

Аликвоту помещают в делительную воронку вместимостью 250 мл и промывают водный экстракт н-гексаном 3х15 мл. Гексановый слой отбрасывают и экстрагируют имазамокс метиленом хлористым 3х15 мл. Объединенные экстракты пропускают через воронку с 3 г безводного сульфата натрия на фильтре «красная лента» и собирают в концентратор вместимостью 100 мл. При температуре водяной бани 40^0С выпаривают метилен хлористый на вакуумном ротационном испарителе до сухого остатка. Далее процедура анализа аналогична схеме, приведенной в п.2.5.1.1. Типичные хроматограммы имазамокса, внесенного в почву, представлены на рис. 5-8.

2.5.1.3. Зерно сои.

Навеску зерна сои, измельченную в порошок на электрической мельнице, массой 10 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл. Приливают 50 мл этилового эфира уксусной кислоты и экстрагируют при перемешивании 30 мин, операцию повторяют. Экстракты фильтруют в колбу вместимостью 250 мл через слой безводного сульфата натрия, помещенного на двойной складчатый фильтр «синяя лента». Затем фильтр с осадком промывают 2х20 мл 0,1н. HCl. Объединенный фильтрат переносят в колбу – концентратор и при температуре 60^0С выпаривают этиловый эфир уксусной кислоты, используя вакуумный ротационный испаритель. Водный раствор из концентратора переносят в делительную воронку вместимостью 250 мл и промывают 3х10 мл н-гексаном. Гексановые экстракты отбрасывают. Экстракцию имазамокса из водной фазы проводят метиленом хлористым 3х50 мл. Для лучшего разделения в воронку добавляют 2 мл насыщенного водного раствора NaCl. Экстракты объединяют, пропускают через помещенный на фильтр слой безводного сульфата натрия и выпаривают на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40^0С досуха. Далее процедура анализа аналогична схеме проведения в п.2.5.1.1. Типичные хроматограммы имазамокса, внесенного в зерно сои, представлены на рис. 11-12.

2.5.1.4. Масло сои

Навеску масла сои (10 мл) помещают в колбу вместимостью 500 мл, приливают 50 мл н-гексана и оставляют на 30 мин. Далее приливают 150 мл 0,1н. NaOH и перемешивают в течение 30 мин на аппарате для встряхивания. Образовавшиеся хлопья отфильтровывают через бумажный фильтр "синяя лента" в делительную воронку вместимостью 500 мл. Фильтрат трижды порциями по 10 мл промывают н-гексаном. Гексановый слой отбрасывают.Фильтрат подкисляют 0,1н. HCl до pH 2 и экстрагируют метиленом хлористым 3х20 мл. Объединенный экстракт осушают, пропуская раствор через бумажный фильтр со слоем $Na_2SO_{4(безв)}$ и упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре водяной бани 40^0С. Далее процедура анализа имазамокса в масле сои аналогична описанной выше в п.2.5.1.1. Типичные хроматограммы имазамокса, внесенного в масло сои, представлены на рис. 9-10.

Условия хроматографирования

Высокоэффективный жидкостный хроматограф "ALTEX" с УФ-детектором:

- стальная колонка для ВЭЖХ Ultrasphere ODS (4,6х250 мм), 5 мкм;
- подвижная фаза – ацетонитрил+ вода+1%-ный водный раствор уксусной кислоты (19+80+1 по объему);
- расход подвижной фазы – 1,5 мл/мин;
- длина волны УФ-детектора – 254 нм;
- аттеньюация – 0,01-0,02 ед. абсорбции на шкалу;
- вводимый объем пробы – 100 мкл;
- время удержания имазамокса – 4 мин 50 сек;
- минимально детектируемое количество имазамокса в анализируемом объеме – 10 нг;
- линейный диапазон детектирования имазамокса 10 – 500 нг.

Количественное определение имазамокса проводят по методу абсолютной калибровки посредством сравнения с хроматограммами стандартных растворов имазамокса с концентрацией 0,05 – 0,50 мкг/мл.

Обработка результатов анализ

Для определения содержания имазамокса в пробах методом ВЭЖХ использовали следующую формулу:

$$C_{об} = \frac{h_{об} * C_{ст} * V_a}{h_{ст} * m_n} * P$$

где $C_{об}$ – содержание имазамокса в пробе, мг/кг (л);

$C_{ст}$ – количество стандарта имазамокса, введенного в хроматограф, мкг/мл;

$h_{ст}$ – высота хроматографического пика стандарта имазамокса, мм;

$h_{об}$ – высота хроматографического пика имазамокса в пробе, мм;

V_o – конечный объем анализируемого образца, мл;

P – коэффициент пересчета, учитывающий отбор половинной аликвоты из фильтрата после первичной экстракции, равный 2;

m_n – навеска (объем) анализируемого образца, г(мл).

Требования к технике безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе в химической лаборатории с органическими растворителями, токсичными веществами и электронагревательными приборами.

Разработчики

Спиридонов Ю.Я., зав. отделом гербологии ВНИИФ, чл.-корр. РАСХН, докт. биол. наук, профессор; Жемчужин С.Г., руководитель аналит. группы, докт. хим. наук; Ларина Г.Е., ст. науч. сотр., канд. биол. наук; Захаров С.А., мл. науч. сотр.; Захарова Т.В., лаборант-исследователь.

Всероссийский научно-исследовательский институт фитопатологии, отдел гербологии. Вода, почва, зерно, масло сои (ВЭЖХ), 2000 г.

Телефон: (096)592-92-63. Факс: (096)33-4-09-02.

E-mail: spiridonov@vniif.rosmail.com

gost.e-ecolog.ru