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. 1446-03
Дата введения: 30 июня 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ, ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ЭСФЕНВАЛЕРАТА В ВОДЕ ВОДОЕМОВ, ПОЧВЕ, ЯБЛОКАХ, КЛУБНЯХ КАРТОФЕЛЯ, ЗЕРНЕ И СОЛОМЕ ЗЕРНОВЫХ КОЛОСОВЫХ КУЛЬТУР МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

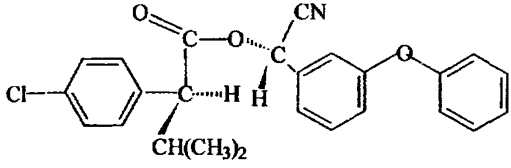
Фирма производитель: Сумитомо Кемикал Ко. Лтд, Япония.

Торговое название: Суми-альфа.

Название действующего вещества по ИСО: Эсфенвалерат.

Название действующего вещества по ИЮПАК: (S)-α-циано-3-феноксибензил(S)-2-(4-хлорфенил)-3-метилбутират

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{25}H_{22}ClNO_3$.

Молекулярная масса: 419,9.

Химически чистое соединение представляет собой бесцветный кристаллический порошок.

Физическое состояние технического материала – желто-коричневая, вязкая, затвердевающая маслянистая жидкость;

Давление насыщенного пара $2x10^{-4}$ мПа при 25°С.

Температура плавления: 43,3-54,0°С (технического продукта), 59,0-60,2°С (чистого химического вещества).

Плотность при 25°С: 1,26 г/мл.

Коэффициент перераспределения октанол/вода: K_{ow} logP> 6,22.

Растворимость: в воде - 0,002 мг/л; в ксилоле, ацетоне, хлороформе, этилацетате, диметилформамиде, диметилсульфоксиде - более 600 г/кг; в гексане - 10-50 г/кг; метаноле 70-100 г/кг.

Вещество относительно устойчиво при нагревании и на свету. В почве Эсфенвалерат долго сохраняется с DT_{50} 114 - 287 дней Он высоко токсичен для водных организмов и полезных насекомых.

Краткая токсикологическая характеристика: Эсфенвалерат относится относится к веществам опасным по острой пероральной ($ЛД_{50}$ крысы –75-88 мг/кг), малоопасным по дермальной ($ЛД_{50}$ крысы – более 5000 мг/кг, кролики – более 2000 мг/кг) и опасным по ингаляционной токсичности ($ЛД_{50}$ крысы – 4 часа - более 0,06 мг/л). Побочные отрицательные эффекты не обнаружены.

В России установлены следующие гигиенические нормативы

ДСД для человека – 0,0034 мг/кг/сут.

ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0,05 мг/м3

ОБУВ в атмосферном воздухе – 0,0004 мг/м3

ПДК в воде водоема – 0,003 мг/дм3

ОДК в почве – 0,1 мг/кг

МДУ (мг/кг) зерно ячменя – 0,02;

рапс и горох – 0,1;

капуста - 0,01;

Остаточные количества в зерне пшеницы и клубнях картофеля не допускаются.

Область применения препарата: Эсфенвалерат – инсектицид контактного и кишечного действия из группы синтетических пиретроидов, эффективно подавляет развитие вредителей из отрядов жесткокрылых, перепончатокрылых, прямокрылых, двукрылых и чешуекрылых (имаго и личинки) в посевах овощных культур, хлопчатника, плантациях плодовых культур при норме расхода 2-25 г д.в./га. Зарегистрирован в России и странах СНГ под торговым названием Суми-альфа , к.э, 50 г/л для применения на фруктовых, овощных, бахчевых, декоративных и зерновых культурах, зернобобовые, картофель и виноград против вредителей (тля, трипсы, белокрылка, листовертки, яблонная плодожорка и вредная черепашка, колорадский жук, пьявица, мухи, блошки и др.) с нормой расхода препарата от 0,15 до 1 л/га (до 2-х обработок за сезон).

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ЭСФЕНВАЛЕРАТА В ВОДЕ ВОДОЕМОВ, ПОЧВЕ, ЯБЛОКАХ, КЛУБНЯХ КАРТОФЕЛЯ, ЗЕРНЕ И СОЛОМЕ ЗЕРНОВЫХ КОЛОСОВЫХ КУЛЬТУР МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на определении Эсфенвалерата методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации ионов после извлечения из анализируемой пробы органическим растворителем (н-гексан, ацетон) и очистки полученных экстрактов путем перераспределения между двумя несмешивающимися растворителями и на колонке с адсорбентом.

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Метрологическая характеристика методов см. табл. 1 и 2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика газохроматографического метода.

	Метрологические параметры, p=0,95, n=20				
Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг(л)	Диапазон определяемых концентраций мг/кг(л)	Среднее значение определения	Стандартное отклонение, S %	Доверительный интервал среднего результата, %
Вода	0,001	0,001 - 0,04	80±1,7	1,7	±2,0
Почва	0,01	0,015 - 0,04	70±2,1	3,0	±3,5
Яблоки, картофель	0,01	0,015 - 0,04	75±1,7	2,2	±3,0
Зерно	0,01	0,01 - 0,1	87,1	1,0	±1,84
Солома	0,02	0,02 - 0,2	86,2	1,3	±2,41

Таблица 2

Доверительный интервал и полнота определения Эсфенвалерата в зерне и соломе пшеницы.

анализируемый объект	добавлено мг/кг	обнаружено мг/кг	доверительный интервал, ±	полнота определения, %
зерно	0,01	0,009	0,0005	88,6
пшеницы	0,025	0,0213	0,0013	85,0
	0,05	0,043	0,003	86,8
	0,1	0,088	0,004	87,8
солома	0,02	0,0174	0,0012	87,1
пшеницы	0,05	0,0425	0,0029	85,0
	0,1	0,0091	0,0004	91,3
	0,2	0,163	0,005	81,4

2.1.3. Избирательность метода.

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых для защиты овощных и плодовых культур от вредителей и болезней (хлор- и фосфорорганические пестициды, амиды, тио- и дитиокарбаматы, синтетические пиретроиды).

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование.

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы

Эсфенвалерат, аналитический стандарт, фирма Сумитомо Кемикал Ко., ЛТД.

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

Ацетон, ос.ч., ТУ 6-09-3513-86.

Ацетонитрил, ч. ТУ 6-09-3534-74

Вата стеклянная для хроматографии,

Вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72,

н-Гексан, ч, ТУ 6-09-3375-78

Кальций хлористый, х.ч. ГОСТ 4161-76.

Кальций хлористый, 0,05 % водный раствор

Натрий сернокислый, безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76, промытый ацетоном и гексаном.

Натрий хлористый, х.ч., ГОСТ 4233-77.

Натрий хлористый 5 % водный раствор

Неподвижные фазы для ГЖХ:

SE-30, 5% на Хроматоне N-AW (0,20-0,25 мм); Хемапол, Чехия.

OV-1, 3 % на Хроматоне N-AW (0,20-0,25 мм); Хемапол, Чехия.

Толуол, ГОСТ 5789-78.

Фильтры бумажные "красная лента", ТУ 6-09-06-1678-76.

Флоризил, 60-80 меш (0,15-0,25 мм) Мерк.

2.2.3. Посуда и оборудование

Аппарат для встряхивания колб, ТУ 64-1-1081-73, или аналогичный

Баня водяная, ТУ 46-22-603-75.

Весы аналитические ВЛА-200, ГОСТ 34104-80Е или аналогичные

Весы лабораторные, ГОСТ 19491-74.

Водоструйный насос, ГОСТ 10696-75.

Воронки делительные на 100 и 250 мл, ГОСТ 10054-75.

Воронки для фильтрования, стеклянные, ГОСТ 8613-75.

Гомогенизатор, МРТУ 42-1505-63.

Испаритель ротационный, вакуумный, ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Колбы конические, емк. 50, 250 мл ГОСТ 10394-72

Колбы круглодонные со шлифами для отгонки растворителей ГОСТ 10394-72

Колбы мерные на 25, 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Колонки газохроматографические, стеклянные дл. 1, диаметр 3 - 4 мм.

Колонки хроматографические, пластиковые, дл. 150 мм, диаметр 15 мм.

Концентраторы грушевидные (конические) НШ29 КГУ-100-14/19, ГОСТ 10394-72.

Микропипетки 0,1-0,2 мл, ГОСТ 20292-74

Микрошприц на 10 мкл, ТУ 2.833.106.

Пипетки мерные на 1,0; 5,0 мл, ГОСТ 20292-74.

Стаканы химические, стеклянные на 100 мл, ГОСТ 25336-82Е

Стеклянные палочки, ГОСТ 25336-82Е

Хроматограф газовый с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов ^{63}Ni "Цвет-600" с пределом детектирования по Линдану не выше $4 \cdot 10^{-14}$ г/см^{3}или другой аналогичного типа.

Цилиндры мерные на 50 и 100 мл, ГОСТ 1770-74

2.3. Подготовка к определению.

2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонок для газожидкостной хроматографии.

Готовую насадку SE-30, 5% на Хроматоне N-AW (0,20-0,25 мм) или OV-1, 3 % засыпают в стеклянную колонку длиной 0,5 или 1 м, уплотняют под вакуумом в соответствии с правилами. Колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 280° С - 8-10 часов.

2.3.2. Приготовление стандартных растворов.

Взвешивают 50 мг Эсфенвалерата в мерной колбе объемом 50 мл. Навеску растворяют в ацетоне и доводят объем до метки ацетоном (стандартный раствор № 1, концентрация Эсфенвалерата 1 мг/мл). 1 мл стандартного раствора № 1 отбирают пипеткой в мерную колбу объемом 100 мл и доводят объем до метки ацетоном при перемешивании (стандартный раствор № 2, концентрация Эсфенвалерата 10 мкг/мл). Стандартные растворы № 1 и 2 можно хранить в холодильнике в течение 6 месяцев и 30 дней соответственно. Ежедневно перед анализом методом последовательного разведения ацетоном готовят растворы, содержащие по 0,1; 0,05; 0,025; 0,01 мкг/мл вещества и используют эти растворы для построения калибровочного графика и внесения в контрольный образец при отработке методики.

2.3.4. Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика вводят в хроматограф последовательно по 2 мкл каждого из полученных четырех растворов, измеряют высоту или площадь пиков, рассчитывают среднее значение высоты пика или его площади для каждой концентрации и строят график зависимости высоты пика или площади от концентрации анализируемого вещества мкг/мл.

2.3.5. Подготовка колонок для очистки экстракта.

2.3.5.1. Подготовка колонки с Флоризилом.

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм и высотой 10 см заполняют Флоризилом на высоту 5 см. Сверху на Флоризил насыпают слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. За день перед использованием колонку промывают 15 мл толуола, избыток растворителя с колонки удаляют путем продавливания воздуха.

Перед внесением образца колонку увлажняют 20 мл гексана.

2.3.5.2. Проверка хроматографического поведения Эсфенвалерата на колонке.

При отработке методики или поступлении новой партии Флоризила, проводят изучение поведения Эсфенвалерата на колонке.

В круглодонную колбу объемом 50 мл вносят 1 мл стандартного раствора Эсфенвалерата с концентрацией 1 мкг/мл и упаривают досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 5 мл гексана и полученную смесь вносят на колонку. Затем промывают колонку 10 мл смеси гексан - толуол в соотношении 4:1 и элюат отбрасывают. Эсфенвалерат элюируют с колонки последовательно 6-ю порциями объемом 5 мл каждая смеси гексана с

толуолом в соотношении 1:4, каждую порцию собирают отдельно в концентраторы и упаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток каждой фракции растворяют в 1 мл ацетона и 2 мкл пробы вводят в хроматограф.

Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание: Хроматографическое поведение Эсфенвалерата на колонке обязательно проверяют при отработке методики и каждый раз при использовании новой партии Флоризила.

2.4. Отбор, хранение и доставка 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 овощей, фруктов и зеленой массы хранятся при температуре 0-4 °С в течение суток. Для длительного хранения пробы замораживаются и хранятся при температуре -18°С. 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, овощи, фрукты и зеленую массу растений перед анализом, не размораживая, измельчают на терке.

Пробы зерна и соломы подсушивают при комнатной температуре и хранят в плотно закрытой таре. Перед определением пробы зерна и соломы измельчаются на лабораторной мельнице.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Вода.

В делительную воронку объемом 250 мл помещают 100 мл воды, добавляют 5 г хлористого натрия, хорошо перемешивают и пробу трижды экстрагируют н-гексаном порциями по 20 мл каждая. После каждой экстракции собирают нижний слой в стакан, а верхний гексановый - в концентратор, пропуская гексан через слой безводного сульфата натрия. Водную фракцию из стакана возвращают в делительную воронку и повторяют экстракцию Эсфенвалерата. После третьей экстракции воду отбрасывают, объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35°С досуха, остаток растворяют в 10 мл ацетона и вводят в хроматограф 2 мкл пробы.

2.5.2. Почва.

К навеске 20 г воздушно-сухой почвы в конической колбе емкостью 250 мл добавляют 50 мл смеси ацетона и $CaCl_2$ (1:1). Почву экстрагируют в колбе на аппарате для встряхивания в течение 1 часа. Экстракт фильтруют в концентратор методом декантации через фильтр "красная лента". При необходимости экстракт центрифугируют при 5000 об/мин в течение 5 минут. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 мл смеси ацетона с хлористым кальцием соответственно, встряхивая колбу каждый раз в течение 1 часа.

Экстракты объединяют, переносят в делительную воронку и реэкстрагируют Эсфенвалерат 30 мл гексана, встряхивая воронку на механическом встряхивателе 5-10 мин, После разделения слоев собирают нижний водный слой в стакан, а верхний гексановый - в концентратор, пропуская гексан через слой безводного сульфата натрия. Водную фракцию из стакана возвращают в делительную воронку и повторяют экстракцию Эсфенвалерата еще дважды, используя каждый раз по 30 мл гексана и, встряхивая воронку, как указано выше. Гексановую фракцию объединяют и упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35°С досуха. Остаток растворяют в 10 мл ацетона и вводят в хроматограф 2 мкл пробы.

Если конечные экстракты получены недостаточно очищенными, проводится дополнительная очистка методом колоночной хроматографии, как описано в разделе 2.5.4.2.

2.5.3. Яблоки и клубни картофеля.

2.5.3.1. Экстракция. 25 г измельченной пробы помещают в коническую колбу, заливают 50 мл 50 % водного ацетона. Встряхивают 1 час. Водоацетоновую фракцию сливают в колбу на 250 мл через бумажный фильтр. Экстракцию повторяют трижды. Экстракты фильтруют через бумажный фильтр, объединяют и помещают на 1 час в холодильник. При выпадении осадка пробы следует отфильтровать вторично.

Объединенный фильтрат переносят в делительную воронку и экстрагируют Эсфенвалерат 30 мл гексана. Встряхивают 5-10 мин, отделяют гексан, а водный раствор встряхивают еще дважды с 30 мл гексана. Объединяют гексановую фракцию, сушат безводным сульфатом натрия и концентрируют до 0,3-0,5 мл на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35°С, затем на воздухе досуха. Сухой остаток перед хроматографированием разводят в 25 мл ацетона и вводят в хроматограф 2 мкл пробы.

Если конечные экстракты получены не достаточно чистыми, проводится дополнительная очистка методом колоночной хроматографии, как указано в разделе 2.5.4.2.

2.5.4. Зерно.

2.5.4.1. Экстракция. Навеску 10 г измельченного зерна помещают в стакан гомогенизатора, добавляют 50 мл ацетона и экстрагируют Эсфенвалерат на гомогенизаторе в течение

3 мин. Экстракт отфильтровывают в концентратор через воронку с бумажным фильтром. Экстракцию повторяют еще 1 раз, используя 25 мл ацетона и, гомогенизируя смесь 3 мин. Экстракты фильтруют и объединяют в тот же концентратор. Навеску промывают 25 мл ацетона и отфильтровывают в концентратор. Объединенные экстракты упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35°C.

Сухой остаток растворяют в 10 мл ацетонитрила и переносят в делительную воронку объемом 250 мл. Концентратор ополаскивают 30 мл 5 % водного раствора хлористого натрия и раствор переносят в ту же делительную воронку. Эсфенвалерат экстрагируют гексаном трижды, используя по 25 мл растворителя, и интенсивно перемешивают смесь в течение 2 минут. После разделения слоев гексан последовательно объединяют в концентраторе, пропуская его через 10 г безводного сульфата натрия. Экстракт упаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 35°C.

2.5.4.2. Очистка экстракта на колонке. Сухой остаток из раздела 2.5.4.1. растворяют в 5 мл гексана, обмывая стенки концентратора, тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на колонку, подготовленную согласно разделу 2.3.5.1. Затем колонку промывают последовательно 10 мл смеси гексан - толуол в соотношении 4:1 и 10 мл смеси гексан: толуол 1:4, смывы отбрасывают. Далее Эсфенвалерат элюируют с колонки 15 мл смеси гексан: толуол в соотношении 1:4, собирают в концентратор и упаривают досуха при температуре не выше 35°C.

Сухой остаток растворяют в 10 мл ацетона и 2 мкл раствора вводят в хроматограф.

2.5.5. Солома.

Навеску 5 г измельченной соломы помещают в стакан гомогенизатора, смачивают 20 мл дистиллированной воды и добавляют 75 мл ацетона, экстрагируют Эсфенвалерат на гомогенизаторе в течение 5 мин. Экстракт отфильтровывают в концентратор через воронку с бумажным фильтром. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя 50 мл ацетона и, гомогенизируя смесь 2 мин. Экстракты фильтруют и объединяют в тот же концентратор. Объединенные экстракты упаривают до водного остатка (примерно до 30-40 мл) на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35°C.

Водный остаток разводят в 40 мл 5 % раствора хлористого натрия и переносят в делительную воронку объемом 250 мл. Концентратор ополаскивают 25 мл гексана и тоже переносят в делительную воронку. Эсфенвалерат экстрагируют из водной фазы гексаном трижды, используя по 25 мл растворителя и интенсивно встряхивая смесь в течение 1-2 минут. После разделения слоев гексан последовательно объединяют в концентраторе, пропуская его через 10 г безводного сульфата натрия. Экстракт упаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 35°C.

Затем проводят очистку образца на колонке с Флоризилом и хроматографирование, как указано в разделе 2.5.4.2

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов.

2.6.1. Условия хроматографирования.

Хроматограф "Цвет-550", "Цвет - 600" или аналогичный с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов с пределом детектирования по Линдану не выше $4 \cdot 10^{-14}$ г/см^3.

Носитель Хроматон-N-AW, размер частиц 0,20 - 0,25 мм, неподвижная фаза 5% SE-30. Колонка стеклянная, спиральная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Температура: термостата колонки – 255 °С

термостата детектора – 340 °С

термостата испарителя – 280 °С

Скорость газа-носителя - азота (через колонку) – 40 мл/мин

Объем, вводимый в испаритель – 2 мкл

Линейность детектирования – 0,02 - 0,1 нг

Время удерживания –1 мин. 24 сек.

Рабочая шкала электрометра - 16×10^{10}ом.

Скорость движения ленты самописца - 600 мм/час

Альтернативная фаза: Носитель Хроматон-N-AW DMCS, размер частиц 0,16 - 0,20 мм, неподвижная фаза 3 % OV-1. Колонка стеклянная, спиральная, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

Температура: термостата колонки – 240°С,

термостата детектора – 280°С

термостата испарителя – 270°С

Скорость газа-носителя - азота (через колонку) – 30 мл/мин

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией Эсфенвалерата 0,1 мкг/мл, разбавляют.

2.6.2. Обработка результатов анализов.

Содержание Эсфенвалерата в пробах воды, почвы, яблок, клубней картофеля, зерна и соломы рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

X - содержание пиретроидов 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 пиретроидов 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., профессор, канд. с-х. наук, , Довгилевич Е.В., ст.н.сотр., канд. биол.наук, Калинина Т.С., ст.н. сотр., канд. с-х. наук, Довгилевич А.В., ст.н.сотр., канд.хим.наук, Устименко Н.В., ст.н.сотр., канд. биол. наук.

Московская сельскохозяйственная академия имени К.А.Тимирязева.

127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений.

Телефон: 976-02-20; факс: 976-43-26. E-mail: gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru