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 4.1.1442-03

Дата введения: 30 июня 2003 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению остаточных количеств Флуметсулама и Флорасулама в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

1. ВВОДНАЯ ЧАСТЬ

Фирма производитель: Дау Агросайенсис

Торговое название: Прима, Дерби

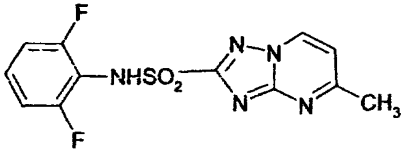
Название действующего вещества по ИСО: Флуметсулам

Синонимы: DE-498

Название действующего вещества по ИЮПАК:

N-(2,6-дифторфенил)-5-метил-1,2,4-триазоло[1,5-α]пиримидин-2-сульфонамид

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{12}H_9F_2N_5SO_2$

Молекулярная масса: 325,9

Химически чистый Флуметсулам представляет собой белый порошок со сладковатым запахом.

Температура плавления: 235-254^{0}C (с разложением).

Давление паров 1x10 $^{-12}$ Па (при 25^{0}C)

Коэффициент распределения октанол-вода lg Kow = -1,21

Растворимость в воде 49,00 мг/л (pH 2,5 (25^{0}C)) , 5,65 г/л (pH 7,0 (25^{0}C))

Растворимость в органических растворителях (г/л при 20°С): ацетон – 16,00, ацетонитрил – 6,70, диметилформамид – 270,00, метанол – 4,20, октанол – 0,07, тетрагидрофуран - 12,00, циклогексанон - 9,90.

Константа диссоциации pKa – 4,6.

Гидролитически стабилен.

Подвергается фотолизу в воде DT_{50} - 5-12 месяцев, устойчивость в почве DT_{50} – 3 месяца.

Краткая токсикологическая характеристика:

Флуметсулам относится к малоопасным соединениям по оральной($ЛД_{50}$ для крыс составляет более 5000 мг/кг) и дермальной ($ЛД_{50}$ для кроликов более 2000 мг/кг) токсичности и умеренно опасным по ингаляционной ($ЛК_{50}$ (4 часа) более 1,2 мг/л) токсичности. Кумулятивные свойства Флуметсулама выражены слабо; не раздражает кожу и слабо раздражает слизистую оболочку глаз. Не проявляет тератогенных (крысы) и мутагененных свойств.

Гигиенические нормативы в России не установлены.

Область применения препарата:

Флуметсулам – гербицид системного действия, проникающий через корни и листья растений и ингибирующий активность ацетолактатсинтазы – ключевого фермента в биосинтезе изолейцина и валина. Рекомендуется для применения на посевах зерновых культур, сои и кукурузы. Хорошо подавляет развитие широколистных сорняков, может использоваться для предпосевной, довсходовой или повсходовой обработок с нормой расхода 3-5 г д.в./га.

Флуметсулам применяется как отдельно, так и в комбинации с другими препаратами (например, трифлуралином, метолахлором, флорасуламом).

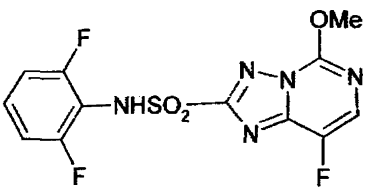
Название действующего вещества по ИСО: Флорасулам

Синонимы : XR-570, XDE-570

Название действующего вещества по ИЮПАК:

N-(2,6-дифторфенил)-8-фтор-5метокси-1,2,4-триазоло[1,5-c]пиримидин-2-сульфонамид

Структурная формула:



Молекулярная масса: 359,3

Эмпирическая формула: $C_{12}H_8F_3N_5SO_3$

Химически чистый Флорасулам представляет собой белый кристаллический порошок без запаха.

Температура плавления: 193-230^{0}C (с разложением).

Давление паров 1x10 $^{-5}$ Pa (при 25^{0}C)

Коэффициент распределения октанол-вода: lg K_{ow} = 1,00, K_{ow} = 10(pH 4,0); lgK_{ow} = -1,22 , K_{ow} = 0,0603(pH 7,0); lg K_{ow} = -2,06, K_{ow} = 0,0087(pH 10,0).

Растворимость в воде: 84 мг/л (pH 5,0, 20^{0}C); 6,36 (pH 7,0 20^{0}C); 94,2 г/л (pH 9,0, 20^{0}C); в очищенной воде – 121 мг/л.

Растворим в органических растворителях (г/л при 20°C): ацетон – 123,0, ацетонитрил – 72,1, дихлорметан – 3,75, метанол – 9,81, этилацетат – 15,9, ксилол – 227,0 мг/л, н-гептан – 0,019 мг/л, октанол – 184,0 мг/л. Логарифм константа диссоциации pKa – 4,54.

Флорасулам относится к малоопасным соединениям по оральной($ЛД_{50}$ для крыс составляет более 6000 мг/кг) и дермальной ($ЛД_{50}$ для кроликов более 2000 мг/кг) токсичности и умеренно опасным по ингаляционной ($ЛК_{50}$ (4 часа) более 5,0 мг/л) токсичности. Не вызывает покраснения кожных покровов и глаз кроликов.

Гигиенические нормативы в России не установлены.

Область применения. Флорасулам – гербицид системного действия, проникает в растения через корни и листья, но не проникает в зерно, ингибирует ацетолактатсинтазу – ключевой фермент в пути синтеза лейцина, изолейцина и валина.

В России и странах СНГ проходят регистрационные испытания препараты (суспензионные эмульсии) под кодовыми названиями Дерби (EF-1381, 100,0 г/л Флуметсулама + 75,0 г/л Флорасулама) и Прима (EF-1383, 6,25 г/л Флорасулама + 452,5 г/л этилгексилового эфира 2,4-Д) в качестве гербицидов в посевах зерновых культур с нормой расхода 0,05-0,07 и 0,4-0,6 л/га по препарату соответственно при однократной обработке в фазу кущения.

2. Методика определения остаточных количеств Флуметсулама и Флорасулама в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Методика основана на определении Флуметсулама и Флорасулама методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового детектора после их экстракции из образцов органическим растворителем, очистки экстракта путем перераспределения между двумя несмешивающимися фазами и на концентрирующих патронах на основе силикагеля (Диапак-диол или Диапак-амин), последующего метилирова-

ния и очистки метильных производных на концентрирующих патронах, содержащих обращенную фазу С-8.

Идентификация веществ проводится по времени удерживания. а количественное определение методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Метрологическая характеристика метода представлена в Таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода.

	Метрологические параметры, p=0,95, n=20				
Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг (мг/л)	Диапазон определяемых концентраций мг/кг (мг/л)	Среднее значение определения %	Стандартное отклонение, S	Доверительный интервал среднего результата, %, ±
Флорасулам					
вода	0,005	0,005-0,05	82,4	3,88	1,05
почва	0,004	0,004-0,04	79,6	4,55	1,35
зерно	0,025	0,025-0,25	82,0	8,34	2,29
солома	0,05	0,05-0,5	86,6	4,68	1,21
Флуметсулам					
вода	0,005	0,005-0,05	86,3	4,50	1,16
почва	0,004	0,004-0,04	78,2	7,18	2,15
зерно	0,025	0,025-0,25	87,2	5,07	1,37
солома	0,050	0,05-0,5	78,9	2,45	0,70

Таблица 2

Полнота определения Флорасулама и Флуметсулама в воде, почве, зерне и соломе (5 повторностей для каждой концентрации).

Среда	Внесено, мг/кг (мг/л)	обнаружено, мг/кг (мг/л)	доверительный интервал, ±	Полнота определения, %
1	2	3	4	5
Флорасулам				
Вода	0,005	0,0041	0,0002	82,0
	0,010	0,0085	0,0004	85,0
	0,020	0,0157	0,001	78,5
	0,050	0,0420	0,002	84,0
среднее				82,4

Продолжение таблицы 2.

почва	0,004	0,0032	0,0003	80,0
	0,010	0,0082	0,0004	82,0
	0,020	0,0164	0,001	82,0
	0,040	0,0298	0,001	74,5
среднее				79,6
зерно	0,025	0,0227	0,001	90,8
	0,050	0,0387	0,002	77,4
	0,100	0,0871	0,003	87,1
	0,250	0,1819	0,003	72,8
среднее				82,0
солома	0,050	0,0464	0,003	92,8
	0,100	0,0851	0,004	85,1
	0,200	0,1685	0,006	84,3
	0,500	0,4210	0,01	84,2
среднее				86,6
Флуметсулам				
1	2	3	4	5
Вода	0,005	0,0041	0,0001	82,0
	0,010	0,0086	0,001	86,0
	0,020	0,0172	0,001	86,0
	0,050	0,0455	0,002	91,0
среднее				86,3
почва	0,004	0,0035	0,0004	87,5
	0,010	0,0075	0,0002	75,0
	0,020	0,0153	0,0004	76,5
	0,040	0,0295	0,001	73,8
среднее				78,2
зерно	0,025	0,0192	0,002	76,8
	0,050	0,0415	0,002	83,0
	0,100	0,0839	0,005	83,9
	0,250	0,2179	0,01	87,2
среднее				82,7

Продолжение таблицы 2.

1	2	3	4	5
солома	0,050	0,0398	0,002	79,6
	0,100	0,0805	0,003	80,5
	0,200	0,1559	0,004	78,0
	0,500	0,3869	0,02	77,4
среднее				78,9

2.1.3. Избирательность метода.

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при выращивании зерновых колосовых культур.

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование.

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы.

Флуметсулам, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,6%, фирма ДауАгросайенсис

Флорасулам, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,2%, фирма Дау Агросайенсис

Ацетон, о.с.ч., ТУ 6-09-3513-86

Ацетонитрил, ТУ 6-09-3534-87.

Вода бидистиллированная*, деионизированная, ГОСТ 7602-72.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375.

Гелий, о.с.ч.

Изопропиловый спирт (пропанол-2) х.ч., ТУ 6-09-402-87

Калий марганцовокислый, ч.д.а. ГОСТ 20490-75.

Метил йодистый, МРТУ 6-09-6513-70 (перегоняют и перегнанный реактив хранят в темной посуде в холодильнике в течение 2 месяцев)

Метиловый спирт (метанол), Chromasolv, Riedel-de-Haën № 34860

Натрия гидрокарбонат, х.ч., ГОСТ 2156-76

Натрия гидрокарбонат, 5% водный раствор.

Натрий сернокислый, безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76.

Натрий хлористый, х.ч., ГОСТ 4233-77.

Натрий хлористый, насыщенный водный раствор.

Триэтиламин, ГОСТ (перегоняют и перегнанный реактив хранят в темной посуде в холодильнике в течение 2 месяцев)

Кислота соляная, концентрированная, ГОСТ 857-88

Этиловый эфир уксусной кислоты, ГОСТ 223000-76

Подвижная фаза для ВЭЖХ:

1. ацетонитрил - 450 мл, очищенная вода* – 500 мл
2. ацетонитрил - 300 мл, очищенная вода* – 500 мл, метанол – 150 мл

Концентрирующие патроны Диапак-диол (0,6 г) ТУ 4215-002-05451931-94

Концентрирующие патроны Диапак-амин (0,6 г) ТУ 4215-002-05451931-94

Концентрирующие патроны Диапак-С-8 (0,6 г) ТУ 4215-002-05451931-94

Фильтры бумажные, "красная лента", ТУ-6-09-1678-86.

Фильтры для очистки растворителей, диаметром 20 мм с отверстиями пор 20 мкм, фирма Уотерс.

*Бидистиллят кипятят в течение 6 часов с марганцовокислым калием, добавленным из расчета 1 г/л и затем перегоняют.

2.2.2. Приборы и оборудование.

Хроматограф жидкостной Уотерс 510 с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны и чувствительностью не ниже 0,0025 единиц адсорбции на шкалу или другой аналогичного типа.

Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, Simmetry Shield C-18, зерпение 5 мкм, фирма Уотерс.

Ванна ультразвуковая.

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

Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности $\pm$ 0,038 г, ГОСТ 19491-74.

Воронки делительные на 250 и 500 мл, ГОСТ 25336-82Е.

Воронки конические, стеклянные диаметром 50-60 мм, ГОСТ 25336-082Е.

Встряхиватель механический, ТУ 64-673М или аналогичный.

Колбы конические, плоскодонные на 250 и 500 мл, ГОСТ 9737-70.

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

Концентраторы грушевидные и круглодонные, объемом 50, 100 и 250 мл, КТУ-100-14/19, ГОСТ 10394-75.

Микрошприц для жидкостного хроматографа на 50-100 мкл.

Насос водоструйный, ГОСТ 10696-75.

Пипетки мерные на 0,2; 1,0; 2,0; и 5,0 мл, ГОСТ 20292-74.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74 или аналогичный.

Стаканы стеклянные на 100-500 мл, ГОСТ 25366-80Е.

Алонж прямой с отводом для вакуума для работы с концентрирующими патронами Диапак – диол, Диапак-амин и Диапак С-8.

2.3. Подготовка к определению.

2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонки для жидкостной хроматографии.

Колонку Simmetry Shield C-18 устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре 25°С и скорости потока подвижной фазы 1 мл/мин в течение 3-4 часов.

2.3.2. Приготовление стандартных растворов.

Взвешивают 100 мг Флуметсулама в мерной колбе объемом 100 мл. Навеску растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом (стандартный раствор с концентрацией Флуметсулама 1,0 мг/мл). Аналогично готовят аналитический стандарт Флорасулама с концентрацией 1,0 мг/мл. Затем по 1,00 мл стандартных растворов с концентрацией 1,0 мг/мл отбирают пипеткой в мерную колбу объемом 100 мл и доводят объем до метки ацетонитрилом при перемешивании (смешанный стандартный раствор с концентрациями Флуметсулама 10,0 мкг/мл и Флорасулама 10,0 мкг/мл). Стандартные растворы можно хранить в холодильнике в течение трех месяцев. Методом последовательного разведения ацетонитрилом готовят растворы, содержащие по 5.0; 2.0; 1.0; 0,5; и 0,2 мкг/мл Флуметсулама и Флорасулама и используют эти растворы для внесения в контрольные образцы.

Для хроматографического исследования смешанный стандарт подвергают процедурам очистки на концентрирующих патронах и метилированию, чтобы нивелировать потери, возникающие при этих манипуляциях при очистке фортифицированных проб. Эти операции проводят каждый раз при анализе очередной партии образцов. **Стандартные растворы Флуметсулама и Флорасулама с концентрациями ниже 10,0 мкг/мл и стандартные растворы их метильных производных хранят в холодильнике не более 72 час.**

2.3.3. Метилирование

2.3.3.1 Метилирование стандартов

В круглодонную колбу объемом 100 мл помещают 1 мл смешанного стандарта Флорасулама и Флуметсулама в ацетонитриле, с концентрацией каждого соединения 10,0 мкг/мл. Туда же добавляют последовательно 50 мкл триэтиламина и 50 мкл йодистого метила, помещают смесь в ультразвуковую ванну на 5 секунд и выдерживают при температуре 22-25°С в течение часа. По истечении этого времени смесь упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе (на стенках колбы образуются белые кристаллы). К сухому остатку добавляют 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия, тщательно обмывают стенки концентратора и переносят раствор в делительную воронку. Концентратор обмывают 10 мл диэтилового эфира, переносят его в ту же делительную воронку и интенсивно встряхивают в течение 2 минут. После разделения фаз в воронке верхний слой (диэтиловый эфир) собирают в концентратор, пропуская его через безводный сульфат натрия. Экстракцию диэтиловым эфиром повторяют еще 2 раза, используя по 10 мл растворителя. Экстракт объединяют и

упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С. Сухой остаток подвергают очистке на патроне Диапак С-8 как указано в

2.3.3.2. Метилирование образцов

При метилировании образцов сухой остаток после очистки экстракта на патроне Диапак-диол растворяют в 1 мл ацетонитрила и метилируют как указано в п. 2.3.3.1.

2.3.4. Приготовление растворов для жидкостной хроматографии.

Для приготовления подвижной фазы используют свежеперегнанные ацетонитрил и очищенную воду.

1. Подвижная фаза для анализа образцов воды, зерна и соломы.

В плоскодонную колбу объемом 1 л помещают 450 мл ацетонитрила и 500 мл воды. Смесь тщательно перемешивают, пропускают через нее газообразный гелий со скоростью 20 мл/мин в течение 5 минут, после чего помещают в ультразвуковую ванну для удаления растворенных газов на 1 минуту. Полученный раствор используют в качестве подвижной фазы.

2. Подвижная фаза для анализа образцов почвы

В плоскодонную колбу объемом 1 л помещают 300 мл ацетонитрила , 500 мл воды и 150 мл метанола. Смесь тщательно перемешивают, пропускают через нее газообразный гелий со скоростью 20 мл/мин в течение 5 минут, после чего помещают в ультразвуковую ванну для удаления растворенных газов на 1 минуту. Полученный раствор используют в качестве подвижной фазы.

2.3.5. Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика вводят в хроматограф последовательно 3 раза по 20 мкл каждого из полученных после метилирования смешанных стандартных растворов, содержащих метильные производные Флорасулама и Флуметсулама с концентрациями 1,0; 0,5; 0,2 и 0,1 мкг/мл, измеряют площадь пиков, рассчитывают среднее значение площади пика для каждой концентрации и строят график зависимости площади пика от концентрации Флорасулама и Флуметсулама.

2.3.6. Подготовка концентрирующего патрона Диапак-диол (0,6 г) для очистки экстракта.

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 2,0-2,5 мл/мин

Патрон Диапак-диол устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 мл (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают последовательно 5 мл смеси гексан-ацетон в соотношении 1:3 и 10 мл гексана. Элюат отбрасывают. **Нельзя допускать высыхания поверхности картриджа!**

2.3.6.1. Проверка хроматографического поведения Флорасулама и Флуметсулама на концентрирующем патроне Диапак-диол

Из стандартного раствора Флорасулама и Флуметсулама в ацетонитриле, содержащего по 2 мкг/мл каждого соединения отбирают 1 мл, помещают в круглодонную колбу объемом 100 мл и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30°С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 5 мл гексана, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на картридж. Концентратор тщательно обмывают 10 мл смеси гексан-ацетон в соотношении 9:1 и смесь также вносят на картридж. Элюат собирают в концентратор, упаривают досуха, сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила и метилируют как указано в пункте 2.3.3.1, очищают на патроне Диапак С-8 , упаривают элюат досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С, растворяют в 1 мл ацетонитрила и хроматографируют. Флорасулам и Флуметсулам элюируют с картриджа 20 мл смеси гексан-ацетон в соотношении 1:3, порциями по 5 мл, элюат после внесения каждой порции упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила, метилируют как описано в п.2.3.3.1, очищают на патроне Диапак С-8 , упаривают элюат досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С, растворяют в 1 мл ацетонитрила и хроматографируют. Определяют фракции, содержащие Флорасулам и Флуметсулам и объединяют их.

2.3.6.2. Очистка экстракта.

Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 5 мл гексана, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на картридж. Концентратор тщательно обмывают 10 мл смеси гексан-ацетон в соотношении 9:1 и смесь также вносят на картридж. Элюат отбрасывают. Флорасулам и Флуметсулам элюируют с картриджа 15 мл смеси гексан-ацетон в соотношении 1:3, элюат упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С. Сухой остаток растворяют в 1 мл и метилируют как описано в п.2.3.3.2.

2.3.7. Подготовка концентрирующего патрона Диапак С-8 (0,6 г) для очистки экстракта.

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов не должна превышать 2-2,5 мл/мин.

Патрон Диапак С-8 устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 мл (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: патрон промывают последовательно 5 мл смеси ацетонитрил-вода в соотношении 1:1 и 10 мл очищенной воды. Элюат отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности картриджа!

2.3.7.1. Проверка хроматографического поведения метилированных стандартов Флорасулама и Флуметсулама на концентрирующем патроне Диапак С-8.

Из раствора метилированных стандартов в ацетонитриле, содержащего по 2 мкг/мл каждого соединения, отбирают 1 мл и помещают в концентратор объемом 100 мл. Добавляют туда же 9 мл очищенной воды, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на патрон. Патрон промывают 10 мл смеси ацетонитрил-вода в соотношении 1:5 , элюат собирают, упаривают досуха при температуре не выше 30°С, сухой остаток растворяют в 2 мл ацетонитрила и хроматографируют. Далее патрон промывают последовательно 4 порциями по 5 мл смеси ацетонитрил-вода в соотношении 1:1, элюат после внесения каждой порции упаривают досуха при температуре не выше 30°С, сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила и хроматографируют. Определяют фракции, содержащие метилированные Флуметсулам и Флоросулам и объединяют их.

2.3.7.2. Очистка экстракта.

Сухой остаток после метилирования и упаривания растворителей растворяют в 1,0 мл ацетонитрила, тщательно обмывая стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 9,0 мл воды, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на картридж. Картридж промывают последовательно 10 мл смеси ацетонитрил-вода в соотношении 1:5. Элюат отбрасывают. Флорасулам и Флуметсулам элюируют с картриджа 15 мл смеси ацетонитрил-вода в соотношении 1:1, элюат упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С. Сухой остаток растворяют в ацетонитриле и аликвоту объемом 20 мкл вводят в хроматограф.

2.3.8. Подготовка концентрирующего патрона Диапак-амин (0,6 г) для очистки экстракта.

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов не должна превышать 2-2,5 мл/мин.

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают последовательно 10 мл изопропанола и 20 мл ацетона. Элюат отбрасывают и картридж выдерживают под вакуумом в течение 2 минут.

2.3.8.1. Проверка хроматографического поведения Флорасулама и Флуметсулама на концентрирующем патроне Диапак-амин

Из стандартного раствора Флорасулама и Флуметсулама в ацетонитриле, содержащего по 2 мкг/мл каждого соединения отбирают 1 мл, помещают в круглодонную колбу объемом 100 мл и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30°С. Сухой остаток растворяют в 2,0 мл ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора и раствор по каплям вносят на патрон. Затем в концентратор добавляют 5,0 мл ацетона, тщательно ополаскивают стенки концентратора и полученный раствор вносят на картридж. Картридж промывают 5 мл ацетона. Патрон выдерживают под вакуумом в течение 5

минут. Далее патрон промывают последовательно тремя порциями по 10 мл 0,005М соляной кислоты. Элюат после внесения каждой порции собирают в отдельный концентратор, подкисляют 1 мл концентрированной соляной кислоты и экстрагируют Флорасулам и Флуметсулам тремя порциями диэтилового эфира объемом по 20 мл. Эфирный экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30□. Сухой остаток после упаривания растворяют в 1 мл ацетонитрила. метилируют (п.2.3.3.1), очищают на патроне Диапак С-8 (п. 2.3.7.2), сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила и аликвоту 20 мкл вводят в хроматограф. Определяют фракции, содержащие Флорасулам и Флуметсулам, и объединяют их.

2.3.8.2. Очистка экстракта.

Сухой остаток после экстракции и упаривания растворителей растворяют в 2,0 мл ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора и экстракт **по каплям** наносят на патрон. Затем в концентратор добавляют 5,0 мл ацетона, тщательно ополаскивают стенки концентратора и полученный раствор вносят на картридж. Картридж промывают 5 мл ацетона. Элюат отбрасывают. Патрон выдерживают под вакуумом в течение 5 минут. Флорасулам и Флуметсулам элюируют с картриджа 20 мл 0,005М соляной кислоты. Элюат подкисляют 1 мл концентрированной соляной кислоты и извлекают Флорасулам и Флуметсулам тремя порциями диэтилового эфира по 20 мл в делительной воронке. Эфирный экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30□. Сухой остаток после упаривания растворяют в 1 мл ацетонитрила и метилируют как описано в п. 2.3.3.2.

2.4. Отбор проб.

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" (N 2051-79 от 21.08.79). Отобранные пробы зерна и соломы подсушивают до стандартной влажности и хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре при комнатной температуре. Замороженные образцы зеленой массы хранят в морозильной камере при температуре не выше 18 °С. Для длительного хранения пробы почвы подсушивают 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, зерно и солому измельчают на лабораторной мельнице.

2.5. Описание определения

2.5.1 Вода.

Пробу воды объемом 100 мл помещают в делительную воронку емкостью 500 мл, добавляют 0,5 мл 4н серной кислоты и трижды экстрагируют диэтиловым эфиром порциями по 30 мл, интенсивно встряхивая воронку в течение 2 мин. Каждый раз после разделения фаз в воронке верхний слой (диэтиловый эфир) собирают в концентратор, пропуская его через безводный сульфат натрия. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С. Остаток после упаривания очищают на патроне Диапак-Диол как указано в п.2.3.6.2. После очистки элюат упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 1,0 мл ацетонитрила, метилируют (п.2.3.3.1.), очищают на патроне Диапак С-8 (п.2.3.7.2). Сухой остаток растворяют в 2-5 мл ацетонитрила и аликвоту 20 мкл вводят в хроматограф.

2.5.2. Почва

Образец почвы массой 50 г помещают в коническую колбу объемом 250 мл, прибавляют 100 мл смеси ацетонитрил - 0,1М соляная кислота в соотношении 9:1, помещают на 1 минуту в ультразвуковую ванну , после чего экстрагируют на встряхивателе в течение 30 минут. После экстракции пробу центрифугируют в течение 5 минут при скорости 3000 об/мин и супернатант переносят через бумажный фильтр "красная лента" в плоскодонную колбу объемом 500 мл с 5 г хлористого натрия. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 100 мл смеси ацетонитрил -0,1М соляная кислота в соотношении 9:1 и экстрагируя на встряхивателе по 30 минут. Экстракт объединяют в колбе объемом 500 мл, тщательно перемешивают и дают выстояться в течение 10-15 минут. Затем экстракт переносят в делительную воронку и нижний водный слой отбрасывают. К объединенному экстракту в делительной воронке добавляют 50 мл гексана и интенсивно встряхивают в течение 2 минут. После полного разделения слоев верхний гексановый слой отбрасывают, нижний ацетонитрильный слой собирают в химический стакан объемом 500 мл. Ацетонитрильный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают еще раз 50 мл гексана, гексан отбрасывают. Ацетонитрил собирают в концентратор, пропуская через слой безводного сульфата натрия, осушитель промывают 10 мл ацетонитрила, объединяют смыв с экстрактом и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С. **Анализ можно прервать на этом этапе и хранить образец в сухом виде не более 12 час (ночь) в холодильнике.**

Сухой остаток растворяют в 3 мл ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора и переносят в делительную воронку. Процедуру повторяют, используя 3 мл ацетона и объединяют ацетоновый экстракт в делительной воронке. Туда же добавляют 50 мл дистиллированной воды, 20 мл насыщенного раствора хлористого натрия и 0,5 мл 4н серной кислоты. Флорасулам и Флуметсулам трижды экстрагируют диэтиловым эфиром порциями по 20 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 2 минут. После полного разделения слоев

верхний слой (диэтиловый эфир) собирают в химический стакан объемом 100 мл. Объединенный экстракт (диэтиловый эфир) переносят в делительную воронку объемом 250 мл. Из объединенного экстракта Флорасулам и Флуметсулам извлекают 5% раствором гидрокарбоната натрия порциями 20, 20 и 10 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 2 минут. После разделения фаз нижний водный слой вместе с эмульсией объединяют в делительной воронке и оставляют на 10-15 минут до полного разделения фаз – нижняя водная фаза должна стать прозрачной. Отделившийся эфир (верхний слой) отбрасывают. К водному слою в делительной воронке добавляют 20 мл диэтилового эфира и интенсивно встряхивают в течение 2 минут. После полного разделения фаз верхний слой (диэтиловый эфир) отбрасывают. К водной фазе добавляют 10 мл 4н серной кислоты (осторожно, вспенивание!) и дегазируют. Из водной фазы Флорасулам и Флуметсулам извлекают тремя порциями диэтилового эфира по 20 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 2 минут. После полного разделения слоев верхнюю эфирную фазу собирают в концентратор, пропуская через слой безводного сульфата натрия. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 30□С. Сухой остаток растворяют в 2 мл ацетона, тщательно обмывая стенки и очищают на концентрирующем патроне Диапак-Амин (п.2.3.7.2). После очистки элюат упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 1,0 мл ацетонитрила, метилируют (п.2.3.3.1.), очищают на патроне Диапак С-8 (п.2.3.8.2). Сухой остаток растворяют в 2 мл ацетонитрила и аликвоту 20 мкл вводят в хроматограф.

2.5.3. Зерно

Образец размолотого зерна массой 20 г помещают в коническую колбу объемом 250 мл, прибавляют 75 мл смеси ацетонитрил - 0,1М соляная кислота в соотношении 9:1 и экстрагируют на встряхивателе в течение 30 минут. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 мл смеси ацетонитрил - 0,1М соляная кислота в соотношении 9:1 и экстрагируя на встряхивателе по 20 минут. Экстракт фильтруют в плоскодонную колбу объемом 250 мл через фильтр "красная лента" с 5 г хлористого натрия, тщательно перемешивают и дают выстояться в течение 10-15 минут. Затем экстракт переносят в делительную воронку и нижний водный слой отбрасывают. К объединенному экстракту в делительной воронке добавляют 25 мл гексана и интенсивно встряхивают в течение 2 минут. После полного разделения слоев верхний гексановый слой отбрасывают, нижний ацетонитрильный слой собирают в химический стакан объемом 200 мл. Ацетонитрильный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают еще раз 25 мл гексана, гексан отбрасывают. Ацетонитрил собирают в концентратор, пропуская через слой безводного сульфата натрия, осушитель промывают 10 мл ацетонитрила, объединяют смыв с экстрактом и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С. **Анализ можно прервать на этом этапе и хранить образец в сухом виде не более 12 час (ночь) в холодильнике.**

Сухой остаток растворяют в 3 мл ацетона, добавляют 30 мл гексана и переносят в сухую делительную воронку. Флорасулам и Флуметсулам извлекают из гексаново-ацетоновой смеси тремя порциями ацетонитрила по 10 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку не менее 2 минут. После полного разделения фаз нижний ацетонитрильный слой собирают в концентратор, пропуская через химическую воронку с 1 г безводного сульфата натрия. Объединенный ацетонитрильный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха. **Анализ можно прервать на этом этапе и хранить образец в сухом виде не более 12 час (ночь) в холодильнике.**

Сухой остаток растворяют в 3 мл ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора и переносят в делительную воронку. Процедуру повторяют, используя 3 мл ацетона и объединяют ацетоновый экстракт в делительной воронке. Туда же добавляют 50 мл дистиллированной воды, 20 мл насыщенного раствора хлористого натрия и 0,5 мл 4н серной кислоты. Флорасулам и Флуметсулам трижды экстрагируют диэтиловым эфиром порциями по 30 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 2 минут. После полного разделения слоев верхний слой (диэтиловый эфир) собирают в химический стакан объемом 100 мл. Объединенный экстракт переносят в делительную воронку объемом 250 мл. Из объединенного экстракта Флорасулам и Флуметсулам извлекают 5% раствором гидрокарбоната натрия порциями 20, 20 и 10 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 2 минут. После разделения фаз нижний водный слой вместе с эмульсией объединяют в делительной воронке и оставляют на 10-15 минут до полного разделения фаз – нижняя водная фаза должна стать прозрачной. Выделившийся эфир (верхний слой) отбрасывают. К водной фазе добавляют 10 мл 4н серной кислоты (осторожно, вспенивание!). Из водной фазы Флорасулам и Флуметсулам извлекают тремя порциями диэтилового эфира по 20 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 2 минут. После полного разделения слоев верхнюю эфирную фазу собирают в концентратор, пропуская через слой безводного сульфата натрия. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30□С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, добавляют 5 мл гексана и очищают на концентрирующем патроне Диапак-Диол, как указано в п.2.3.6. После очистки элюат упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 1,0 мл ацетонитрила, метилируют (п.2.3.3.1.) и очищают на патроне Диапак С-8 (п. 2.3.7.2). Сухой остаток растворяют в 2 мл ацетонитрила и аликвоту 20 мкл вводят в хроматограф.

2.5.4. Солома

Образец размолотой соломы массой 5 г помещают в коническую колбу объемом 250 мл, прибавляют 100 мл смеси ацетонитрил - 0,1М соляная кислота в соотношении 9:1 и экстрагируют на встряхивателе в течение 30 минут. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 75 мл смеси ацетонитрил - 0,1М соляная кислота в соотношении 9:1 и экстраги-

руя на встряхивателе по 30 минут. Экстракт фильтруют в плоскодонную колбу объемом 250 мл через фильтр "красная лента" с 5 г хлористого натрия, тщательно перемешивают и дают выстояться в течение 10-15 минут. Затем экстракт переносят в делительную воронку и нижний водный слой отбрасывают. К объединенному экстракту в делительной воронке добавляют 50 мл гексана и интенсивно встряхивают в течение 2 минут. После полного разделения слоев верхний гексановый слой отбрасывают, нижний ацетонитрильный слой собирают в химический стакан объемом 250 мл. Ацетонитрильный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают еще раз 50 мл гексана, гексан отбрасывают. Ацетонитрил собирают в концентратор, пропуская через слой безводного сульфата натрия, осушитель промывают 10 мл ацетонитрила, объединяют смыв с экстрактом и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С. **Анализ можно прервать на этом этапе и хранить образец в сухом виде не более 12 час (ночь) в холодильнике.**

Сухой остаток растворяют в 3 мл ацетона, добавляют 30 мл гексана и переносят в сухую делительную воронку. Флорасулам и Флуметсулам извлекают из гексаново-ацетоновой смеси тремя порциями ацетонитрила по 10 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку не менее 2 минут. После полного разделения фаз нижний ацетонитрильный слой собирают в концентратор, пропуская через химическую воронку с 1 г безводного сульфата натрия. Объединенный ацетонитрильный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха. **Анализ можно прервать на этом этапе и хранить образец в сухом виде не более 12 час (ночь) в холодильнике.**

Сухой остаток растворяют в 3 мл ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора и переносят в делительную воронку. Процедуру повторяют, используя 3 мл ацетона и объединяют ацетоновый экстракт в делительной воронке. Туда же добавляют 50 мл дистиллированной воды и 0,5 мл 4н серной кислоты. Флорасулам и Флуметсулам трижды экстрагируют диэтиловым эфиром порциями по 30 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 2 минут. После полного разделения слоев верхний слой (диэтиловый эфир) собирают в химический стакан объемом 100 мл. Объединенный экстракт переносят в делительную воронку объемом 250 мл. Из объединенного экстракта Флорасулам и Флуметсулам извлекают 5% раствором гидрокарбоната натрия порциями 20, 20 и 10 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 2 минут. После разделения фаз нижний водный слой вместе с эмульсией объединяют в делительной воронке и оставляют на 10-15 минут до полного разделения фаз – нижняя водная фаза должна стать прозрачной. Выделившийся эфир (верхний слой) отбрасывают. К водной фазе добавляют 10 мл 4н серной кислоты (осторожно, вспенивание!). Из водной фазы Флорасулам и Флуметсулам извлекают тремя порциями диэтилового эфира по 20 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 2 минут. После полного разделения слоев верхнюю эфирную фазу собирают в химический стакан объемом,

100 мл и переносят в чистую делительную воронку объемом 250 мл. Из объединенного экстракта Флорасулам и Флуметсулам извлекают 5% раствором гидрокарбоната натрия порциями 20, 20 и 10 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 2 минут. После разделения фаз нижний водный слой вместе с эмульсией объединяют в делительной воронке и оставляют на 10-15 минут до полного разделения фаз – нижняя водная фаза должна стать прозрачной. Выделившийся эфир (верхний слой) отбрасывают. К водной фазе добавляют 10 мл 4н серной кислоты (осторожно, вспенивание!). Из водной фазы Флорасулам и Флуметсулам извлекают тремя порциями диэтилового эфира по 20 мл, интенсивно встряхивая делительную воронку в течение 2 минут. После полного разделения слоев верхнюю эфирную фазу собирают в концентратор, пропуская через слой безводного сульфата натрия. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 30□С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, добавляют 5 мл гексана и очищают на концентрирующем патроне Диапак-диол, (п.2.3.6.2). После очистки элюат упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха. Сухой остаток растворяют в 1,0 мл ацетонитрила, метилируют (п.2.3.3.1.), очищают на патроне Диапак С-8 (п. 2.3.7.2). Сухой остаток растворяют в 2 мл ацетонитрила и аликвоту 20 мкл вводят в хроматограф.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов.

2.6.1. Условия хроматографирования.

Хроматограф "Waters" или другой с аналогичными характеристиками с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны.

Колонка стальная Simmetry Shield C18, 4,6 мм х 25 см, зернением 5 мкм.

Температура колонки: 25°С.

Подвижная фаза:

1. Для анализа образцов воды, зерна и соломы используют подвижную фазу ацетонитрил : вода в соотношении 45:50 (по объему), скорость потока 1 мл/мин.

2. Для анализа образцов почвы используют подвижную фазу ацетонитрил : вода : метанол в соотношении 30:50:15 (по объему), скорость потока 1,5 мл/мин.

Рабочая длина волны детектора 260 нм.

Чувствительность 0,0025 ед. оптической плотности на шкалу.

Объем вводимой пробы 20 мкл.

При использовании подвижной фазы ацетонитрил : вода 45:50 время удерживания Флорасулама (N-метильное производное) 12,5 –13,9 мин, время удерживания Флуметсулама (N-метильное производное) 15,8-16,8 мин.

При использовании подвижной фазы ацетонитрил-вода-метанол 30:50:15 время удерживания Флорасулама (N-метильное производное) 9,5 –10,6 мин, время удерживания Флуметсулама (N-метильное производное) 14,8-16,2 мин.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в пределах 2-20 нг.

2.6.2. Обработка результатов анализа.

Содержание Флорасулама или Флуметсулама рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{Sпр \cdot A \cdot V}{100 \cdot Sст \cdot m} \times P$$

где X - содержание Флорасулама или Флуметсулама в пробе, мг/кг или мг/л;

Sст - высота (площадь) пика стандарта, мм;

Sпр - высота (площадь) пика образца, мм;

A - концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m - масса анализируемого образца, г (мл);

P - содержание Флорасулама или Флуметсулама 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., Орехов Д.А.

Московская сельскохозяйственная академия имени К.А. Тимирязева. 127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений. Телефон: Телефон: 976-02-20; факс: 976-43-26. E-mail: gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru