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

24 июня 2003 г. Г.Г. Онищенко

МУК 4.1. 1438-03

Дата введения: 30 июня 2003 г.

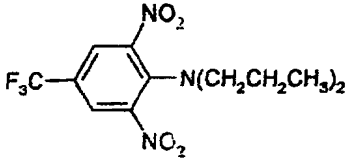
Методические указания по определению остаточных количеств Трифлуралина в зеленой массе и зерне зерновых культур, в семенах и масле подсолнечника, сои и рапса методом газожидкостной хроматографии.

I.Вводная часть.

Фирма-производитель: Дау Агросаенсис

Торговое название: Трефлан, гербитреф, дигермин, нитран, олитреф, флюран.

Название действующего вещества по ИСО: Трифлуралин.



Название действующего вещества по ИЮПАК: α,α,α-трифлуоро-2,6-динитро-N,N-дипропил-р-толуидин

Эмпирическая формула: $C_{13}H_{16}F_3N_3O_4$.

Молекулярная масса: 335,3.

Химически чистый Трифлуралин (98%) представляет собой кристаллическое вещество светло-желтого цвета.

Давление паров: 13,7 мПа при 25° С.

Температура плавления:48,5-49°С.

Коэффициент перераспределения н-октанол/ вода: K_{ow} logP = 4,83 (20° С).

Растворимость (при 25°С): в ацетоне, хлороформе, ацетонитриле, толуоле, этилацетате

>1000; метаноле –40; гексане – 67 г/л; в воде – 0,184 (при pH = 7); 0,221 (при pH = 5); 0,189 (при pH = 9) мг/л.

Стабилен к гидролизу при pH = 3,6 и 9 (при52°С). Неустойчив под действием УФ излучения. Трифлуралин является стойким соединением. В почве он сохраняется до 8 месяцев, слабо передвигаясь по профилю ($ДТ_{50}$ – 57 – 126 дн.).

Краткая токсикологическая характеристика: Трифлуралин относится к малоопасным веществам по острой пероральной ($ЛД_{50}$ для теплокровных животных более 5000 мг/кг) и дермальной ($ЛД_{50}$ для кроликов более 5000 мг/кг), но умеренно опасным по ингаляционной токсичности. Не раздражает слизистые оболочки и кожу кроликов.

В России установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД (мг/кг/сут.) - 0,01

ПДК в воде водоемов (мг/л) - 0,02

ОДК в почве (мг/кг) – 0,1

ПДК в воздухе рабочей зоны (мг/м^3)- 3,0

МДУ в подсолнечнике (семена), сое (семена), капусте, томатах, огурцах, табаке, чесноке, баклажанах, перце, луке – 0,5; подсолнечнике (масло), сое (масло) – 0,1; моркови товарной зрелости и петрушке пучковой зрелой – 0,01; хлопчатнике (семена и масло) и моркови пучковой зрелости – 0,25.

Область применения. Трифлуралин – почвенный гербицид избирательного действия, ингибирует рост проростков и корней растений.

Трифлуралин эффективно подавляет рост и развитие малолетних злаковых и некоторых двудольных сорных растений при довсходовом внесении в посевах подсолнечника, сои, рапса, хлопчатника и овощных культур.

Зарегистрирован в России под торговыми названиями Трефлан, 240 г/л к.э., Нитран, 300 г/л к.э., Трифлюрекс, 240 г/л к.э. и 480 г/л. к.э. в качестве гербицида для применения на сое, подсолнечнике, клещевине, рапсе, льне-долгунце, табаке, рассадной капусте и томатах, огурцах, баклажанах, перце, моркови, луке, чесноке, бобовых травах и лекарственных культурах с нормой расхода 2 – 6 л/га.

2. Методика определения остаточных количеств Трифлуралина в зеленой массе и зерне зерновых культур, в семенах и масле подсолнечника, рапса, сои методом газожидкостной хроматографии.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на экстракции Трифлуралина органическим растворителем, обработке экстракта концентрированной серной кислотой и последующей очистке экстракта перераспределением действующего вещества между несмешивающимися фазами для проб масла и семян масличных культур и очистке на колонке для зеленой массы и зерна зерновых культур. Определение Трифлуралина проводится с помощью газожидкостной хроматографии при использовании детектора по захвату электронов или постоянной рекомбинации ионов. Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода.

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при возделывании выше упомянутых культур.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Метрологическая характеристика метода представлена в таблицах 1 и 2.

Таблица 1.

Анализируемый объект	Метрологические параметры, p=0,95, n=20				
	предел обнаружения Трифлуралина, мг/кг	диапазон определяемых концентраций мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S %	доверительный интервал среднего результата %, ±
семена подсолнечника	0,25	0,25-2,0	77,0	1,2	1,9
семена сои и рапса	0,25	0,25-2,0	84,4	1,0	1,7
масло подсолнечника	0,05	0,05-5,0	82,9	1,3	2,2
масло сои и рапса	0,05	0,05-5,0	84,3	1,0	1,7
зеленая масса и зерно зерновых культур	0,0005	0,0005-1,25	92,7	2,5	1,6

Таблица 2

Доверительный интервал и полнота определения Трифлуралина в семенах и масле подсолнечника, сои, и рапса.

среда	добавлено Трифлурали-на, мг/кг	обнаружено Трифлурали-на, мг/кг	доверитель-ный интер-вал, ±	полнота оп-ределения, %
1	2	3	4	5
семена	2,0	1,56	0,09	78,0
подсолнечника	1,0	0,77	0,06	77,4
	0,5	0,38	0,03	76,9
	0,25	0,19	0,01	75,5
семена	2,0	1,72	0,11	86,0
сои и рапса	1,0	0,85	0,05	85,5
	0,5	0,42	0,02	84,5
	0,25	0,20	0,01	81,7
масло	0,5	0,42	0,03	83,1
подсолнечника	0,2	0,16	0,01	81,6
	0,1	0,08	0,005	80,3
	0,05	0,04	0,001	86,6
масло	0,5	0,41	0,02	82,0
сои и рапса	0,2	0,17	0,007	84,6
	0,1	0,09	0,003	85,8
	0,05	0,04	0,003	84,6

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование.

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы.

Трифлуралин, аналитический стандарт фирмы Дау Агросаенсис с содержанием д.в. 98%.

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

Алюминия оксид Л 40/250 щелочной для колоночной хроматографии, ЧССР

Ацетон, ГОСТ 2603-79.

Ацетонитрил, ТУ 6-09-3534-87.

Вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72.

н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.

Гелий, очищенный марки «А», ТУ - 51-940-80.

Метилен хлористый, ГОСТ 19433-88.

Насадка для набивной колонки: 5 % ДС-550 на Хроматоне-N-AW-DMCS (0,20 – 0,25 мм); фирма Хемапол, Чехия

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

Натрий хлористый, х.ч., ГОСТ .4233-77.

2.2.2.Приборы, аппаратура, посуда.

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

Баня водяная, ТУ 46-22-603-75.

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

Воронки делительные на 250 мл, ГОСТ 23336-82.

Воронки для фильтрования, стеклянные, ГОСТ 8613-75.

Колбы мерные на 10, 25, 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Колонка стеклянная для ГЖХ, длина 2 м, внутренний диаметр 0,3 см.

Колонка капиллярная для ГЖХ DB-1701, длина 15 м, внутренний диаметр 0,32 мм, толщина пленки 0,25 мкм, неподвижная фаза OV-17, фирма J & W Scietific, Fisons, США или аналогичная.

Колонки стеклянные для адсорбционной хроматографии длиной 30 см, диаметр 0,8 см

Колбы конические на шлифе на 250 и 500 мл, ГОСТ 10394-72.

Колбы круглодонные на шлифе на 250 мл, ГОСТ 23932-79.

Концентраторы грушевидные НШ29 КГУ-100 (250) ГОСТ 10394-72.

Микрошприц на 10 мкл, ТУ Е-2.833.0.24.

Насос водоструйный, ГОСТ 10696-75.

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

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

Стаканы химические стеклянные, ГОСТ 62-36-72.

Фильтры бумажные "Красная лента" ТУ 6-09-1678-86.

Хроматограф газовый с детектором по захвату электронов (^{63}Ni) "Кристалл 2000 М" с пределом детектирования по Линдану не выше $4\ 10^{-14}$ и капиллярной колонкой или другой аналогичного типа.

Хроматограф газовый «Цвет-500м» с детектором по захвату электронов и набивной колонкой или другой аналогичного типа.

Цилиндры мерные емкостью 25, 50 и 100 мл, ГОСТ 1770-74.

2.3. Подготовка к определению.

2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонок для газожидкостной хроматографии.

Готовую насадку засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом в соответствии с правилами. Колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре на 20°С ниже предельного значения для выбранной неподвижной фазы в течение 8-10 часов.

Капиллярную колонку с фазой DB 1701 устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 230°С в течение 8-10 часов.

2.3.2. Приготовление стандартных растворов.

Взвешивают 50 мг Трифлуралина в мерной колбе на 50 мл, растворяют навеску в гексане и доводят объем до метки гексаном (стандартный раствор № 1, концентрация 1 мг/мл). Стандартный раствор № 1 можно хранить в холодильнике в течение 6 месяцев.

Методом последовательного разбавления готовят стандартные растворы Трифлуралина в гексане: с концентрацией 0,025; 0,05; 0,1 и 0,2 мкг/мл для построения калибровочного графика; с концентрацией 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 мкг/мл для внесения в контрольный образец масла и с концентрацией 1,25; 2,5; 5,0; 10,0 мкг/мл для внесения в контрольный образец семян.

2.3.3. Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика вводят в хроматограф последовательно по 5 мкл каждого из полученных четырех растворов (для каждой концентрации делают не менее 3-х вводов), 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 Трифлуралина в мкг/мл.

2.3.4. Подготовка колонки для очистки экстракта.

Стеклянную колонку 30х0,8 см заполняют при легком постукивании щелочным оксидом алюминия на высоту 10 см.

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" (№ 2051-79 от 21.08.79). Отобранные пробы зеленой массы замораживают и хранят в запаянных полиэтиленовых пакетах в морозильнике при температуре -18 °С; пробы зерна и семян подсолнечника, сои, рапса подсушивают до стандартной влажности и хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре при комнатной температуре. Перед анализом пробы измельчают на лабораторной мельнице. Масло подсолнечника, сои и рапса хранят в закрытой таре в холодильнике.

2.5. Проведение определения.

2.5.1.Зеленая масса и зерно зерновых культур.

Навеску зеленой массы и зерна 20 г помещают в коническую колбу с притертой пробкой, заливают 20 мл ацетонитрила, встряхивают в течение 0,5 часа и отфильтровывают под вакуумом. Экстракцию повторяют свежей порцией ацетонитрила 20 мл. Экстракты после фильтрации последовательно пропускают через бумажный фильтр и концентрируют до 0,5-1 мл на ротационном испарителе при температуре не выше 45°С, затем до отсутствия ацето-

нитрила - в токе воздуха. Маслянистый остаток очищают колоночной хроматографией. До внесения экстракта колонку с оксидом алюминия промывают 10 мл гексана. Остаток экстракта растворяют в 1 мл гексана и переносят в колонку. Колбу обмывают 3 раза 1 мл гексана, смывы также переносят в колонку. Растворитель отсасывают под вакуумом, трефлан элюируют в концентратор 40 мл гексана со скоростью 60-80 капель в минуту.

Элюат концентрируют до 0,5-10 мл и 2 мкл раствора вводят в хроматограф.

2.5.2.Семена подсолнечника, сои и рапса.

Навеску семян подсолнечника, сои или рапса массой 5 г помещают в колбу объемом 250 мл, добавляют 50 мл ацетона и встряхивают смесь на аппарате для встряхивания 0,5 часа. Затем экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр в коническую колбу емкостью 250 мл. Экстракцию повторяют еще два раза, используя 50 мл ацетона и встряхивая пробу каждый раз в течение 0,5 часа. Экстракты отфильтровывают в ту же колбу. Объем экстракта доводят до 150 мл, приливая в колбу ацетон. Содержимое колбы перемешивают, отбирают аликвоту 30 мл (1/5 часть пробы), помещают ее в концентратор емкостью 100 мл и упаривают пробу на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 45°С.

Остаток в концентраторе разводят в 20 мл гексана, переносят гексан в делительную воронку емкостью 250 мл, обмывают концентратор еще раз 20 мл гексана. Добавляют в делительную воронку 50 мл ацетонитрила и экстрагируют Трифлуралин, встряхивая делительную воронку в течение 1-2 минут. После разделения слоев нижний слой (ацетонитрил) сливают в концентратор емкостью 250 мл. Экстракцию ацетонитрилом повторяют еще два раза порциями по 50 мл. Гексан отбрасывают. Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 45°С до объема 5 мл.

Добавляют в концентратор 5 мл концентрированной серной кислоты и перемешивают содержимое концентратора. Приливают в концентратор 50 мл дистиллированной воды, еще раз перемешивают содержимое, обмывая стенки концентратора, и переносят пробу в чистую делительную воронку. Концентратор ополаскивают 50 мл дистиллированной воды, которую переливают в ту же делительную воронку.

*В воронку добавляют 30 мл метиленхлорида и экстрагируют Трифлуралин из водной фазы, встряхивая воронку в течение 1-2 минут. После разделения фаз нижний слой метиленхлорида сливают в концентратор через безводный сульфат натрия. Экстракцию повторяют еще два раза, используя каждый раз по 30 мл метиленхлорида. Объединенные экстракты метиленхлорида упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 45°С. Сухой остаток в концентраторе разводят в 10 мл гексана, тщательно обмывают стенки концентратора и вводят в хроматограф 1 мкл пробы.

2.5.3.Масло подсолнечника, сои и рапса.

Навеску масла 10 г помещают в стеклянный мерный стакан емкостью 100 мл, разводят масло гексаном до объема 100 мл. Отбирают мерным цилиндром аликвоту пробы 20 мл (1/5 пробы) и переносят ее в делительную воронку емкостью 250 мл. Цилиндр ополаскивают 20 мл гексана, гексан помещают в ту же воронку. Экстрагируют Трифлуралин из гексана ацетонитрилом четыре раза порциями по 30 мл, встряхивая делительную воронку в течение 1-2 минут. Экстракты ацетонитрила собирают в мерный стакан емкостью 200 мл. Затем объединенный экстракт переносят в чистую делительную воронку емкостью 250 мл и промывают его гексаном два раза, используя каждый раз по 20 мл гексана. Гексан отбрасывают, а ацетонитрильный экстракт сливают в концентратор емкостью 250 мл и упаривают на ротационном вакуумном испарителе до маслянистого остатка.

К остатку в концентраторе приливают поочередно: 5 мл концентрированной серной кислоты, 5 мл ацетонитрила, 100 мл дистиллированной воды, перемешивая каждый раз содержимое концентратора. После этого пробу из концентратора переносят в делительную воронку и проводят экстракцию Трифлуралина метиленхлоридом по схеме, приведенной в разделе 2.5.2, абзац 4(*).

Очищенную пробу разводят в 10 мл гексана и вводят в хроматограф 1 мкл.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов анализа.

2.6.1. Условия хроматографирования.

2.6.1.1. Для определения Трифлуралина в зеленой массе и зерне зерновых культур на набивной колонке.

Хроматограф газовый с детектором по захвату электронов.

Неподвижная фаза - 5 % ДС-550 на Хроматоне N-AW-DMCS (0,20 - 0,25 мм);

Колонка стеклянная, спиральная, длина 2 м, внутренний диаметр 3 мм.

Температура: термостата колонки – 180°С

термостата испарителя – 250°С

термостата детектора - 340°С

Скорость газа-носителя - азота – 40 мл/мин

Объем, вводимый в испаритель – 2 мкл

Линейность детектирования – 0,1 – 5,0 нг

Время удерживания – 2,11 мин

Рабочая шкала электрометра - 9×10^{-11}

Скорость ленты – 200 мм/час.

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза, измеряют высоты пиков, вычисляют среднее значение высоты. По градуировочному графику и высоте пика находят количество Трифлуралина в анализируемом объеме экстракта.

2.6.1.2. Для определения Трифлуралина в семенах и масле подсолнечника, сои и рапса на капиллярной колонке.

Хроматограф "Кристалл 2000м" с детектором по захвату электронов с пределом детектирования по Линдану не выше $4 \cdot 10^{-14}$ г/см^3.

Колонка капиллярная кварцевая DB - 1701, длина 15 м, внутренний диаметр 0,32 мм, жидкая фаза OV-17.

Режим работы – Splitless.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 140°С, выдержка 3 минуты; нагрев колонки по 10 градусов в минуту до температуры 170°С, выдержка 15 минут, нагрев колонки по 30 градусов в минуту до 260°С, выдержка 3 минуты.

Температура испарителя - 260°С, детектора - 320°С.

Регулятор расхода гелия: тип регулятора – РРГ-11; режим – Splitless; минимальный расход гелия – 20 мл/мин; длительность сброса – 5 мин.

Газ 1 – гелий, расход – 0,5 мл/мин, линейная скорость – 21 см/сек, давление на входе – 27,34 кПа.

Газ 2 – гелий (продувка испарителя), сброс 1:100, начало сброса – 5 сек, расход – 50 мл/мин.

Газ 3 – азот (поддув в детектор), расход во время анализа – 35 мл/мин.

Абсолютное время удерживания Трифлуралина - 9 мин 22 сек. - 9 мин 27 сек.

Объем вводимой пробы – 1 мкл.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,01 – 0,2 нг.

Каждую анализируемую прооу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю площадь пика. Образцы, дающие пики больше, чем стандартный раствор с концентрацией 0,2 мкг/мл, разбавляют.

2.6.2. Обработка результатов анализов.

Содержание Трифлуралина в пробах зеленой массы, зерна, семян и масла подсолнечника, сои и рапса при анализе методом ГЖХ рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

X - содержание Трифлуралина 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 Трифлуралина в аналитическом стандарте, мг/кг.

3. Требования техники безопасности.

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

4. Разработчики.

Определение Трефлана в зеленой массе и зерне зерновых культур:
Юркова Р.Г., Пиленкова И.И., ВНИТИГ, г.Уфа.
Определение Трефлана в семенах и масле подсолнечника, сои и рапса:
Калинин В.А., профессор, канд.с.-х. наук; Калинина Т.С., канд. с.- х. наук; Фролова Н.С., ст. инженер Московская сельскохозяйственная академия имени К.А.Тимирязева, 127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений. Телефон: тел.976-02-20, факс 976-43-26, E-mail: gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru