4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств тиабендазола в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур (колосовые, рис, кукуруза, просо), в горохе, зеленой массе, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1245—03, 4.1.1477—03

gost.e-ecolog.ru

Определение остаточных количеств тиабендазола в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур (колосовые, рис, кукуруза, просо), в горохе, зеленой массе, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005.—14 с.

1. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации Г. Г. Онищенко МУК 4.1.1245—03 16 марта 2003 г., МУК 4.1.1447—03 29 июня 2003 г.

2. Введены с 1 июля 2003 г.

3. Введены впервые.

© Роспотребнадзор, 2005
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко
16 марта 2003 г., 29 июня 2003 г.
Дата введения – 1 июля 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств тиабендазола в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур (колосовые, рис, кукуруза, просо), в горохе, зеленой массе, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.1245—03, МУК 4.1.1477—03

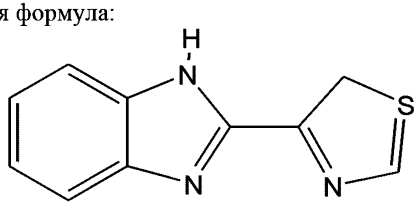
1. Вводная часть

Фирма производитель: Август, Кеминова, Агро Эксперт групп, Северо-Кавказский Агрохим.

Торговое наименование: ВИАЛ, Винцит, Винер, Витацит.

Действующее вещество: тиабендазол.

Структурная формула:



2-(1,3-тиазол-4-ил) бензимидазол (IUPAC).

2-(4-тиазолил)-1H-бензимидазол (C.A.).

Брутто формула: $C_{10}H_7N_3S$.

Мол. масса: 201,3.

Белое кристаллическое вещество. Температура плавления: 297—298 °С. Давление паров при 25 °С: $4{,}6 \times 10^{-4}$ мПа. Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{ow} log P = 2,39 (pH 7).

Растворимость (г/л) при 20 °С: н-гептан – <0,01, ксилол – 0,13, ацетон – 2,43, 1,2-дихлорэтан – 0,81, метанол – 8,28, этилацетат – 1,49, н-октанол – 3,91, вода – 10,0 (pH 2), 0,16 (pH 4), 0,03 (pH 7—10).

Устойчив к гидролизу. Водный фотолиз (20 °С, pH 5, DT_{50} 29 часов); $pKa_1 = 4,73$; $pKa_2 = 12,00$.

Краткая токсикологическая характеристика: Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для мышей – 3 600 мг/кг, крыс – 3 100 мг/кг, кроликов – 3 800 мг/кг, птиц – более 2 250 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов – более 2 000 мг/кг, не ирритант; ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс – более 0,5 мг/кг. Не токсичен для пчел. CK_{50} для рыб 0,55 мг/л при экспозиции 96 часов. Класс токсичности по ВОЗ – III.

Гигиенические нормативы для тиабендазола в России:

ОДК в почве – 1,0 мг/кг;

ОДУ в воде водоемов – 0,05 мг/л (с.-т.);

МДУ: для зерна хлебных злаков – 0,2 мг/кг (ВМДУ). Для зерна риса, кукурузы и проса, гороха, семян и масла подсолнечника гигиенические нормативы в России не установлены.

Область применения препарата: системный фунгицид защитного и лечебного действия. Тиабендазол образует защитный слой на обработанной поверхности плодов и клубней, используется на овощных, плодовых и зерновых культурах. Не совместим с купратами и окисляющими агентами, такими как хлораты и нитраты.

2. Методика определения тиабендазола в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур (колосовые, рис, кукуруза, просо), в горохе, зеленой массе, семенах и масле подсолнечника методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении тиабендазола методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов водно-ацетоновой смесью и очистке путем перераспределения между двумя жидкими фазами, а также на колонке с силикагелем.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

Объект анализа	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, % (для каждого объекта $n = 24$)	Относительное стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего, $n = 24$, $P = 0,95$
Вода	0,002	0,002—0,02	93,1	4,84	4,24
Почва	0,02	0,02—0,2	86,1	3,15	2,76
Зеленая масса подсолнечника	0,02	0,02—0,2	83,7	5,61	4,92
Масло подсолнечника	0,02	0,02—0,2	94,0	2,75	2,41
Семена подсолнечника	0,02	0,02—0,2	85,1	4,49	3,94
Солома	0,02	0,02—0,2	87,8	7,12	6,24
Зерно зерновых колосовых	0,02	0,02—0,2	90,0	3,38	2,96
Зерно риса	0,02	0,02—0,2	85,0	4,41	3,87
Зерно проса	0,02	0,02—0,2	86,6	4,42	3,87
Зерно кукурузы	0,02	0,02—0,2	85,3	5,86	5,14
Горох	0,02	0,02—0,2	81,4	5,46	4,79

Таблица 2

Полнота определения тиабендазола в воде, почве, зерне и соломе риса, зерне кукурузы и проса, горохе ($N = 5$ для каждой концентрации)

Среда	Внесено, мг/кг	Найдено, мг/кг	Стандартное отклонение, ±	Полнота определения, %
1	2	3	4	6
Вода	0,002	0,00189	$8,07 \cdot 10^{-5}$	94,3
	0,004	0,00370	$2,25 \cdot 10^{-4}$	92,5
	0,01	0,00927	$5,16 \cdot 10^{-4}$	92,7
	0,02	0,0186	$9,32 \cdot 10^{-4}$	93,0
Среднее				*93,1*

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	6
Почва	0,02	0,0168	$4,97 \cdot 10^{-4}$	84,1
	0,04	0,0342	$8,80 \cdot 10^{-4}$	85,6
	0,1	0,0883	$3,77 \cdot 10^{-3}$	88,3
	0,2	0,1728	$8,29 \cdot 10^{-3}$	86,4
Среднее				*86,1*
Зеленая масса подсолнечника	0,02	0,0168	$1,52 \cdot 10^{-3}$	84,1
	0,04	0,0313	$1,54 \cdot 10^{-3}$	78,3
	0,1	0,0875	$4,82 \cdot 10^{-3}$	87,5
	0,2	0,1698	$1,30 \cdot 10^{-2}$	84,9
Среднее				*83,7*
Масло подсолнечника	0,02	0,0190	$4,60 \cdot 10^{-4}$	95,2
	0,04	0,0385	$6,81 \cdot 10^{-4}$	96,3
	0,1	0,0957	$4,46 \cdot 10^{-3}$	95,7
	0,2	0,1778	$5,06 \cdot 10^{-3}$	88,9
Среднее				*94,0*
Семена подсолнечника	0,02	0,0181	$1,06 \cdot 10^{-3}$	90,5
	0,04	0,0324	$1,77 \cdot 10^{-3}$	81,0
	0,1	0,0861	$5,10 \cdot 10^{-3}$	86,1
	0,2	0,1658	$6,33 \cdot 10^{-3}$	82,9
Среднее				*85,1*
Солома	0,02	0,0177	$1,74 \cdot 10^{-3}$	88,3
	0,04	0,0351	$2,79 \cdot 10^{-3}$	87,4
	0,1	0,0905	$5,44 \cdot 10^{-3}$	90,5
	0,2	0,170	$1,50 \cdot 10^{-2}$	85,0
Среднее				*87,8*
Зерно зерновых колосовых	0,02	0,0194	$5,03 \cdot 10^{-4}$	96,8
	0,04	0,0368	$1,67 \cdot 10^{-3}$	92,1
	0,1	0,0872	$3,47 \cdot 10^{-3}$	87,2
	0,2	0,1682	$6,70 \cdot 10^{-3}$	84,0
Среднее				*90,0*
Зерно риса	0,02	0,0173	$8,12 \cdot 10^{-4}$	86,4
	0,04	0,0350	$1,73 \cdot 10^{-3}$	87,5
	0,1	0,0851	$4,44 \cdot 10^{-3}$	85,1
	0,2	0,1622	$9,61 \cdot 10^{-3}$	81,1
Среднее				*85,0*

Продолжение табл. 2

1	2	3	4	6
Зерно проса	0,02	0,0182	$9{,}57 \cdot 10^{-4}$	91,0
	0,04	0,0325	$1{,}84 \cdot 10^{-4}$	81,3
	0,1	0,0852	$4{,}22 \cdot 10^{-3}$	85,2
	0,2	0,1774	$8{,}13 \cdot 10^{-3}$	88,7
Среднее				*86,6*
Зерно кукурузы	0,02	0,0179	$1{,}03 \cdot 10^{-3}$	89,7
	0,04	0,0341	$2{,}26 \cdot 10^{-3}$	85,3
	0,1	0,0844	$5{,}35 \cdot 10^{-3}$	84,4
	0,2	0,1638	$1{,}46 \cdot 10^{-2}$	81,9
Среднее				*85,3*
Горох	0,02	0,0162	$9{,}96 \cdot 10^{-4}$	81,2
	0,04	0,0324	$1{,}81 \cdot 10^{-3}$	81,1
	0,1	0,0834	$5{,}29 \cdot 10^{-3}$	83,4
	0,2	0,1598	$1{,}41 \cdot 10^{-3}$	79,9
Среднее				*81,4*

2.1.3. Избирательность метода

Присутствие других пестицидов, близких по химическому строению и области применения, определению не мешает.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, чда	ГОСТ 2603—79
Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч	ТУ 6-09-3534—87
Бумажные фильтры «красная лента»	ТУ 6.091678—86
Вода бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ 6709—79
Тиабендазол, аналитический стандарт с содержанием д.в. 98,7 %, производства ВНИИХСЗР	
Дихлорметан, хч	ТУ 2631-019-44493179—98
Калий углекислый, хч	ГОСТ 4221—76
Калия перманганат	ГОСТ 20490—75
Калий фосфорно-кислый 1-замещенный, ч	ГОСТ 245—76
Кислота ортофосфорная, чда 85 %-ный раствор, имп. (Бельгия) или хч	ГОСТ 6552—80
Кислота соляная, хч	ГОСТ 3118—77
Натрий серно-кислый безводный, ч, свежепрокаленный	ГОСТ 4166—76
Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328—77
н-Гексан, хч, свежеперегнанный	ТУ 2631-003-05807999—98

Подвижная фаза для ВЭЖХ: 1. ацетонитрил–0,02М раствор H_3PO_4 (9 : 91, по объему); 2. ацетонитрил–0,05М KH_2PO_4 (pH 2,2) (15 : 85, по объему)	
Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0,040—0,063 mm) (Merck, Германия)	
Стекловата	
Фосфора пентоксид, ч	МРТУ 6-09-5759—69
Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан–ацетон (70 : 30, по объему)	
Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь гексан–ацетон (40 : 60, по объему)	

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы «Waters» с УФ детектором (Waters 2487), снабженный дегазатором и термостатом колонки или «Gold System» фирмы «Beckman», снабженный двойным насосом и УФ-детектором или аналогичный	
Колонка Symmetry – C18 (250 × 4,6) мм, зернение 5 мкм (Waters, USA) или Nucleosyl C-18 (250 × 4,6) мм, зернение 5 мкм (Sygma-Aldrich, USA)	
Предколонка Waters Symmetry C-18 или Nucleosyl C-18 для защиты аналитической колонки	
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 34104—80Е
Установка ультразвуковая «Серьга»	ТУ 3.836.008
Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая ЛМЗ	ТУ 1-01-0593—79
Гомогенизатор	МРТУ 42-1505—63
Ротационный испаритель вакуумный ИР-1М или аналогичный	ТУ 25-11-917—74
Бидистиллятор	
Насос водоструйный	МРТУ 42 861—64
РН-метр универсальный ЭВ-74	ГОСТ 22261—76
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС	ГОСТ 10384—72
Колбы круглодонные на шлифах КШ50 29-32 ТС	ГОСТ 10384—72
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82

Воронки делительные ВД-3-500	ГОСТ 8613—75
Цилиндры мерные на 100, 250 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1774—74
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Пипетки на 1, 2, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 22292—74

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Органические растворители перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан и хлористый метилен встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания свежей порции кислоты, затем промывают водой, 2 %-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют.

Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташем (на 1 л ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г K_2CO_3).

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

2.4.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку Symmetry-C18 или Nucleosyl C-18 кондиционируют в потоке подвижной фазы (1 мл/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1—2 часов.

2.4.3. Приготовление растворов

Для получения 0,05М раствора калия фосфорно-кислого 1-замещенного 6,8 г кристаллического KH_2PO_4 помещают в мерную колбу объемом 1 л, растворяют в 600 мл дистиллированной воды и доводят объем до метки дистиллированной водой. Для получения 0,02М раствора ортофосфорной кислоты 2 г 98 % (или 2,24 г 87 %) кристаллической H_3PO_4 помещают в мерную колбу объемом 1 л, растворяют в 600 мл дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой. Для получения 50 %-го водного ацетона в колбе емкостью 1 л смешивают 500 мл ацетона с 500 мл дистиллированной воды, используя мерные цилиндры. Для получения 4М раствора NaOH 160 г гидроксида натрия помещают в мерную колбу объемом 1 л, растворяют в 600 мл дистиллированной воды и доводят объем до метки дистиллированной водой. Для приготовления подвижной фазы № 1 в колбе на 1 000 мл смешивают 400 мл ацетонитрила с 600 мл 0,02М ортофосфорной кислоты, смесь фильтруют, при необходимости дегазируют. Для приготовления подвижной фазы № 2 смешивают в колбе на 1 000 мл 150 мл ацетонитрила с 850 мл 0,05М раствора KH_2PO_4, pH которого доведен добав-

лением ортофосфорной кислоты до значения 2,2 (контроль осуществляют pH-метром), смесь фильтруют, при необходимости дегазируют. Для приготовления элюента № 1 в колбе на 1 000 мл смешивают 700 мл н-гексана и 300 мл ацетона. Для приготовления элюента № 2 в колбе на 1 000 мл смешивают 400 мл н-гексана и 600 мл ацетона.

2.4.4. Приготовление стандартного и градуировочных растворов

Берут точную навеску тиабендазола (50 мг), переносят в мерную колбу на 50 мл, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки (стандартный раствор с концентрацией 1,0 мг/мл). Градуировочные растворы с концентрациями 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 и 2,0 мкг/мл готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы [смесь ацетонитрил–0,05М KH_2PO_4 (pH 2,2) (15 : 85, по объему)]. Стандартный и градуировочные растворы можно хранить в холодильнике при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца. Для внесения в контрольный образец при определении полноты извлечения используют стандартный раствор, разбавленный ацетонитрилом до нужного уровня концентраций методом последовательного разбавления.

2.4.5. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация тиабендазола в растворе) в хроматограф вводят по 50 мкл градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации тиабендазола в градуировочном растворе (мкг/мл).

2.4.6. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 20 мл смеси гексан–ацетон (70 : 30, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 50 мл смеси гексан–ацетон (40 : 60, по объему) и 30 мл смеси гексан–ацетон (70 : 30, по объему) со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.4.7. Проверка хроматографического поведения тиабендазола на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора тиабендазола с концентрацией 10 мкг/мл. Отдувают растворитель током теплого воздуха, остаток растворяют в 5 мл элюента № 1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 мл элюента № 1 и

также наносят на колонку. Промывают колонку 25 мл элюента № 1, затем 70 мл элюента № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 мл каждая, упаривают, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.4.3) и анализируют на содержание тиабендазола по п. 2.5.6.

Фракции, содержащие тиабендазол, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют по п. 2.5.6. Рассчитывают содержание тиабендазола в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для очистки экстракта объем элюента.

Примечание: профиль вымывания тиабендазола может меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

2.4.8. Подготовка приборов и средств измерения

Установка и подготовка всех приборов и средств измерения проводится в соответствии с требованиями стандартов и технической документации.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Определение тиабендазола в воде

Образец предварительно отфильтрованной воды объемом 100 мл подкисляют 1 мл концентрированной HCl, промывают 2 раза по 25 мл гексаном и 2 раза по 25 мл хлористым метиленом. pH раствора доводят 4М NaOH до 10—11 (контроль осуществляют pH-метром) и экстрагируют хлористым метиленом трижды по 30 мл. Объединенный экстракт фильтруют через слой безводного сульфата натрия (3 г), осушитель промывают 10—15 мл хлористого метилена. Полученный раствор выпаривают на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и 50 мкл раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.5.2. Экстракция тиабендазола из проб почвы, зерна и соломы зерновых культур (зерновых колосовых, риса, кукурузы и проса), гороха, зеленой массы и семян подсолнечника

Навеску, массой 10 г воздушно-сухой почвы или измельченных проб растительного происхождения помещают в коническую колбу емкостью 100 мл и экстрагируют тиабендазол 50 мл 50 %-ного водного ацетона на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют дважды порциями по 25 мл. Объединенный экстракт концентрируют на роторном испарителе при температуре 40 °С до объема 50—

55 мл. Водный раствор доводят дистиллированной водой до объема 100 мл и подкисляют при перемешивании 1 мл концентрированной соляной кислоты. Далее очистку экстракта проводят по п. 2.5.4.

Примечание. При необходимости повышения чувствительности определения массу навески можно увеличить до 25 г.

2.5.3. Экстракция тиабендазола из масла подсолнечника

Навеску масла, массой 10 г растворяют в 25 мл гексана, раствор помещают в делительную воронку объемом 100 мл и экстрагируют тиабендазол 30 мл 0,1М раствора соляной кислоты. Смесь встряхивают в течение 2 мин, нижний водный слой собирают. Операцию экстракции осуществляют еще дважды. Экстракты объединяют. Далее очистку проводят по п. 2.5.4.

2.5.4. Очистка экстракта

Водный раствор помещают в делительную воронку, объемом 500 мл и при энергичном встряхивании в течение 2—3 мин промывают дважды по 25 мл гексаном (верхний органический слой отбрасывают) и дважды по 25 мл хлористым метиленом (нижний органический слой отбрасывают)[·]. pH раствора доводят 4М NaOH до 10—11 (контроль осуществляют pH-метром). Тиабендазол переэкстрагируют трижды хлористым метиленом, порциями по 30 мл, встряхивая делительную воронку в течение 2—3 мин. Верхний водный слой отбрасывают. Объединённый экстракт фильтруют через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10—15 мл хлористого метилена. Полученный раствор выпаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.5.5[··].

2.5.5. Очистка на колонке с силикагелем

Остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п. 2.5.4 экстрактов растительных материалов, количественно переносят двумя порциями по 5 мл смеси гексан–ацетон (70 : 30, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п. 2.4.6). Промывают колонку 25 мл элюента № 1, которые отбрасывают. Тиабендазол элюируют 70 мл элюента № 2, собирая элюат в грушевидную колбу ем-

---

[·] В случае образования сравнительно стойких эмульсий при очистке экстрактов для сокращения времени расслоения можно добавить в делительную воронку небольшое количество (до 10 мл) этилового спирта.

[··] В случаях, когда очистка экстрактов контрольных проб дает удовлетворительные результаты дополнительную очистку на колонке с силикагелем можно исключить.

костью 100 мл. Раствор выпаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2—8 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и 50 (или 20) мкл раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.5.6. Условия хроматографирования

1. Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы «Waters» с УФ детектором (Waters 2487), снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки.

Колонка Symmetry – С18 (250 × 4,6) мм, зернение 5 мкм (Waters, USA).

Температура колонки 30 ± 1 °С.

Предколонка Waters Symmetry С-18 для защиты аналитической колонки.

Подвижная фаза для ВЭЖХ: ацетонитрил–0,02М раствор H_3PO_4 (9 : 91, по объему).

Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Рабочая длина волны: 300 нм.

Объем вводимой пробы: 20 мкл.

Время удерживания тиабендазола: 9,00 ± 0,25 мин.

Линейный диапазон детектирования: 0,1—2,00 мкг/мл.

2. Жидкостный хроматограф «Gold System» фирмы «Beckman», снабженный двойным насосом и УФ-детектором.

Колонка Nucleosyl – С18 (250 × 4,6) мм, зернение 5 мкм (Sygma–Aldrich, USA).

Предколонка Nucleosyl С-18 для защиты аналитической колонки.

Подвижная фаза для ВЭЖХ: ацетонитрил–0,05М KH_2PO_4 (pH 2,2) (15 : 85, по объему).

Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Рабочая длина волны: 300 нм.

Объем вводимой пробы: 50 мкл.

Время удерживания тиабендазола: 9,25 ± 0,25 мин.

Линейный диапазон детектирования: 0,1—2,00 мкг/мл.

2.5.7. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной градуировки, содержание тиабендазола в образце воды, почвы или проб растительного происхождения (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_2 \cdot C \cdot V}{S_1 \cdot P}, \text{ где}$$

S_1 – площадь пика тиабендазола в стандартном растворе, мм^2;

S_2 – площадь пика тиабендазола в анализируемой пробе, мм^2;

V – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, мл;

P – навеска анализируемого образца, г;

C – концентрация стандартного раствора тиабендазола, мкг/мл.

Содержание остаточных количеств тиабендазола в анализируемом образце вычисляют как среднее из 2 параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор тиабендазола 2 мкг/мл разбавляют.

3. Требования техники безопасности

При проведении работы необходимо соблюдать требования инструкции «Основные правила безопасной работы в химической лаборатории», общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, а также инструкции по эксплуатации жидкостного хроматографа и электрооборудования до 400 В.

4. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости результатов измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями МИ 2335—95. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

5. Разработчики

Долженко В. И., Цибульская И. А., Юзихин О. С., Черменская Т. Д. (ВИЗР, Санкт-Петербург).

Определение остаточных количеств тиабендазола в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур (колосовые, рис, кукуруза, просо), в горохе, зеленой массе, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1245—03, 4.1.1477—03

Редакторы Аванесова Л. И., Максакова Е. И.
Технический редактор Ломанова Е. В.

Подписано в печать 22.08.05

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0
Тираж 500 экз. Заказ 18

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделением издания с редакцией ЗНиСО
Федерального центра гигиены и эпидемиологии» Роспотребнадзора,
113105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение снабжения и сбыта, тел. 952-50-89

gost.e-ecolog.ru