УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

МУК 4.1.2001-05

«22» июня 2005 г.

Дата введения: с 1 октября 2005 г.

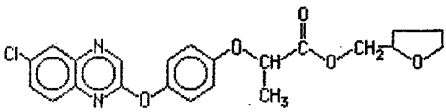
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению остаточных количеств квизалофоп-П-тефурила по основному метаболиту квизалофопу-П в семенах рапса и растительных маслах (рапса, сои, подсолнечника) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в семенах рапса и растительных маслах (рапса, сои, подсолнечника) массовых концентраций квизалофоп-П-тефурила по метаболиту квизалофопу-П в диапазоне 0.02 – 0.2 мг/кг.

Квизалофоп-П-тефурил - действующее вещество препарата ПАНТЕРА, КЭ (40 г/л), фирма производитель «Кромптон» (Англия).

(R)-2-[4-(6-=хлорхиноксалин-2-илокси) фенокси] пропионовой кислоты тетрагидрофурфуриловый эфир (IUPAC)



$C_{22}H_{21}ClN_2O_5$
Мол. масса 428.9

Кристаллический порошок белого цвета без запаха. Температура плавления 72.5 - 74.5^{0}C. Давление паров при 25^{0}C: 7,9 x 10^{-3} мПа. Растворимость в органических растворителях (г/дм^3): метанол – 64; толуол - 652; н-гексан - 12. Растворимость в воде – 4 мг/дм^3 (при 25^{0}C). Коэффициент распределения в системе октанол/вода: K_{ow}logP - 4.32.

gost.e-ecolog.ru

Квизалофоп-П-тефурил стабилен при комнатной температуре (в герметичной упаковке) не менее года, при 55^{0}С - не менее 14-ти дней, на свету – не менее 7-ми дней. Стабильность в водных растворах: DT50 (22^{0}С) - 82 дня (нейтральная среда); 8,1 дня (pH 5); 7 час. (pH 9).

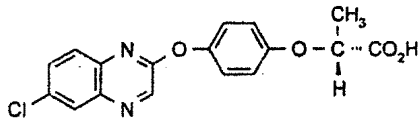
Основным продуктом гидролитического разложения (метаболитом) квизалофоп-П-тефурила является Квизалофоп-П (кислота).

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD $_{50}$) для крыс – 1012 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD $_{50}$) для кроликов > 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK$_{50}$) для крыс > 4,8 мг/дм^3 (4 часа).

Квизалофоп-П

2-[4-(6-хлорхиноксалин-2-илокси)фенокси]пропионовая кислота



$C_{17}H_{13}ClN_2O_4$

Мол. масса 344,8

Кристаллический порошок белого цвета. Давление паров при 20^{0}С: 8,7 х 10^{-7} мПа. Растворимость в воде 3 мг/дм^3 (при 20^{0}С). Вещество хорошо растворимо в метаноле, этаноле, ацетоне, ксилоле, умеренно в ацетонитриле. Коэффициент распределения в системе октанол/вода: K_{ow}logP - 4,32.

Вещество относительно стабильно в кислой среде, период полураспада в почве до 60-ти дней.

Квизалофоп-П является основным биологически активным метаболитом, определяемым в растениях и почве.

Область применения препарата

Квизалофоп-П-тефурил - послевсходовый гербицид для борьбы с однолетними и многолетними злаковыми сорными растениями при возделывании овощных и технических культур.

Гигиенические нормативы: МДУ в картофеле, моркови, томатах, капусте, подсолнечнике (семена), сое (семена), свекле сахарной, кормовой, столовой – 0,04 мг/кг; луке (репка), подсолнечнике (масло), сое (масло) – 0,06 мг/кг.

1. Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0.95, n = 20				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Семена рапса	0,02	0,02 – 0,2	86,00	7,49	10,4
Растительное масло (рапса)	0,02	0,02 – 0,2	89,80	5,53	7,7

Таблица 2

Полнота извлечения квизалофопа-П из семян и масла рапса

(5 повторностей для каждой концентрации)

Среда	Внесено квизалофопа-П мг/кг	Обнаружено квизалофопа-П мг/кг	Полнота извлечения, %
Семена	0,02	0,017328 ± 0,003723	89,54
	0,04	0,033877 ± 0,004753	84,69
	0,1	0,085099 ± 0,012797	85,10
	0,2	0,169332 ± 0,025369	84,67
Масло	0,02	0,017845 ± 0,002737	89,22
	0,04	0,035282 ± 0,003918	88,21
	0,1	0,090569 ± 0,012616	90,57
	0,2	0,182424 ± 0,021874	91,21

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором (УФ) после экстракции из анализируемой пробы семян смесью ацетонитрил-вода-уксусная кислота, масла – ацетонитрилом, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами и на колонке с кизельгелем.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме пробы – 2 нг.

В предлагаемых условиях определения метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в технологии выращивания рапса, подсолнечника, сои.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирмы Perkin-Elmer, США)	Номер Госреестра 15945-97
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности +/- 0,038 г	ГОСТ 7328
Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2 и 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 200 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Квизалофоп-П-тефурил, аналитический стандарт с содержанием основного вещества 99,2% (фирма Кромптон)	
Квизалофоп-П, аналитический стандарт с содержанием основного вещества 98,4% (фирма Кромптон)	
Кизельгель 60, для колоночной хроматографии, 30-60 мкм (Riedel-de-Haën, Германия)	
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ-6-09-4326-76
Вода деионизованная	ГОСТ 6702

н-Гексан, хч	ТУ-6-09-3375
Изопропиловый спирт (пропанол-2), хч	ТУ 6-09-402-75
Калий гидроксид, осч	ОСТ 6-01-301
Кислота орто-фосфорная, хч, 85%	ГОСТ 6552
Кислота серная, хч	ГОСТ 4204
Кислота уксусная, ледяная, хч	ГОСТ 61
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995
Метилен хлористый (дихлорметан), хч	ГОСТ 12794
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166
Этиловый эфир уксусной кислоты, ч	ГОСТ 22300

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Аппарат для встряхивания типа АВУ-6с	ТУ 64-1-2851-78
Аквадистиллятор	ГОСТ 22340
Баня ультразвуковая фирмы Донау (Швеицария)	
Бумажные фильтры «красная лента», обеззоленные или фильтры из хроматографической бумаги Ватман 3ММ	ТУ 6-09-2678-77
Воронка Бюхнера	ГОСТ 25336
Воронки делительные вместимостью 250 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Груша резиновая	
Дефлегматор елочный	ГОСТ 9773
Индикаторная бумага универсальная	
Колба Бунзена	ГОСТ 25336
Колбы плоскодонные вместимостью 100, 250 и 400 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Мембранные фильтры капроновые, диаметром 47 мм	
Мешалка магнитная ММ-5	ТУ 25-11.834-80
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	

Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	ТУ 25-11-917-74
Стаканы химические, вместимостью 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянная колонка длиной 25 см, внутренним диаметром 8-10 мм	
Стеклянные палочки	
Установка для перегонки растворителей	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 25 см, внутренним диаметром 4,0 мм, содержащая Кромасил 100 С18, зернением 8 мкм	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50 – 100 $мм^3$	

Допускается применение хроматографических колонок и другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостной хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда - по ГОСТ 12.0.004.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на жидкостном хроматографе.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

• процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха $(20\pm5)^0$С и относительной влажности не более 80%.

• выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с кизельгелем для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонке.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора не менее 1 часа, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия.

7.1.2. Очистка этилацетата

Этилацетат промывают последовательно 5%-ным водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 50.

7.1.3. Очистка н-гексана и хлористого метилена

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты, до тех пор, пока она не перестанет окрашиваться в желтый цвет, водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.2. Приготовление смеси растворителей для экстракции

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 900 см^3 ацетонитрила, 100 см^3 дистиллированной воды и 1 см^3 уксусной кислоты, тщательно перемешивают.

7.3. Приготовление 0,2% раствора уксусной кислоты в этилацетате

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 600-700 $см^3$ этилацетата, вносят 2 $см^3$ уксусной кислоты, тщательно перемешивают.

7.4. Приготовление 0,2 н раствора гидроксида калия

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 11,2 г гидроксида калия, растворяют в 600-700 $см^3$ деионизованной воды, доводят водой до метки, тщательно перемешивают.

7.5. Приготовление 6 н раствора серной кислоты

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 400 - 500 $см^3$ деионизованной воды, вносят 336 $см^3$ концентрированнои серной кислоты, перемешивают, доводят водой до метки, вновь перемешивают.

7.6. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 550 $см^3$ ацетонитрила, 450 $см^3$ деионизированной воды, 1 $см^3$ орто-фосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.7. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.6) при скорости подачи растворителя 1.0 $см^3$/мин до установления стабильной базовой линии.

7.8. Приготовление градуировочных растворов

7.8.1. Исходный раствор квизалофопа-П для градуировки (концентрация 500 мкг/$см^3$) В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0.01 г квизалофопа-П, растворяют в 50-70 $см^3$ метанола, доводят метанолом до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение 3-х месяцев.

Растворы № 1-5 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного раствора.

7.8.2. Раствор № 1 квизалофопа-П для градуировки (концентрация 10 мкг/$см^3$).

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 2.0 $см^3$ исходного раствора с концентрацией 100 мкг/$см^3$ (п. 7.8.1.), доводят до метки подвижной фазой (приготовленной по п. 7.6), тщательно перемешивают.

Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

7.8.3. Рабочие растворы №№ 2-5 квизалофопа-П для градуировки (концентрация 0.1 - 1.0 мкг/см^3).

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают по 1.0, 2.0, 5.0 и 10.0 см^3 раствора № 1 с концентрацией 10 мкг/см^3 (п. 7.8.2.), доводят до метки подвижной фазой, тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2 - 5 с концентрацией квизалофопа-П 0.1, 0.2, 0.5 и 1.0 мкг/см^3, соответственно.

Растворы хранятся в холодильнике не более недели.

7.9. Приготовление растворов внесения для оценки полноты извлечения квизалофопа-П из исследуемых образцов

7.9.1. Исходный раствор квизалофопа-П (концентрация 100 мкг/см^3) В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,01 г квизалофопа-П, растворяют в 50-70 см^3 изопропилового спирта, доводят им же до метки, тщательно перемешивают.

7.9.2. Основной раствор квизалофопа-П для внесения (концентрация 10 мкг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10,0 см^3 исходного раствора с концентрацией 100 мкг/см^3 (п. 7.9.1.), доводят до метки изопропанолом, тщательно перемешивают.

Раствор хранится в холодильнике не более 2-х недель.

7.10. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации квизалофопа-П в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки №№ 2 - 5.

В испаритель хроматографа вводят по 1 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.3. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

7.11. Подготовка колонки с кизельгелем для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 8-10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 5 г кизельгеля в 15-20 см^3 гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1.5 см. После этого колонка готова к работе.

7.12. Проверка хроматографического поведения квизалофопа-П на колонке с кизельгелем

В круглодонную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0.5 см^3 основного раствора квизалофопа-П для внесения с концентрацией квизалофопа-П 10 мкг/см^3 (п. 7.9.2.), растворитель упаривают досуха, добавляют 1 см^3 этилацетата, помещают на ультразвуковую баню на 1 мин, вносят 4 см^3 гексана, перемешивают, вновь помещают на ультразвуковую баню на 1 мин и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.11. Промывают колонку последовательно 30 см^3 гексана, 25 см^{3}смеси гексан- этилацетат (8:2, по объему), затем 25 см^3 смеси гексан- этилацетат (1:1, по объему) и 30 см^3 этилацетата, элюат отбрасывают.

Затем колонку промывают 70 см^3 2%-ным раствором уксусной кислоты в этилацетате (п. 7.3.) со скоростью 1-2 капли в сек. Фракционно (по 10 см^3) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 см^3 подвижной фазы, анализируют содержание квизалофопа-П по п. 9.3.

Фракции, содержащие квизалофоп-П, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

ПРИМЕЧАНИЕ: Проверку хроматографического поведения квизалофопа-П следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии сорбентов и растворителей.

8. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТ 10852-86.

Отобранные пробы семян рапса хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более 10-ти дней. Для длительного хранения образцы замораживают и хранят при температуре –18^{0}С.

Пробы масла (помещенные в стеклянные флаконы) хранят в холодильнике в течение месяца.

Перед анализом образцы семян измельчают.

9. Выполнение определения

9.1. Семена рапса

9.1.1 Экстракция

Образец измельченных семян массой 20 г помещают в коническую колбу вме-

стимостью 400 см^3. вносят 100 см^3 смеси ацетонитрил-вода-уксусная кислота (90:10:1, по объему) и помещают на встряхиватель на 1 час.

Раствор фильтруют на воронке Бюхнера через двойной бумажный фильтр «красная лента» под вакуумом. Осадок на фильтре трижды промывают смесью ацетонитрил-вода-уксусная кислота (90:10:1, по объему) порциями по 40 и 30 см^3 (дважды). Экстракт и промывки переносят в мерный цилиндр вместимостью 200 – 250 см^3 с пришлифованной пробкой, перемешивают. Далее половину раствора (соответствующую массе анализируемого образца 10 г) переносят в делительную воронку вместимостью 500 см^3 и проводят очистку экстракта по п. 9.1.2.

9.1.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К экстракту, полученному по п. 9.1.1, помещенному в делительную воронку вместимостью 500 см^3, добавляют 0,1 н раствора гидроксида калия, перемешивают и оставляют на 30 мин. Затем в делительную воронку вносят 50 см^3 гексана, интенсивно ее встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения фаз верхний органический слой отделяют и отбрасывают. Операцию промывки щелочного раствора повторяют еще дважды, используя по 30 см^3 гексана.

Далее раствор в делительной воронке подкисляют с помощью 6 н раствора серной кислоты до pH 3 (контролируя его значение по универсальной индикаторной бумаге). Вносят в воронку 50 см^3 хлористого метилена, интенсивно встряхивают делительную воронку в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний органический слой отделяют, фильтруют через слой безводного сульфата натрия, помещенный на бумажном фильтре в конусной воронке, в круглодонную колбу вместимостью 250 см^3.

Операцию экстракции водной фазы повторяют еще дважды, используя по 40 см^3 хлористого метилена. Объединенную органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, упаривают досуха и подвергают дополнительной очистке на колонке по п. 9.1.3.

9.1.3. Очистка экстракта на колонке с кизельгелем

Остаток, полученный по п. 9.1.2, находящийся в круглодонной колбе, растворяют в 2-х см^3 этилацетата, помещая на ультразвуковую баню на 1 мин, добавляют 8 см^3 гексана, перемешивают, вновь помещают на ультразвуковую баню на 1 мин. Затем раствор наносят на колонку, подготовленную по п. 7.11. Колбу обмывают трижды порциями гексана по 3 см^3, которые также наносят на колонку. Промывают колонку по-

следовательно 30 см^3 гексана, 25 см^3 смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему), 25 см^3 смеси гексан-этилацетат (1:1, по объему) и 30 см^3 этилацетата, элюат отбрасывают.

Квизалофоп-П элюируют с колонки 50 см^3 0.2%-ного уксусной кислоты в этилацетате со скоростью 1-2 капли в сек, собирая элюат в круглодонную колбу. Раствор упаривают досуха при температуре не выше 35^{0}С, остаток в колбе растворяют в 2-х см^3 подвижной фазы и анализируют содержание квизалофопа-П по п. 9.3.

9.2. Масло

9.2.1. Экстракция

Образец масла массой 10 г помещают в коническую колбу вместимостью 200 – 250 см^3, вносят 50 см^3 ацетонитрила и помещают на магнитную мешалку на 15 мин. После полного разделения фаз верхний ацетонитрильный слой осторожно декантируют через бумажный фильтр, помещенный в конусную воронку, в круглодонную колбу вместимостью 150-200 см^3. Экстракцию повторяют еще дважды порциями ацетонитрила по 30 см^3. Объединенный отфильтрованный экстракт, помещенный в круглодонную колбу, упаривают досуха при температуре не выше 35^{0}С, упаривают досуха и подвергают очистке по п. 9.2.2.

9.2.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Объединенный отфильтрованный экстракт переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 50 см^3 гексана, интенсивно встряхивают делительную воронку в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний ацетонитрильный слой отделяют, перенося в коническую колбу. Верхний гексановый слой отбрасывают. Ацетонитрильную фазу вновь переносят в делительную воронку и повторяют операцию промывки еще дважды, используя по 30 см^3 гексана. Ацетонитрильный раствор переносят в круглодонную колбу вместимостью 250 см^3 и подвергают очистке на колонке с кизельгелем по п. 9.1.3.

9.3. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

Колонка стальная, длиной 25 см, внутренним диаметром 4.0 мм, содержащая Кромасил 100 С 18, зернением 8 мкм

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил-вода-орто-фосфорная кислота (550:450:1, по объему)

Скорость потока элюента: 1,0 $см^3$/мин

Рабочая длина волны: 240 нм

Чувствительность: 0,02 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 20 $мм^3$

Ориентировочное время выхода квизалофопа-П: 9,5-9,8 мин.

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор квизалофопа-П с концентрацией 1 мкг/$см^3$, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ (подготовленной по п. 7.7.).

10. Обработка результатов анализа

Содержание квизалофоп-П-тефурила в пробе (X, мг/кг) по основному метаболиту квизалофопу-П рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \times V \times K}{m}, \text{ где}$$

A - концентрация квизалофопа-П, найденная по градуировочному графику, мкг/$см^3$;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, $см^3$;

m - масса анализируемого образца, г;

K- коэффициент пересчета содержания квизалофопа-П на квизалофоп-П-тефурил, равный 1,24 (по соотношению молекулярных масс).

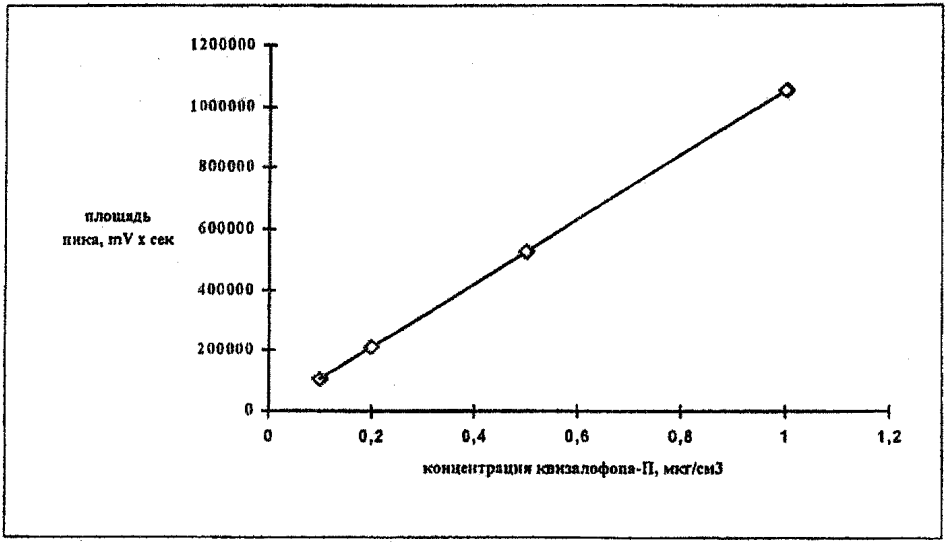
11. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ ИСО 5725–1-6. 2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

12. Разработчики.

Юдина Т.В., Федорова Н.Е., Волкова В.Н.. - Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана (ФНЦГ им. Ф.Ф.Эрисмана)

Рис.1. Градуировочная характеристика, выражающая зависимость площади хроматографического пика от концентрации квизалофопа-П в растворе



$$S = 92 + 1{,}05581 \times 106 \times C \quad (r = 0{,}99924),$$

где S - площадь хроматографического пика, mV x сек;

C - концентрация квизалофопа-П в растворе, мкг/см^3

r - коэффициент корреляции.

Жидкостной хроматограф "Perkin-Elmer" (США) с ультрафиолетовым детектором (рабочая длина волны 240 нм), колонка (25 см x 4,0 мм), содержащая Кромасил 100 С18 (8 мкм), подвижная фаза: ацетонитрил-вода-орто-фосфорная кислота (550:450:1, по объему), чувствительность 0,02 ед. оптической плотности на шкалу, объем вводимой пробы 20 мм^3.

gost.e-ecolog.ru