УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
16 марта 2003 г.
Дата введения – 1 июля 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств этофумезата в корнеплодах и ботве сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии

(дополнение к МУ № 2083—79)
Методические указания
МУК 4.1.1246—03

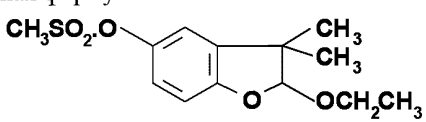
1. Вводная часть

Фирма-производитель: АгрЭво (Германия).

Торговое название: Нортрон.

Действующее вещество: этофумезат, (±)-2-этокси-2,3-дигидро-3,3-диметил-бензофуран-5-ил метансульфонат (IUPAC).

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{13}H_{18}O_5S$.

Молекулярная масса: 286,3.

Бесцветное кристаллическое вещество.

Температура плавления: 71 °С.

Давление паров при 25 °С: 0,065 мПа.

Растворимость: в воде – 0,05 г/л, в ацетоне, бензоле, хлороформе, диоксане – 400 г/л; этаноле – 100 г/л; н-гексане – 4 г/л.

Стабилен в нейтральных водных растворах, в спиртовой щелочи происходит отщепление метансульфокислоты.

Гигиенические нормативы. МДУ в сахарной, кормовой и столовой свекле – 0,1 мг/кг.

gost.e-ecolog.ru

Область применения препарата. Этофумезат – гербицид для борьбы с двудольными сорняками на посевах сахарной, столовой и кормовой свеклы.

2. Метод определения остаточных количеств этофумезата в корнеплодах и ботве сахарной свеклы с применением газожидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на определении этофумезата с помощью газожидкостной хроматографии с использованием пламенно-фотометрического детектора (ПФД) с серным фильтром ($\lambda = 396$ нм) после экстракции препарата из анализируемых объектов органическим растворителем и последующей очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися растворителями.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых для защиты сахарной свеклы от вредителей, болезней и сорняков.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Метрологические параметры метода определения этофумезата в корнеплодах и ботве сахарной свеклы:

Метрологические параметры, $p = 0{,}95$, $n = 6$					
Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, %	Доверительный интервал среднего результата, %
Ботва	0,05	0,05—0,4	89,8	4,1	± 3,8
Корнеплоды	0,05	0,05—0,4	84,5	6,3	± 6,8

2.2. Реактивы, растворы и материалы

Аналитический стандарт этофумезата	
Ацетон, хч	ГОСТ 26-3—79
Дихлорметан, хч	ТУ 6-09-2662—77
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Вода бидистиллированная	ГОСТ 7602—72

Неподвижная фаза для хроматографической колонки: 5 % SE-54 на хроматоне N/AW/HDMS (0,125—0,160)	

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф Цвет-500, снабженный пламенно-фотометрическим детектором (ПФД) с серным фильтром (λ = 396 нм)	
Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 1,0 м и внутренним диаметром 3,0 мм	
Ротационный испаритель типа ИР-1М или аналогичный	ТУ25-11-917—76
Установка ультразвуковая «Серьга» УЗМ 002 или аналогичная	
Весы аналитические	ТУ 64-1-1065
Весы технические ВЛР-200	ГОСТ 19401—74
Воронки делительные емкостью 500 мл	ГОСТ 100054
Колбы плоскодонные емкостью 250 мл	ГОСТ 25336—82Е
Колбы-концентраторы грушевидные НШ-19	ГОСТ 10394
Микрошприц МШ-10А	ТУ 64-1-2850
Фильтры обеззоленные, белая лента, диаметром 12,5 см	ТУ 6-09-1678—95

2.4. Отбор проб

Отбор проб проводят 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).

С каждой делянки варианта опыта отбирают 3—4 растения и отделяют ботву от корнеплода. Корнеплоды моют, обсушивают фильтровальной бумагой и из каждого корнеплода по осевой линии вырезают 1/8 часть, затем эту среднюю пробу измельчают, перемешивают и выделяют аналитические пробы.

Для длительного хранения пробы помещают в морозильную камеру с температурой –18 °С.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и кондиционирование колонки для газожидкостной хроматографии

Готовую насадку (5 % SE-54 на хроматоне N/AW/HDMS) засыпают в стеклянную колонку и уплотняют под вакуумом. Заполненную колонку устанавливают в термостат хроматографа, не подключая к детектору, и кондиционируют в течение 8 ч при температуре 240 °С.

2.5.2. Приготовление стандартных растворов

Взвешивают 100 мг этофумезата, переносят в мерную колбу объемом 100 мл, растворяют навеску в ацетоне и доводят объем до метки ацетоном (стандартный раствор № 1 с концентрацией этофумезата 1,0 мг/мл). Стандартный раствор № 1 можно хранить в холодильнике в течение трех месяцев.

Методом последовательного разбавления из раствора № 1 готовят стандартные растворы этофумезата в гексане с концентрациями: 4,0; 2,0; 1,0; 0,5 мкг/мл (рабочие растворы) для построения калибровочного графика.

2.5.3. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 2 мкл рабочих растворов этофумезата в гексане с концентрацией 0,5; 1,0; 2,0 и 4,0 мкг/мл.

Осуществляют не менее трех параллельных измерений и находят среднее значение высоты (площади) хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты (площади) хроматографического пика в мм (мм^2) от концентрации этофумезата в мкг/мл.

2.6. Определение этофумезата в корнеплодах и ботве сахарной свеклы

2.6.1. Экстракция

10 г измельченной массы корнеплодов или ботвы помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, добавляют 50 мл ацетона. Колбу с анализируемой массой помещают в ультразвуковую баню на 5 мин. Содержимое колбы фильтруют через складчатый бумажный фильтр белая лента в делительную воронку емкостью 500 мл. Процедуру экстрагирования и фильтрования повторяют.

2.6.2. Очистка экстракта

В делительную воронку к объединенному фильтрату добавляют 250 мл дистиллированной воды и 20 мл насыщенного раствора хлори-

стого натрия. Содержимое воронки перемешивают и добавляют 30 мл дихлорметана. Делительную воронку интенсивно встряхивают в течение 2 мин и после полного разделения слоев нижнюю дихлорметановую фракцию собирают в колбу-концентратор, пропуская через слой безводного сульфата натрия толщиной ~1,5 см. Экстракцию повторяют еще один раз. Дихлорметан объединенного экстракта упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре 40—50 °С. Сухой остаток в колбе-концентраторе растворяют в 1,0 мл ацетона и хроматографируют.

2.7. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф: «Цвет-560» или другой с ПФД-сера
Колонка: насадочная с неподвижной фазой 5 % SE-54
Длина, внутренний диаметр колонки: 1,0 м × 3,0 мм
Рабочая шкала электрометра: 8×10^9
Скорость движения ленты самописца: 0,25 см/мин
Скорость потока газа-носителя (азота): 40 $см^3$/мин
Скорость потока воздуха: 150 $см^3$/мин
Скорость потока водорода: 60 $см^3$/мин
Режим хроматографирования: изотермический
Температура колонки: 210 °С
Температура испарителя: 250 °С
Температура детектора: 250 °С
Объем вводимой пробы: 2,0 мкл
Время удерживания этофумезата: 3,0 ± 0,1 мин
Линейный диапазон детектирования: 0,25—8,0 нг

2.8. Обработка результатов анализа

Содержание этофумезата рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \cdot A \cdot V}{H_0 \cdot m}$$, где

X – содержание этофумезата в пробе, мг/кг;
H_1 – высота (площадь) пика образца, мм ($мм^2$);
H_0 – высота (площадь) пика стандарта, мм ($мм^2$);
A – концентрация стандартного раствора этофумезата, мкг/мл;
V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;
m – масса анализируемой части пробы, г.

3. Требования техники безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые требования безопасности при работе в химических лабораториях с органическими растворителями, электронагревательными приборами, УФ-светом, сжатыми газами, а также выполнять требования, изложенные в документации прилагаемой к приборам.

4. Контроль погрешности измерений

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

5. Разработчики

М. Я. Николаев, Л. В. Григорьева, П. А. Тарарин (ВИЗР).

gost.e-ecolog.ru