Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник
МУК 4.1.2845—11, 4.1.2851—4.1.2858—11

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—164 с.

1. Разработаны Российским государственным аграрным университетом – МСХА им. К. А. Тимирязева, Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов» Минсельхоза России.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 28.12.2010 № 3).

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 31.03.2011.

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Редактор Е. В. Николаева
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 15.07.11

Формат 60x88/16 Печ. л. 10,25

Тираж 200 экз. Заказ 94

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2011
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

Содержание

Определение остаточных количеств Азоксистробина (ICIA 5504) и его геометрического изомера (R 230310) в клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2845—11 4
Определение остаточных количеств Индоксакарба в луке-перо, луке-репке, плодах томата, томатном соке, семенах и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2851—11 21
Определение остаточных количеств Квинмерака в воде, почве, семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2852—11 ... 43
Определение остаточных количеств Мезотриона в кукурузном масле методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2853—11 65
Определение остаточных количеств Проквиназида в зерне и соломе зерновых культур методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2854—11 82
Определение остаточных количеств Пропиконазола в ягодах земляники и ягодных кустарников методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2855—11 97
Определение остаточных количеств Просульфокарба в воде, почве и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2856—11 111
Определение остаточных количеств Тербутилазина в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2857—11 128
Определение остаточных количеств Топрамезона в воде, почве, зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2858—11 143

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
31 марта 2011 г.
Дата введения: с момента утверждения.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств Топрамезона в воде, почве, зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.2858—11

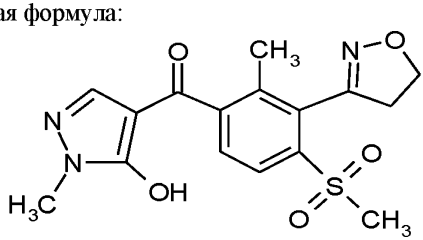
Общие положения и область применения

Свидетельство об аттестации методики от 01.12.2010 № 0059.29.11.10.

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации Топрамезона в воде в диапазоне 0,005—0,05 мг/дм^3 и в почве в диапазоне 0,01—0,10 мг/кг, а также уровня его остаточных количеств в зеленой массе кукурузы в диапазоне 0,05—0,50 мг/кг, в зерне и масле кукурузы в диапазоне 0,01—0,10 мг/кг.

Название действующего вещества по ИЮПАК: [3-(4,5-дигидро-1,2-оксазол-3-ил) -4-мезил-о-толил] (5-гидрокси-1-метилпиразол-4-ил)метанон.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{16}H_{17}N_3O_5S$.

Молекулярная масса: 363,29.

Агрегатное состояние: порошок.

Цвет, запах: химически чистый Топрамезон представляет собой белый кристаллический порошок.

Давление паров: $1{,}00 \times 10^{-7}$ мРа (при 25 °С).

Температура плавления: 221,6 °С.

Коэффициент распределения октанол-вода (pH 7, 20 °С): 1,52.

Константа диссоциации (pKa) (при 25 °С): 4,06 (слабая кислота).

Растворимость в воде (при 20 °С): 100 г/дм^3.

Растворимость в органических растворителях (г/дм^3, при 20 °С): ацетон – 10, гексан – 10, толуол – 10, этилацетат – 10.

Топрамезон стабилен в водных растворах (период полураспада при pH 5,0—9,0, при 20 °С составляет 30 дней).

Период полураспада в воде при фотолизе составляет 72 дня (в природной воде), в буферном растворе при pH в диапазоне 5—9 стабилен.

Топрамезон долго сохраняется в почве с периодом полураспада в лаборатории 186 дней, в поле – 45 дней. Может повреждать последующие культуры севооборота (соя).

Краткая токсикологическая характеристика: Топрамезон относится к веществам малоопасным по острой пероральной ($ЛД_{50}$ для крыс 2 000 мг/кг) и дермальной ($ЛД_{50}$ для крыс 2 000 мг/кг) токсичности, но к умеренно опасным веществам по ингаляционной токсичности ($ЛК_{50}$ для крыс (4 ч) 5 400 мг/м^3). Раздражает глаза и кожные покровы. Имеются подозрения относительно канцерогенности.

Область применения: Топрамезон – системный селективный гербицид листового действия из группы ингибиторов синтеза каратиноидов, эффективно подавляет рост и развитие двудольных однолетних и некоторых злаковых сорняков в посевах кукурузы.

В России предлагается в качестве смесевого гербицида в посевах кукурузы с нормой расхода 240 г д.в./га.

МДУ Топрамезона (в импортируемой продукции): зерно и масло кукурузы – 0,01 мг/кг.

1. Метрологическая характеристика метода

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не превышает значений, приведенных в табл. 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительные интервалы среднего результата для полного диапазона концентраций (n = 20) приведены в табл. 2.

Таблица 1

Метрологические параметры для Топрамезона

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), ± δ, %, P = 0,95	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r, %	Предел повторяемости, r, %	Предел воспроизводимости, R, %
Вода	0,005—0,01 вкл	100	1,35	3,75	4,47
	0,01—0,05 вкл	50	1,48	4,12	4,90
Почва	0,01—0,1 вкл	50	0,81	2,24	2,67
Зеленая масса кукурузы	0,05—0,1 вкл	50	1,78	4,94	5,88
	0,1—0,5 вкл	25	1,63	4,53	5,39
Зерно кукурузы	0,01—0,1 вкл	50	1,90	5,29	6,30
Масло кукурузы	0,01—0,1 вкл	50	1,82	5,07	6,03

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для Топрамезона

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95, n = 20				
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Полнота извлечения вещества, %	Стандартное отклонение, S, %	Доверительный интервал среднего результата, ±, %
Вода	0,005	0,005—0,05	84,06	3,98	1,56
Почва	0,01	0,01—0,10	81,53	4,21	1,61
Зеленая масса кукурузы	0,05	0,05—0,50	77,08	3,25	1,17
Зерно кукурузы	0,01	0,01—0,10	78,81	5,86	2,16
Масло кукурузы	0,01	0,01—0,10	88,04	4,65	1,91

2. Метод измерений

Метод основан на определении Топрамезона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового детектора после его экстракции из образцов органическим растворителем, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами, на концентрирующих патронах Диапак Амин, Диапак П и Диапак Диол.

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

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Специфичность обеспечивается подбором состава подвижной фазы и выбором колонок различной полярности.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Весы аналитические «OHAUS», EP 114 с наибольшим пределом взвешивания до 110 г и дискретностью 0,0001 г, класс точности по ГОСТ 24104—2001 – специальный (I)	
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 600 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г «ACCULAB» V600, соответствуют классу точности по ГОСТ 24104—2001 – средний (III)	
Колбы мерные на 10, 25, 50, 100, 500 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Микрошприц для жидкостной хроматографии «Hamilton, 1700», объем 100 $мм^3$, фирма «SUPELCO», кат. № 26281	
Пипетки мерные на 1,0; 2,0; 5,0 $см^3$	ГОСТ 29227—91
pH-метр/милливольтметр pH-150 0…14 pH; ± 1 999 мВ, номер госрегистрации 10663	
Хроматограф жидкостной Waters 510 с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны и чувствительностью не ниже 0,005 единиц адсорбции на шкалу, номер госрегистрации 15311-02	
Цилиндры мерные на 10, 25 и 50 $см^3$	ГОСТ 1770—74

Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы и материалы

Топрамезон, CAS 210631-68-8, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 99,8 %, Фирма «Dr. Ehreustorfer GmbH», аккредитованная по ИСО-9001-2000	
Аммоний уксусно-кислый (аммония ацетат) безводный (98 %, CAS 631-61-8), фирма «Acros Organics»	
Ацетон, осч	ТУ 6-09-3513—86
Ацетонитрил, осч, УФ-200 нм,	ТУ 6-09-2167—84
Вода дистиллированная и (или) бидистиллированная (вода дистиллированная, перегнанная повторно в стеклянной емкости)	ГОСТ 6709—72
Гелий очищенный, марки «А»	ТУ 51-940—80
n-Гексан, хч	ТУ 6-09-3818—89
Калий марганцово-кислый, ч.д.а.	ГОСТ 20490—75
Кальций хлористый, ч	ТУ 6-09-4711—81
Концентрирующие патроны Диапак Амин, Диапак Диол и Диапак П (0,6 г) фирма «БиоХимМак СТ»	ТУ 4215-002-05451931—94
Кислота муравьиная, ч.д.а.	ГОСТ 5848—73
Кислота соляная, хч	ГОСТ 857—95
Кислота уксусная, ледяная, хч	ГОСТ 61—75
Метилен хлористый, хч	ТУ 6-09-2662—77
Натрий фосфорно-кислый однозамещенный, 2-водный, ч.д.а.	ГОСТ 245—76
Натрий фосфорно-кислый двузамещенный, 12-водный, хч	ГОСТ 4172—76
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Натрия гидроокись, хч	ГОСТ 4328—77
Спирт метиловый (метанол), хч	ГОСТ 6995—77
Хлороформ, хч	ГОСТ 20015—88
Этилацетат, ч.д.а.	ГОСТ 22300—76

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Алонж прямой с отводом для вакуума (АО-14/23) для работы с концентрирующими патронами Диапак Амин и Диапак С16	ГОСТ 25336—82
Аппарат для встряхивания проб «SKLO UNION TYP LT1»	
Банки с крышками для экстракции на 250 $см^3$, полипропилен, кат. №3120-0250, фирма «NALGENE»	
Ванна ультразвуковая «UNITRA» UNIMA OL-SZTYN UM-4	
Вата медицинская гигроскопическая хлопковая нестерильная	ГОСТ 5556—81
Воронки делительные на 250 и 500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Воронки лабораторные, стеклянные	ГОСТ 25336—82
Испаритель ротационный Rota vapor R110 Buchi с водяной баней B-480, фирма «Buchi»	
Колбы конические плоскодонные на 100, 250 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, с внутренним диаметром 4,6 мм, Symmetry Shield RP18, зернение 5 мкм, фирма «Waters»	
Насос диафрагменный FT.19, фирма «KNF Neu Laboport»	
Предколонка хроматографическая стальная Simmetry C18, 20 мм × 3,9 мм, зернение 5 мкм, фирма «Waters»	
Сито лабораторное с полотном из латуни или нержавеющей стали с размером ячеек 1 мм	ГОСТ 3826—82 и ГОСТ 6613—86
Стаканы стеклянные, термостойкие, объемом 100—500 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Установка для перегонки растворителей с круглодонной колбой объемом 4 000 $см^3$ и приемной конической колбой объемом 1 000 $см^3$.	
Фильтры бумажные, «красная лента»	ТУ-6-09-1678—86
Фильтры для очистки растворителей, диаметром 20 мм с отверстиями пор 20 мкм, фирма «Waters»	

Центрифуга MPW-350e с числом оборотов 4 000 об./мин и с набором полипропиленовых банок емкостью 200 $см^3$	
Шприц инъекционный однократного применения объемом 10 $см^3$	ГОСТ 24861—91 (ИСО 7886—84)

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 жидкостный 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 и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой проведения анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы контроля при проведении процедуры контроля погрешности анализа.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С, относительной влажности не более 80 % и нормальном атмосферном давлении;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению определений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, подготовка колонок с окисью алюминия, концентрирующих патронов Диапак Амин и Диапак С16 для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонках с окисью алюминия и на концентрирующих патронах Диапак Амин и Диапак С16, установление градуировочной характеристики.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил, содержащий воду, предварительно осушают, добавляя в него гранулированный безводный хлористый кальций из расчета не менее 100 г/дм^3. Выдерживают его над осушителем в течение 5—6 ч. Затем ацетонитрил сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 аппарата для перегонки растворителей.

Ацетонитрил перегоняют при температуре 81,5 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 81,5 °С, отбрасывают.

7.1.2. Очистка ацетона

Ацетон помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 от аппарата для перегонки растворителей, добавляют к нему марганцово-кислый калий из расчета 1 г/дм^3.

Ацетон перегоняют при температуре 56,2 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 56,2 °С, отбрасывают.

7.1.3. Приготовление бидистиллированной воды

Дистиллированную воду помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см^3 от аппарата для перегонки растворителей, добавляют к ней марганцово-кислый калий из расчета 1 г/дм^3 и кипятят в течение 6 ч.

Собирают фракции, отогнанные при температуре 100,0 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 100,0 °С, отбрасывают.

7.2. Приготовление растворов для проведения анализа

7.2.1. Приготовление рабочих растворов

7.2.1.1. Приготовление 1 %-го раствора ацетата аммония.

10 г безводного сульфата натрия переносят в мерную колбу на 1 000 $см^3$, добавляют 200—300 $см^3$ очищенной воды, перемешивают до полного растворения и доводят водой объем в колбе до метки.

7.2.1.2. Раствор однозамещенного фосфата натрия (Раствор А).

3,12 г однозамещенного фосфата натрия ($NaH_2PO_4 \times 2H_2O$) помещают в мерную колбу объемом 100 $см^3$, добавляют в 50—60 $см^3$ очищенной воды, перемешивают до полного растворения и доводят водой объем в колбе до метки.

7.2.1.3. Раствор двузамещенного фосфата натрия (Раствор В).

35,6 г двузамещенного фосфата натрия ($Na_2HPO_4 \times 12H_2O$) помещают в мерную колбу объемом 1 000 $см^3$, добавляют 300—500 $см^3$ очищенной воды, перемешивают до полного растворения и доводят водой объем в колбе до метки.

7.2.1.4. Приготовление фосфатного буфера (Раствор С).

В плоскодонной колбе на 1 000 $см^3$ смешивают 26,5 $см^3$ раствора А, 473,5 $см^3$ раствора В и 500 $см^3$ дистиллированной воды.

7.2.1.5. Приготовление 1 М раствора гидроокиси натрия.

20 г гидроксида натрия переносят в мерную колбу на 500 $см^3$, добавляют 200—300 $см^3$ дистиллированной воды. Затем раствор перемешивают и после охлаждения доводят водой объем в колбе до метки (при приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой).

7.2.2. Приготовление подвижной фазы для ВЭЖХ

Для приготовления подвижной фазы используют свежеперегнанные ацетонитрил и 1 %-й раствор ацетата аммония.

В плоскодонную колбу объемом 1 000 $см^3$ помещают 800 $см^3$ 1 %-го водного раствора ацетата аммония и 100 $см^3$ ацетонитрила. Смесь тщательно перемешивают, пропускают через нее газообразный гелий со скоростью 20 $см^3$/мин в течение 5 мин, после чего помещают в ультразвуковую ванну для удаления растворенных газов на 1 мин.

7.2.3. Приготовление градуировочных растворов

7.2.2.1. Стандартный раствор № 1 с концентрацией Топрамезона 1,0 мг/$см^3$.

Взвешивают 50 мг Топрамезона в мерной колбе объемом 50 $см^3$. Навеску растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом. Полученный стандартный раствор № 1 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 1 хранится в холодильнике в течение 6 месяцев.

7.2.2.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией Топрамезона 10,0 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 1 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 100 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1. Стандартный раствор № 2 используется для внесения в контрольные образцы и для приготовления стандартных растворов для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 2 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.3. Стандартный раствор № 3 с концентрацией Топрамезона 1,0 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1. Стандартный раствор № 3 используется для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 3 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.4. Стандартный раствор № 4 с концентрацией Топрамезона 0,5 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 5 см^3, помещают в мерную колбу объемом 10 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1. Стандартный раствор № 4 используется для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 4 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.5. Стандартный раствор № 5 с концентрацией Топрамезона 0,2 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 50 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1. Стандартный раствор № 5 используется для установления градуировочной характеристики и для внесения в контрольные образцы. Стандартный раствор № 5 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.6. Стандартный раствор № 6 с концентрацией Топрамезона 0,1 мкг/см^3.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см^3, помещают в мерную колбу объемом 100 см^3 и доводят объем до метки смесью ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1. Стандартный раствор № 6 используется для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 6 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.7. Стандартные растворы с концентрацией Топрамезона 5,0; 2,5; 2,0; 1,0; 0,4 и 0,2 мкг/см^3 для внесения в контрольные образцы.

Методом последовательного разведения ацетонитрилом готовят растворы, содержащие по 5,0; 2,5; 2,0; 1,0; 0,4 и 0,2 мкг/см^3, и используют эти растворы с целью внесения в контрольные образцы. Стандартные растворы для внесения в контрольные образцы хранится в холодильнике не более 30 суток.

Для внесения в контрольные образцы масла готовят растворы Топрамезона, содержащие по 2,0; 1,0; 0,4 и 0,2 мкг/см^3, в ацетоне.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации Топрамезона в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки с концентрацией 1,0, 0,5, 0,2 и 0,1 мкг/см^3.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.6. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений.

7.4. Подготовка концентрирующих патронов Диапак Амин для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения Топрамезона на них

7.4.1. Подготовка концентрирующих патронов Диапак Амин для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 см^3/мин (1—2 кап./с).

Патрон Диапак Амин устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 см^3 (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 5 см^3 ацетонитрила, а затем 5 см^3 очищенной воды. Элюат отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

7.4.2. Проверка хроматографического поведения Топрамезона на патроне Диапак Амин

В концентратор объемом 100 см^3 помещают 50 см^3 раствора С (п. 7.2.1.4), прибавляют туда 1 см^3 стандартного раствора Топрамезона в ацетонитриле с концентрацией 1,0 мкг/см^3. Доводят pH раствора до значения 1,4 при помощи 6 М раствора соляной кислоты и порционно наносят на подготовленный концентрирующий патрон Диапак Амин. Весь элюат собирают в чистый концентратор объемом 100 см^3 и упари-

вают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 и 20 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

Определяют фракции, содержащие Топрамезон, полноту смывания с патрона и необходимый объём элюента.

Изучение поведения Топрамезона на концентрирующих патронах Диапак Амин проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии концентрирующих патронов.

7.5. Подготовка концентрирующих патронов Диапак П для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения Топрамезона на них

7.5.1. Подготовка концентрирующих патронов Диапак П для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 $см^3$/мин (1—2 кап./с).

Патрон Диапак П устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 $см^3$ (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 5 $см^3$ ацетонитрила, а затем 5 $см^3$ очищенной воды. Элюат отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

7.5.2. Проверка хроматографического поведения Топрамезона на патроне Диапак П

В концентратор объемом 100 $см^3$ помещают 1 $см^3$ стандартного раствора Топрамезона в ацетонитриле с концентрацией 1,0 мкг/$см^3$ и упаривают досуха. Сухой остаток в концентраторе растворяют в 20 $см^3$ очищенной воды и доводят pH раствора до значения 1,4 при помощи 6 М раствора соляной кислоты, наносят на патрон, элюат собирают в чистый концентратор объемом 100 $см^3$ и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Исходный концентратор обмывают сначала 5 $см^3$ 0,1 %-го водного раствора муравьиной кислоты, а затем пятью порциями по 10 $см^3$ каждая 0,1 %-го раствора муравьиной кислоты в ацетонитриле. Полученные растворы последовательно вносят на патрон. Элюат после прохождения каждой порции элюентов собирают в отдельные концентраторы объемом по 100 $см^3$, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе

при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 и 20 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

Определяют фракции, содержащие Топрамезон, полноту смывания с патрона и необходимый объём элюента.

Изучение поведения Топрамезона на концентрирующих патронах Диапак П проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии концентрирующих патронов.

7.6. Подготовка концентрирующих патронов Диапак Диол для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения Топрамезона на них

7.6.1. Подготовка концентрирующих патронов Диапак Диол для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 $см^3$/мин (1—2 кап./с).

Патрон Диапак Диол устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 $см^3$ (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 5 $см^3$ метилового спирта, а затем 5 $см^3$ смеси ацетона с гексаном в соотношении 1 : 1. Элюаты отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

7.6.2. Проверка хроматографического поведения Топрамезона на патроне Диапак Диол

В концентратор объемом 100 $см^3$ помещают 1 $см^3$ стандартного раствора Топрамезона в ацетонитриле с концентрацией 1,0 мкг/$см^3$ и упаривают досуха. Сухой остаток в концентраторе растворяют в 2 $см^3$ ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 2 $см^3$ гексана и полученный раствор наносят на предварительно кондиционированный патрон Диапак Диол. Элюат собирают в чистый концентратор объемом 100 $см^3$ и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Исходный концентратор обмывают сначала 10 $см^3$ смеси ацетона с гексаном в соотношении 1 : 1, затем 10 $см^3$ смеси ацетона с гексаном в соотношении 3 : 7, затем тремя порциями по 10 $см^3$ каждая 0,1 %-го раствора уксусной кислоты в метаноле, полученные растворы последовательно вносят на патрон. Элюат после прохождения каждой порции

элюентов собирают в отдельные концентраторы объемом по 100 $см^3$, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 2 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 и 20 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

Определяют фракции, содержащие Топрамезон, полноту смывания с патрона и необходимый объём элюента.

Изучение поведения Топрамезона на концентрирующих патронах Диапак П проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии концентрирующих патронов.

7.7. Подготовка и кондиционирование колонки для жидкостной хроматографии

Хроматографическую колонку Symmetry Shield RP18 с предколонкой Simmetry C18 устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре 30 °С и скорости потока подвижной фазы 1 $см^3$/мин 3—4 ч.

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» от 21.08.1979 № 2051-79, а также в соответствии ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 17.4.3.01—83 «Почвы. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 28168—89 «Почвы. Отбор проб», ГОСТ 13586.3—83 «Зерно. Правила приемки и методы отбора проб», ГОСТ Р 50436—92 (ИСО 950-79) «Зерновые. Отбор проб зерна», ГОСТ 27262—87 «Корма растительного происхождения. Методы отбора проб», ГОСТ 8808—2000 «Масло кукурузное, ТУ», ГОСТ 5471—83 «Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб».

Пробы воды хранят в стеклянной герметично закрытой таре в холодильнике при температуре 4 °С; пробы почвы – в полиэтиленовой таре в морозильнике при температуре –18 °С.

Для длительного хранения пробы почвы подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в темной таре в течение года. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Пробы зеленой массы кукурузы хранят в холодильнике в полиэтиленовых пакетах при температуре 0—4 °С в течение суток. Для дли-

тельного хранения пробы замораживают и хранятся в морозильной камере при температуре – 18 °С.

Отобранные пробы зерна подсушивают до стандартной влажности и хранят в бумажных или тканевых мешочках в сухом, хорошо проветриваемом шкафу, недоступном для грызунов.

Пробы кукурузного масла хранят в стеклянной герметично закрытой таре в холодильнике при температуре 4 °С; пробы почвы – в полиэтиленовой таре в морозильнике при температуре –18 °С.

9. Подготовка проб и выполнение измерений

9.1. Вода

9.1.1. Экстракция

Пробу воды объемом 100 $см^3$ помещают в коническую колбу объемом 250 $см^3$, прибавляют туда 1 $см^3$ 1 М водного раствора соляной кислоты до значения pH 1,4 и перемешивают.

9.1.2. Очистка пробы воды на концентрирующих патронах Диапак П

Раствор, полученный по п. 9.1.1, наносят на заранее подготовленный патрон Диапак П, элюат отбрасывают. Исходный концентратор обмывают 5 $см^3$ 0,1 %-го водного раствора муравьиной кислоты и также наносят на патрон, элюат отбрасывают.

Топрамезон элюируют 40 $см^3$ 0,1 %-го раствора муравьиной кислоты в ацетонитриле, элюат собирают в концентратор объемом 100 $см^3$ и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток после упаривания растворяют в 5 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 и 20 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.2. Почва

9.2.1. Экстракция

Пробу почвы весом 20 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции и центрифугирования объемом 200 $см^3$, прибавляют туда 50 $см^3$ смеси метанола с фосфатным буфером (раствор С, п. 7.2.1.4) в соотношении 1 : 1. Пробу помещают в на 5 мин ультразвуковую ванну, а затем на 30 мин на аппарат для встряхивания проб. Затем пробу центрифугируют в течение 5 мин при скорости 4 000 об./мин. Супернатант фильтруют через фильтр «красная лента» в концентратор объемом 250 $см^3$. Экстракцию повторяют еще один раз, используя 50 $см^3$ смеси

метанола с фосфатным буфером в соотношении 1 : 1 и помещая пробу сначала на 5 мин в ультразвуковую ванну, а затем на 30 мин на аппарат для встряхивания. Экстракты объединяют в концентраторе объемом 250 $см^3$ и упаривают до водного остатка (~ 50 $см^3$) на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

9.2.2. Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак Амин

Водный остаток из концентратора, полученный по п. 9.2.1, переносят в мерный цилиндр объемом 100 $см^3$ и доводят объем раствора до метки 50 $см^3$ очищенной водой. Доводят pH раствора до значения 1,4 при помощи 6 М раствора соляной кислоты и наносят на подготовленный патрон Диапак Амин. Элюат собирают в концентратор объемом 100 $см^3$ и подвергают дальнейшей очистке на концентрирующих патронах Диапак П, как указано в п. 9.1.2.

9.2.3. Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак Диол

Сухой остаток в концентраторе, полученный после очистки экстракта на патронах Диапак П, растворяют в 2 $см^3$ ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, добавляют 2 $см^3$ гексана и наносят на подготовленный патрон Диапак Диол, элюат отбрасывают. Исходный концентратор обмывают сначала 10 $см^3$ смеси ацетона с гексаном в соотношении 1 : 1, а затем 10 $см^3$ смеси ацетона с гексаном в соотношении 3 : 7, элюаты также отбрасывают.

Топрамезон элюируют 20 $см^3$ 1 %-го раствора уксусной кислоты в метаноле, элюат собирают в концентратор объемом 100 $см^3$ и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток после упаривания растворяют в 2 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 и 20 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.3. Зерно кукурузы

9.3.1. Экстракция

Образец измельченного зерна кукурузы массой 20 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции и центрифугирования объемом 200 $см^3$, прибавляют 50 $см^3$ этилацетата и помещают на 5 мин в ультразвуковую ванну, затем на 30 мин на аппарат для встряхивания проб. Затем пробу центрифугируют в течение 5 мин при скорости 4 000 об./мин. Экстракт фильтруют в концентратор объемом 250 $см^3$ через фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 $см^3$ этилацетата и помещая на 5 мин в ультразвуковую ванну, а затем

на 30 мин на аппарат для встряхивания проб. Пробы центрифугируют, фильтруют, экстракты объединяют в концентраторе объемом 250 $см^3$ и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта на концентрирующих патронах Диапак Диол, как указано в п. 9.2.3.

Сухой остаток после очистки растворяют в 2 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 и 20 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.4. Масло кукурузы

9.4.1. Экстракция

Из пробы кукурузного масла отбирают в стакан навеску массой 20 г и переносят ее в делительную воронку объемом 250 $см^3$ тремя порциями гексана объемом по 50 $см^3$. Прибавляют 25 $см^3$ фосфатного буфера (раствор С, п. 7.2.1.4), который предварительно подщелачивают до pH 9 с помощью 1 М раствора гидроокиси натрия. Воронку осторожно встряхивают 2 мин. После разделения фаз в делительной воронке нижний водный слой помещают в плоскодонную колбу объемом 100 $см^3$. Экстракцию повторяют еще два раза, используя каждый раз по 25 $см^3$ фосфатного буфера с pH 9. Далее гексан отбрасывают, а водный экстракт объединяют в плоскодонной колбе объемом 100 $см^3$. Затем экстракт отфильтровывают через фильтр «красная лента» в делительную воронку и отделяют остатки гексана. Водный экстракт собирают в стакан объемом 100 $см^3$.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.3 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак Диол» и по п. 9.1.2 «Очистка пробы воды на концентрирующих патронах Диапак П».

Сухой остаток после очистки растворяют в 2 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 и 20 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.5. Зеленая масса кукурузы

9.5.1. Экстракция

Образец измельченной зеленой массы кукурузы массой 5 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 $см^3$, прибавляют туда 50 $см^3$ смеси метанола с фосфатным буфером (раствор С, п. 7.2.1.4) в соотношении 1 : 1 и помещают на 30 мин на аппарат для встряхивания проб. Экстракт фильтруют в концентратор объемом 250 $см^3$ через фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 $см^3$ смеси метанола с фосфатным буфером и помещая на 30 мин на аппарат для встряхивания проб. Экстракты объединяют в концентраторе объемом 250 $см^3$ и выпаривают на ротационном

вакуумном испарителе до водного остатка при температуре не выше 35 °С.

9.5.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Полученный в п. 9.5.1 водный остаток подкисляют 6 Н соляной кислотой до pH 1 и переносят в делительную воронку объемом 250 $см^3$. Топрамезон экстрагируют четырьмя порциями хлороформа объемом по 40 $см^3$, каждый раз встряхивая делительную воронку по 2 мин. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний слой собирают в концентратор объемом 250 $см^3$ через слой безводного сульфата натрия и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка при температуре не выше 35 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.3 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак Диол» и по п. 9.2.2 «Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак Амин».

Сухой остаток после очистки растворяют в 2 $см^3$ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 и 20 $мм^3$ пробы вводят в хроматограф.

9.6. Условия хроматографирования

Хроматограф жидкостной Waters 510 с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны и чувствительностью не ниже 0,005 единиц адсорбции на шкалу, номер госрегистрации 15311-02 или другой с аналогичными характеристиками.

Колонка стальная Symmetry Shield RP18, 250 мм × 4,6 мм, зернение 5 мкм, фирма «Waters».

Предколонка стальная Symmetry C18, 20 мм × 3,9 мм, зернение 5 мкм, фирма «Waters».

Температура колонки: 25 °С.

Температура колонки: 30 °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил–1 %-й водный раствор ацетата аммония в соотношении 10 : 80.

Длина волны: 254 нм.

Время удерживания Топрамезона: 11,9 ± 2 % мин.

Чувствительность не менее 0,005 AUFS (единиц абсорбции на шкалу).

Объем вводимой пробы: 20 $мм^3$.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в пределах 2—20 нг.

10. Обработка результатов

Для обработки результатов хроматографического анализа используется программное обеспечение химического анализа Millenium 3.05.01.

Альтернативная обработка результатов.

Содержание Топрамезона рассчитывают по формуле:

$$\tilde{O} = \frac{S_{\ddot{i}\grave{o}} \cdot A \cdot V}{100 \cdot S_{\tilde{n}\grave{o}} \cdot m} \cdot P \text{, где}$$

X – содержание Топрамезона в пробе, мг/кг;

$S_{ст}$ – высота (площадь) пика стандарта, мм;

$S_{пр}$ – высота (площадь) пика образца, мм;

A – концентрация стандартного раствора, мкг/см^3;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см^3;

m – масса анализируемого образца, г (см^3);

P – содержание Топрамезона в аналитическом стандарте, %.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (1):

$$\frac{2 \cdot \left|\tilde{O}_1 - \tilde{O}_2\right| \cdot 100}{(\tilde{O}_1 + \tilde{O}_2)} \le r \text{, где} \qquad (1)$$

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг;

r – значение предела повторяемости (табл. 1), при этом $r = 2{,}8 \times \sigma_r$.

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$(\bar{O} \pm \Delta)$ мг/кг при вероятности $P = 0{,}95$, где

$\bar{O}$ – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta \cdot \bar{O}/100 \text{, где}$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

В случае если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

«*содержание вещества в пробе менее 0,01 мг/кг*»*,

* – *0,01 мг/кг – предел обнаружения*.

13. Контроль качества результатов измерений

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

13.1. Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

13.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию:

$$C_д = \Delta_{л,\bar{О}} + \Delta_{л,\bar{О}'}, \text{ где}$$

$\pm\Delta_{л,\bar{О}}$ ($\pm\Delta_{л,\bar{О}'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/кг, при этом:

$$\Delta_л = \pm\ 0{,}84\ \Delta, \text{ где}$$

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta \cdot \bar{О}/100, \text{ где}$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Результат контроля процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = \bar{О}' - \bar{О} - C_д, \text{ где}$$

$\bar{О}'$, $\bar{О}$, $C_д$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11), содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце и концентрация добавки соответственно, мг/кг.

Норматив контроля $К$ рассчитывают по формуле:

$$\hat{Е} = \sqrt{\Delta^2_{л,\bar{О}'} + \Delta^2_{л,\bar{О}}}$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ($K_к$) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_к| \le K, \qquad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R):

$$\frac{2 \cdot |\tilde{O}_1 - \tilde{O}_2| \cdot 100}{(\tilde{O}_1 + \tilde{O}_2)} \le R \text{, где} \qquad (3)$$

X_1, X_2 – результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/кг;

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

14. Разработчики

Калинин В. А., профессор, канд. с-х. наук, Довгилевич А. В., ст. н. сотр., канд. хим. наук, Довгилевич Е. В., ст. н. сотр., канд. биол. наук, Устименко Н. В., ст. н. сотр., канд. биол. наук, Калинин А. В., мл. н. сотр.

Российский государственный аграрный университет – МСХА им. К. А. Тимирязева.

Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов». 127550, Москва, Тимирязевская ул., д. 53/1. Телефон: (495) 976-37-68, факс: (495) 976-43-26.

Приложение 1

Полнота извлечения Топрамезона из воды, почвы, зеленой массы, зерна и масла кукурузы (5 повторностей для каждой концентрации, $P = 0,95$)

Среда	Внесено Топрамезона, мг/кг	Обнаружено Топрамезона, мг/кг	Полнота извлечения, %
Вода	0,005	0,0041 ± 0,0001	81,2
	0,010	0,0087 ± 0,0001	87,2
	0,020	0,0174 ± 0,0002	87,2
	0,050	0,0403 ± 0,0007	80,6
Почва	0,01	0,0083 ± 0,0001	83,4
	0,02	0,0152 ± 0,0002	76,0
	0,05	0,0411 ± 0,0004	82,1
	0,10	0,0846 ± 0,0004	84,6
Зерно кукурузы	0,01	0,0075 ± 0,0001	75,2
	0,02	0,0166 ± 0,001	83,1
	0,05	0,0416 ± 0,0003	83,3
	0,10	0,0736 ± 0,0017	73,6
Масло кукурузы	0,01	0,0086 ± 0,0002	86,4
	0,02	0,0182 ± 0,0004	91,
	0,05	0,0414 ± 0,0004	82,8
	0,10	0,0920 ± 0,0014	92,0
Зеленая масса кукурузы	0,05	0,0399±0,0007	79,8
	0,10	0,0788±0,0017	78,8
	0,20	0,1498±0,0030	74,9
	0,50	0,3744±0,0048	74,9

gost.e-ecolog.ru