Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2062—4.1.2074—06

Издание официальное

Москва, 2009

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О37

О37 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009 — 147с.

1. Сборник подготовлен Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); при участии специалистов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 9,25

Тираж 100 экз.

Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

Содержание

1. Методические указания по определению остаточных количеств пиридабена в воде, почве и яблоках методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2062-06.....4
2. Методические указания по определению остаточных количеств триасульфурона в зерне хлебных злаков методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2063-06.....15
3. Методические указания по определению остаточных количеств хизалофоп-п-этила в зерне гороха, семенах и масле подсолнечника по основному метаболиту хизалофоп-п кислоте методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2064-06.....22
4. Методические указания по определению остаточных количеств Калиевой соли сульфометурон-метила по сульфометурон-метилу в воде и почве методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2065-06.....33
5. Методические указания по определению остаточных количеств тебуконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2067-06.....45
6. Методические указания по определению остаточных количеств клетодима и его основных метаболитов клетодим сульфона и клетодим сульфоксида в масле сои методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2066-06.....52
7. Методические указания по определению остаточных количеств Пендиметалина в зерне зерновых колосовых культур, риса, кукурузы, растительных маслах, зеленой массе кукурузы, рисовой соломке методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2068-06.....63
8. Методические указания по определению остаточных количеств дитианона в винограде, виноградном соке, персиках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2069-06.....77
9. Методические указания по определению остаточных количеств Диквата в клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2070-06.....88
10. Методические указания по определению остаточных количеств Трифорина в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2071-06.....99
11. Методические указания по определению остаточных количеств бифентрина в воде, огурцах, томатах и бифентрина и малатиона в зерне пшеницы и риса методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2072-06.....109
12. Методические указания по измерению концентраций дикамбы в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2073-06...125
13. Методические указания по измерению концентраций Бромадиолона в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2074-06.....136

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель Федеральной службы

по надзору в сфере защиты прав

потребителей и благополучия человека,

Главный государственный санитарный врач

Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

« 5 » мая 2006г.

МУК 4.1.2015-06

Дата введения: с 1 июня 2006 г.

4.1. Методы контроля. Химические факторы

Методические указания по определению остаточных количеств Калиевой соли сульфометурон – метила по сульфометурон – метилув воде и почве методом газожидкостной хроматографии.

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в воде и почве калиевой соли Сульфометурон-метила по Сульфометурон-метилу.

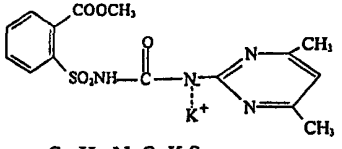
Производитель: ЗАО «Гербицид-холдинг»

Торговое наименование препарата: Анкор-85.

Название действующего вещества по номенклатуре ИСО: калиевая соль Сульфометурон-метила.

Название действующего вещества по ИЮПАК: метил-2[4,6-диметилпиримидин-2-ил] уредосульфонил бензоата калиевая соль.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{15}H_{15}N_4O_5KS$.

Молекулярная масса: 402,5.

Химически чистая калиевая соль Сульфометурон-метила – кристаллы белого цвета без запаха.

Давление паров: $6{,}65 \cdot 10^{-4}$ Па(20°С).

Температура плавления: 155°С с разложением.

Коэффициент распределения октанол-вода K_{ow} log P:

1,05 (pH 5), –0,46 (pH 7), –1,87 (pH 9).

Растворимость в воде при 25°С, мг/дм^3:

10 (pH 5), 300 (pH 7), 720 (pH 9).

Растворимость в органических растворителях при 20° С мг/дм^3:

ксилол 30,

циклогексан 12,

хлороформ 140,

ацетон 200,

этиловый спирт 2000.

Устойчив при хранении.

Термостабилен до 155° С.

Относительно стабилен в нейтральной и щелочной среде. В кислой среде разлагается до Сульфометурон-метил кислоты.

DT_{50} при pH 4 – 2,2; pH 5 – 32,2; pH 7 – 288; pH 10 – 602

Фотостабилен при комнатной температуре.

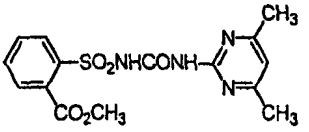
Краткая токсикологическая характеристика. Калиевая соль Сульфометурон-метила относится к малоопасным веществам по острой пероральной токсичности: $ЛД_{50}$ для мышей и крыс 1771 – 10800 мг/кг и по острой ингаляционной токсичности: $ЛД_{50}$ для крыс ≈20000 мг/м^3 . Не обладает резким запахом, не раздражает слизистые оболочки глаз, кожные покровы, дыхательные пути. Не обладает кожно-резорбтивным действием. Мутагенная, тератогенная и эмбриотоксичная активность отсутствуют.

Калиевая соль Сульфометурон-метила в воде и почве быстро переходит в Сульфометурон-метил, который и является действующим началом.

Название действующего вещества по номенклатуре ИСО: Сульфометурон-метил.

Название действующего вещества по ИЮПАК: метиловый эфир 2[4,6-диметилпиримидин-2-ил карбамоилсульфамоил] бензойной кислоты.

Структурная формула



Эмпирическая формула: $C_{15}H_{16}N_4O_5S$.

Молекулярная масса: 364,4.

Химически чистое соединение Сульфометурон-метил представляет собой бесцветное твердое вещество.

Давление паров $7{,}3\cdot10^{-11}$ мПа(25°С).

Температура плавления 203 – 205°С с разложением.

Коэффициент распределения октанол-вода K_{ow}:log P

1,18 (pH 5), –0,51 (pH 7).

Растворимость в воде при 25°С, мг/дм^3: 244 (pH 7)

Растворимость в органических растворителях при 25° С мг/дм^3:

ацетопитрил 1800,

этилацетат 650,

метанол 550,

ацетон 3300,

дихлорметан 15000,

диметилсульфооксид 32000,

октанол 140,

толуол 240,

диэтилэфир 60,

гексан <1.

Устойчив к гидролизу при pH от 7 до 9.

DT_{50} в почве в среднем 4 недели, а при pH 5 – 18 дней.

Краткая токсикологическая характеристика. Сульфометурон-метил относится к мало опасным веществам по острой пероральной токсичности ($ЛД_{50}$ для мышей и крыс >5000мг/кг), и дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для кроликов >2000 мг/кг), и к умеренно опасным по острой ингаляционной токсичности ($ЛД_{50}$ для крыс >11000 мг/м^3). Не раздражает слизистые оболочки глаз, кожные покровы, дыхательные пути.

В России установлены следующие гигиенические нормативы для калиевой соли Сульфометурон-метила:

ДСД — 0,01 мг/кг веса тела человека (общ.);

ПДК в воде - 0,1 мг/дм^3;

ОДК в почве - 0,04 мг/кг;

Сульфометурон-метил - гербицид сплошного системного действия, проникающий через корни и листья растений и ингибирующий активность фермента ацетолактатсинтетазы. Рекомендуется для борьбы с однолетними и многолетними злаковыми и двудольными сорняками на землях несельскохозяйственного пользования и в лесном хозяйстве.

Зарегистрирован в России под торговым названием Анкор-85, ВДГ (750 г/кг по Сульфометурон-метилу).

Предназначен для борьбы с сорняками на землях несельскохозяйственного использования (трассах газо и нефтепроводов, насыпях, полосах отчуждения железных и шоссейных дорог, аэродромах, контрольно-следовых полосах и др. промышленных территориях) при норме расхода 120 – 240 г/га и 240 – 350 г/га.

Рекомендован для обработки посевов и посадок кедра сибирского и корейского при норме расхода 120 – 240 г/га и 240 – 350, в зависимости от содержания гумуса (<4-х и >4-х).

А также для обработки сосны и ели: первого года при норме расхода 10 – 20 г/га; второго и третьего года выращивания при норме расхода 30 – 50 г/га.

1. МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА.

Вода.

Нижний предел определения – 0,025 мг/дм^3;

Диапазон измеряемых концентраций – 0,025-0,5 мг/дм^3;

Среднее значение извлечения: (при n=20) – 83,2%;

Стандартное отклонение (при n=24) – 8,3;

Доверительный интервал среднего определения (при P=0,95, n=6) – 8,7%;

Почва.

Нижний предел определения – 0,01 мг/кг;

Диапазон измеряемых концентраций – 0,01-0,2 мг/кг;

Среднее значение извлечения: (при n=20) – 84,8%;

Стандартное отклонение (при n=24) – 9,6;

Доверительный интервал среднего определения (при P=0,95, n=6) – 10,1%;

Таблица 1

Полнота извлечения калиевой соли
Сульфометурон-метила из воде и почвы.

Среда	Добавлено К соли Сульфометурон–метила, мг/дм^3(кг)	Найдено К соли Сульфометурон–метила, мг/дм^3(кг)	Доверительный интервал среднего определения при n=6, %	Полнота определения %
Вода	0,025	0,0202	0,0023	80,9
	0,050	0,0408	0,0040	81,6
	0,100	0,0846	0,0076	84,6
	0,500	0,4290	0,0475	85,8
Почва	0,01	0,0083	0,0010	82,7
	0,02	0,0168	0,0017	84,2
	0,1	0,0874	0,0096	87,4
	0,2	0,1700	0,0197	85,0

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ.

Метод основан на извлечении гербицида в виде Сульфометурон-метила из почвы смесью ацетон:подкисленная вода, очистке экстракта гексаном, переэкстракции гербицида хлороформом и определении в виде метильного производного методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с детектором по захвату электронов (ДЭЗ).

Из подкисленной воды Сульфометурон–метил извлекают хлороформом и определяют ГЖХ с ДЭЗ в виде метильного производного.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен и может применяться для определения остатков Сульфометурон-метила в воде и почве в присутствии других пестицидов.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, РЕАКТИВЫ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ.

3.1. Средства измерений.

Весы аналитические ВЛА-200, ГОСТ 24104-2001.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности ±0,038 г.

Колбы мерные, ГОСТ 1770–74, вместимостью 100 см^3 с пробками на шлифах.

Микрошприц, МШ–10, ГОСТ 20292–74.

Пипетки, ГОСТ 20292–77, вместимостью 1 и 10 мл с делениями.

Хроматограф Цвет 500 М или аналогичный с ДЭЗ.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770–74, вместимостью 100 см^3.

Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы.

Калиевая соль Сульфметурон–метила со степенью чистоты не менее 95%, ЗАО «Гербицид-холдинг».

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293–74 из баллона с редуктором.

Ацетон, хч ГОСТ 2603-77.

Водород газообразный, ГОСТ 3022–80 из баллона с редуктором или получаемый из генератора водорода.

Воздух газообразный, ГОСТ 9–010–80 из баллона с редуктором или нагнетаемый компрессором.

н-Гексан, хч, ТУ 6–09–3375–78.

Гидразин гидрат, чда, ГОСТ 58322.

Диазометан, приготовленный в лаборатории, раствор в диэтиловом эфире.

Диэтиловый эфир, хч, ГОСТ 6265-79.

Калия гидроксид, хч, ГОСТ 2436-80.

Кислота хлористоводородная, оч, ГОСТ 14261–77.

Натрия сульфат N_2SO_4 хч, ГОСТ 4166-76, безводный.

Натрия хлорид, NaCl, хч, ГОСТ 4233–77.

Спирт метиловый, хч, ГОСТ 6995–77.

Хлороформ, хч, ГОСТ 20015-74.

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

3.3 Вспомогательные устройства и материалы.

Индикаторная бумага универсальная, ТУ 6-09-1181-76.

Насадки для газохроматографической колонки: Хромосорб W, AW, DMCS (100–120 меш) с 2% OV–17, Хроматон N-AW-DMCS с 3% OV–1.

Встряхиватель механический, ТУ 64-673М.

Гомогенизатор.

Делительные воронки, вместимостью 250, 500 и 1000 $см^3$, ГОСТ 25336–82.

Колбы грушевидные и круглодонные, ГОСТ 9737–70, вместимостью 100 и 250 $см^3$ с пробками на шлифах.

Колбы плоскодонные, ГОСТ 9737–70, вместимостью 500 $см^3$ с пробками на шлифах.

Колонки хроматографические длиной 2 м, внутренним диаметром 3 мм.

Насос водоструйный ГОСТ 10696-74.

Почвенное сито.

Прибор для получения диазометана (рис 1).

Ротационный вакуумный испаритель ИР–1М, ТУ 25–11–917–76.

Фильтр Шотта с отводом и конусным шлифом стеклянный крупнопористый, ВФОКЩ 180-ПОР160, ГОСТ 25336–82.

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 газовый 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 газовом 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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. ПОДГОТОВКА К ОПРЕДЕЛЕНИЮ.

7.1. Приготовление подкисленной воды

К 500 см^3 дистиллированной воды пипеткой по каплям добавляют водный 0,1 н раствор соляной кислоты до pH ~ 2 – 3 по универсальной индикаторной бумаге.

7.2.Приготовление раствора диазометана

В круглодонную колбу вместимостью 100 см^3, снабжённую капельной воронкой с байпасом и обратным холодильником, помещают 12 г (0,2 моля) КОН, 6 см^3 метилового спирта, 6 см^3 или 6,1 г (0,12 моля) гидразин гидрата. Колбу охлаждают до +5°С смесью воды со льдом и начинают медленно, по каплям, прибавлять из капельной воронки 10 см^3 (0,12 моля) хлороформа, постепенно увеличивая скорость. При этом реакционная масса становится жёлтой.

Выделившийся в ходе реакции диазометан через обратный холодильник, соединённый стеклянным переходом с капилляром, поступает в двугорлую колбу-приёмник 2 вместимостью 100 см^3, содержащую 50 см^3 осушенного диэтилового эфира. Колба 2 погружена в баню, содержащую смесь воды со льдом.

По окончании прибавления хлороформа реакционную колбу нагревают до 40°С на водяной бане для полного удаления диазометана из реакционной массы. После обесцвечивания реакционной массы и стенок холодильника реакцию считают оконченной. Эфирный раствор диазометана хранят в склянке с притёртой пробкой в морозильной камере в течение трёх месяцев.

7.3. Кондиционирование и насыщение газохроматографических колонок.

Колонки с носителями готовят общепринятым методом, устанавливают в термостате хроматографа, без подсоединения к детектору, а затем кондиционируют при скорости азота, рекомендуемой для хроматографического определения (см. п. 9.3) в режиме программирования температуры от 50 до 250°С со скоростью нагрева 2°С/мин, а затем в изотермическом режиме при 250°С в течение 6÷8 час. Общую подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции.

7.4. Приготовление градуировочных растворов

10 мг калиевой соли Сульфометурон-метила (аналитического стандарта) взвешивают в мерной колбе вместимостью 100 см^3, растворяют навеску в этаноле и доводят объем до метки ацетоном (стандартный раствор №1, концентрация 100 мкг/см^3).

Для приготовления стандартного раствора № 2 (концентрация 10 мкг/см^3) из колбы отбирают 10 см^3 раствора № 1, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки ацетоном. Стандартные растворы 1 и 2 стабильны в течение 6 месяцев при условии хранения в холодильнике.

В день анализа и затем ежедневно методом последовательного разбавления ацетоном растворов № 1 и 2 готовят градуировочные растворы концентрацией 0,5, 1, 5 и 10 мкг/ см^3.

7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации калиевой соли Сульфометурон–метила в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м метилированным растворам для градуировки с концентрацией 0,5, 1, 5 и 10 мкг/ см^3.

Перед градуировкой хроматографа в день анализа проводят метилирование Сульфометурон–метила. Для этого в 4 круглодонных концентратора емкостью 100 см^3 вносят по 1 см^3 градуировочных растворов концентрацией 0,5, 1, 5 и 10 мкг/ см^3 соответственно. Растворы выпаривают досуха при температуре не выше 40°С досуха.. К сухому остатку в концентраторах прибавляют по 2 см^3 раствора диазометана в диэтиловом эфире. Концентраторы плотно закрывают пробками и оставляют па 10 – 15 мин. По истечении времени избыток диазометана и эфир отдувают слабым током азота. К сухому остатку пипеткой добавляют 1 см^3 гексана. Концентраторы закрывают пробкой на шлифе и их стенки тщательно обмывают растворителем. В испаритель хроматографа вводят 1 мм^3 полученного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.3. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

8. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ.

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утв. 21.08.79 г., № 2051-79.

ГОСТ Р 51592-2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», ГОСТ Р 51593-2000 «Вода питьевая. Отбор проб».

Отобранные пробы воды и почвы хранятся в холодильнике при 0-4 ^{0}С в течение пяти дней. При отсутствии условий проведения анализа в эти сроки, пробы почвы замораживают и хранят в морозильной камере при температуре -18^{0}С.

9. ПРОВЕДЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЙ.

9.1. Вода.

Исследуемую воду (200 $см^3$) помещают в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$, добавляют по каплям 0,1 н HCl до pH 2 – 3 по универсальной индикаторной бумаге затем ~5 г кристаллического хлорида натрия и трижды экстрагируют Сульфометурон-метил хлороформом порциями по 50 $см^3$. Каждую порцию экстракта пропускают через стеклянный пористый фильтр Шотта со слоем безводного сульфата натрия в грушевидную колбу вместимостью 100 $см^3$, из которой с помощью ротационного вакуумного испарителя отгоняют растворитель до ~ 1 –2 $см^3$. Последнюю порцию фильтрата отгоняют в токе азота полностью. К сухому остатку пипеткой добавляют 2 $см^3$ диазометана в диэтиловом эфире. Через 10 -15 мин избыток диазометана и эфир отдувают слабым током воздуха. К сухому остатку пипеткой добавляют 10 $см^3$ гексана. Колбочку закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно обмывают растворителем. В хроматограф вводят 1 $мм^3$ полученного раствора.

9.2. Почва.

Навеску предварительно просеянной через почвенное сито почвы 50 г помещают в плоскодонную колбу вместимостью 500 $см^3$ и добавляют 100 $см^3$ смеси ацетон:подкисленная вода (1:1) и встряхивают колбу на механическом встряхивателе в течение 30 мин. Экстракт пропускают через крупнопористый фильтр Шотта с помощью слабого вакуума в делительную воронку вместимостью 500 $см^3$. Экстракцию повторяют ещё два раза тем же количеством растворителя. После чего экстракты объединяют. К объединённому экстракту добавляют ~ 2 г хлористого натрия и трижды промывают экстракт гексаном, порциями по 60 $см^3$, сливая водно-ацетоновый экстракт в стакан объемом 250 $см^3$ и возвращая в воронку после отделения гексана. Гексан отбрасывают.

Сульфометурон-метил трижды реэкстрагируют хлороформом порциями по 50 $см^3$. Каждую порцию экстракта пропускают через слой безводного сульфата натрия, помещённого на крупнопористый фильтр Шотта, в грушевидную колбу вместимостью 100 $см^3$, из которой с помощью ротационного вакуумного испарителя отгоняют растворитель до объёма ~ 1-2 $см^3$. Последнюю порцию экстракта удаляют полностью. К сухому остатку пипеткой добавляют 2 $см^3$ раствора диазометана в диэтиловом эфире. Через 10 – 15 мин избыток диазометана и эфир отдувают слабым током воздуха до суха. К сухому остатку пипеткой добавляют 1 $см^3$ гексана. Колбу закрывают пробкой на шлифе и её стенки тщательно обмывают растворителем. В хроматограф вводят 1 $мм^3$ полученного раствора.

9.3. Условия хроматографирования.

2% OV – 17.

Насадка колонки на Хромосорб W – AW – DMCS (100 – 120 меш.)

Длина колонки - 2 м;

Внутренний диаметр – 3 мм;

Температура термостата колонки – 220^{0}C;

Температура испарителя – 230^{0}C;

Температура детектора - 320^{0}C;

Рабочая шкала электрометра – $1{,}6 \cdot 10^{-11}$;

Скорость потока азота – 27 см^3/мин;

Скорость протяжки ленты самописца – 240 мм/час;

Объем вводимой пробы – 1 мм^3;

Линейный диапазон детектирования – 0,5 – 10 нг;

Абсолютное время удерживания метильного производного Сульфомстурон – метила – 3мин 40 сек.

Альтернативная фаза: 3%OV – 1.

Насадка колонки на Хроматоне (80 – 100 меш).

Длина колонки - 2 м;

Внутренний диаметр – 3 мм;

Температура термостата колонки – 180^{0}C;

Температура испарителя – 250^{0}C;

Температура детектора - 250^{0}C;

Рабочая шкала электрометра – $10 \cdot 10^{-12}$;

Скорость потока азота – 40 см^3/мин;

Скорость протяжки ленты самописца – 240 мм/час;

Объем вводимой пробы – 1 мм^3;

Линейный диапазон детектирования – 0,5 – 10 нг;

Абсолютное время удерживания метильного производного Сульфометурон – метила – 2 мин 45 сек.

10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ.

Содержание калиевой соли Сульфометурон-метила в анализируемой пробе (X) мг/кг (мг/дм^3) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \cdot H_{рп} \cdot V}{H_{ст} \cdot A}, \text{ мг/кг (мг/дм}^3\text{)},$$

где:

$C_{ст}$ – концентрация соответствующего стандартного раствора, мг/см^{3}г;

$H_{рп}$ – высота пика рабочей пробы, мм;

$H_{ст}$ – высота пика стандарта, мм;

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

A – навеска анализируемой пробы в г или объем воды в см^3.

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.

Калинин В.А., профессор, канд. с-х. наук, , Довгилевич Е.В., ст.н.сотр., канд. биол.наук, Калинина Т.С., ст.н. сотр., канд. с-х. наук, Довгилевич А.В., ст.н.сотр., канд.хим.наук.

Российский государственный аграрный университет - МСХА имени К.А. Тимирязева.

Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов». 127550, Москва, Тимирязевская ул., Д. 53/1. Телефон: (095) 976-37-68, факс: (095) 976-43-26.

Алдошина Т.В., ст.н.сотр., Новикова К.Ф., канд.хим.наук., ст.н.сотр.

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт химических средств защиты растений» (ФГУП «ВНИИХСЗР»), 115088, Москва, Угрешская 31, тел. (495) 679-34-27.

gost.e-ecolog.ru