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
населения, Главный государственный
санитарный врач Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

« 5 » мая 2006 г.

МУК 4.1.2064-06

Дата введения: с 1 июня 2006 г.

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

1. Вводная часть.

1.1. Краткая характеристика препарата.

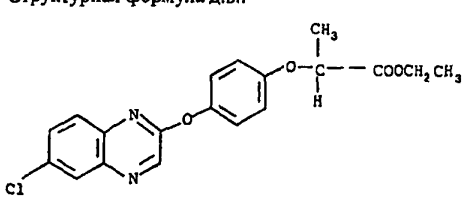
Фирма производитель: ЗАО "Фирма Август".

Торговое название: Миура, КЭ.

Действующее вещество (д.в.): хизалофоп-П-этил.

Название д.в. по номенклатуре ИЮПАК: (R)-2-[4-[(6-хлорхиноксалин-2-илокси)-фенокси] пропионовой кислоты этиловый эфир.

Структурная формула д.в.:



Эмпирическая формула д.в.: $C_{19}H_{17}ClN_2O_4$.

Молекулярная масса д.в.: 372,8.

Химически чистое вещество: светло-коричневые кристаллы.

Температура плавления д.в.: 76-77^{0}C.

Давление пара д.в. при 20^{0}C: 0,011 мПа.

Растворимость д.в. (г/л) при 20^{0}С: в воде - 0,0004, в гексане – 5,0 , этаноле – 22, ксилоле – 360, ацетоне – 650.

Стабильность д.в.: устойчив к действию света, разлагается до хизалофоп-П кислоты под действием разбавленных кислот и щелочей.

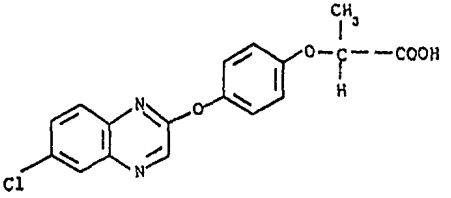
Острая пероральная токсичность препаратов (LD_{50}) для крыс – 1180-1210 мг/кг, для мышей – 1750-1800 мг/кг. Не оказывает раздражающего действия на кожу.

Гигиенические нормативы: ВМДУ в горохе и масле подсолнечника – 0,05 мг/кг, семенах подсолнечника – 0,02 мг/кг.

1.2. Краткая характеристика хизалофоп-П кислоты.

Название по номенклатуре ИЮПАК: (R)-2-[4-[(6-хлорхиноксалин-2-илокси)фенокси] пропионовая кислота.

Структурная формула:



Эмпирическая формула д.в.: $C_{17}H_{13}ClN_2O_4$.

Молекулярная масса д.в.: 344,8.

2. Метод определения хизалофоп-П-этила в зерне гороха, семенах и масле подсолнечника по основному метаболиту хизалофоп-П кислоте с применением капиллярной газожидкостной хроматографии.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на количественном определении хизалофоп-П кислоты, основного метаболита хизалофоп-П-этила, и включает извлечение остаточных количеств хизалофоп-П кислоты из анализируемого объекта органическими растворителями, очистку экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей и метилирование хизалофоп-П кислоты диазометаном. Количественное определение проводят методом внешнего стандарта с применением капиллярной газожидкостной хроматографии и использованием термоионного детектора (ТИД).

2.1.2. Избирательность метода.

Метод специфичен в присутствии других применяемых в сельском хозяйстве пестицидов. Способы очистки экстрактов, а также применение селективного детектора и капиллярной колонки позволяет устранять влияние коэкстрактивных веществ на результаты анализа.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Диапазоны измеряемых концентраций, пределы обнаружения и другие метрологические параметры метода представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1.

Метрологические параметры метода.

Метрологические параметры	Анализируемые объекты:		
	Зерно гороха	Семена подсолнечника	Масло подсолнечника
Предел обнаружения, мг/кг	0,01	0,01	0,025
Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	0,01-0,08	0,01-0,08	0,025-0,2
Среднее значение определения, %	82,3	77,0	80,0
Стандартное отклонение, %	4,5	5,9	6,2
Относительное стандартное отклонение, %	2,7	3,3	3,7

Таблица 2.

Полнота определения хизалофоп-П кислоты в модельных пробах (n=6).

Анализируемые объекты	Внесено, мг/кг	Извлечено, %	Доверительный интервал среднего результата, %
Зерно гороха	0,01	77,3	± 5,3
	0,02	81,4	± 4,6
	0,04	83,7	± 4,3
	0,08	86,9	± 3,7
Семена подсолнечника	0,01	69,8	± 6,7
	0,02	75,3	± 6,1
	0,04	79,2	± 5,8
	0,08	83,5	± 5,3
Масло подсолнечника	0,025	75,5	± 7,1
	0,05	78,3	± 6,5
	0,1	82,2	± 5,8
	0,2	83,8	± 5,4

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Аналитический стандарт хизалофоп-П кислоты.

Азот газообразный высокой чистоты, ТУ 301-07-25-89.

Ацетон, осч, ТУ 2633-004-11291058-94.

Ацетонитрил для хроматографии, хч, ТУ 6-09-4326-76.

Вата медицинская, ТУ 9393-001-00302238-97.

Вода дистиллированная и перегнанная над $KMnO_4$ и щелочью.

н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78.

Дихлорметан, хч, ТУ 6-09-2662-77.

Изооктан эталонный, ГОСТ 12433-83.

Калия гидроокись, чда, ГОСТ 24363-80.

Натрий сернокислый б/в (сульфат), чда, ГОСТ 4166-76.

Натрий хлористый, чда, ГОСТ 4233-77.

N-Нитрозометилмочевина, хч, ТУ 6-09-11-1643-82.

Серная кислота, осч, ГОСТ 14262-78.

Спирт этиловый ректификат (этанол), ГОСТ 17299-78.

Фильтры бумажные, красная лента, ТУ 2642-001-42624157-98.

Фильтры бумажные, белая лента, ТУ 2642-001-42624157-98.

Фильтры бумажные, синяя лента, ТУ 2642-001-42624157-98.

Эфир этиловый (серный), ОСТ 84-2006-88.

2.3. Приборы, аппаратура, посуда.

Газовый хроматограф с ТИД.

Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая длиной 15 м, внутренним диаметром 0,32 мм с неподвижной фазой SE-52, толщина слоя - 0,45 мкм.

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-1081-73 или аналогичный.

Весы аналитические типа ВЛА-200, ГОСТ 34104-80.

Весы лабораторные типа ВЛКТ-500, ГОСТ 24104-80.

Воронки делительные емкостью 250 и 500 мл, ГОСТ 25336-82.

Воронки химические конусные, ГОСТ 25336-82.

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

Колбы-концентраторы емкостью 100 и 250 мл, ГОСТ 25336-82.

Колбы плоскодонные емкостью 100 и 300 мл, ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные со шлифом емкостью 25, 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Колпачки алюминиевые для герметизации флаконов, ГОСТ Р.51314-99.

Мельница электрическая лабораторная, ТУ 46-22-236-79 или аналогичная.

Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-106.

Насос водоструйный, ГОСТ 10696-75.

Ротационный вакуумный испаритель типа ИР-1 или аналогичный.

Пипетки мерные емкостью 1, 2, 5 и 10 мл, ГОСТ 20292-74.

Приспособление для обжима колпачков на флаконах, ТУ 42-2-2442-73.

Пробирки мерные со шлифом емкостью 5,0 мл, ГОСТ 1770-74.

Стаканы химические на 100, 200 и 500 мл, ГОСТ 25336-82.

Установка для перегонки растворителей при атмосферном давлении.

Установка для упаривания растворителей в токе азота.

Установка ультразвуковая "Серьга" УЗМ002 или аналогичная.

Флаконы стеклянные (типа пенициллиновых) емкостью 5,0 мл, ТУ 64-2-10-87.

Электроплитка, ГОСТ 14919-83.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Подготовка и очистка растворителей.

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 мл растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре +40^{0}С до объема 1,0 мл и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками.

2.4.2. Приготовление стандартных растворов.

Основной раствор хизалофоп-П кислоты с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением в смеси ацетон : этанол (80:20) 0,01 г аналитического стандарта в мерной колбе емкостью 100 мл. Раствор хранят в холодильнике при температуре +4-6^{0}С не более трех месяцев.

Рабочие стандартные растворы с концентрациями 4,0 , 2,0 , 1,0 и 0,5 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора хизалофоп-П кислоты соответствующим последовательным разбавлением ацетоном.

Для приготовления калибровочных растворов в мерные пробирки со шлифом емкостью 5,0 мл вносят по 1,0 мл рабочих растворов хизалофоп-П кислоты с концентрациями 0,5 , 1,0 , 2,0 и 4,0 мкг/мл. Растворители в пробирках упаривают в токе азота досуха и проводят метилирование хизалофоп-П кислоты.

В пробирки добавляют по 2,0 мл свежеприготовленного эфирного раствора диазометана (п.2.4.4.), закрывают притертыми пробками и ставят на 12-14 часов (на ночь) в

холодильник с температурой +4-6^{0}С. После этого этиловый эфир в пробирках упаривают досуха в токе азота при комнатной температуре. Сухой остаток растворяют в 1,0 мл изооктана и хроматографируют по п.2.6.3.

2.4.3. Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 2 мкл приготовленных по п.2.4.2. растворов, содержащих хизалофоп-П кислоту (в виде хизалофоп-П-метила) в концентрациях 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 хизалофоп-П кислоты в рабочем растворе в мкг/мл.

2.4.4. Приготовление эфирного раствора диазометана (из расчета метилирования хизалофоп-П кислоты в экстрактах 2-х проб).

N-Нитрозометилмочевину массой 0,5 г помещают во флакон емкостью 2,0-3,0 мл и герметизируют резиновой пробкой и колпачком с помощью приспособления для обжима колпачков на флаконах. Этиловый эфир объемом 4,0 мл вносят в другой флакон емкостью 5,0 мл, герметизируют резиновой пробкой и колпачком и охлаждают в морозильной камере холодильника в течение 30 минут.

После этого флаконы через предварительно проколотые пробки соединяют гибкой тефлоновой трубкой (внутр.диам. ~ 1,5-2,0 мм), одним концом погружая ее в этиловый эфир на всю глубину (флакон с охлажденным этиловым эфиром обязательно должен еще иметь свободный выход в атмосферу). Во флакон с нитрозометилмочевиной, используя шприц с тонкой иглой и прокалывая пробку, добавляют по каплям по стенке 50% водный раствор гидроокиси калия (~ 0,3 мл) до прекращения реакции. Этиловый эфир при насыщении диазометаном окрашивается в ярко желтый цвет.

Внимание ! Приготовление эфирного раствора диазометана и процедуру метилирования необходимо обязательно проводить в работающем вытяжном шкафу.

2.5. Отбор, первичная обработка и хранение проб.

Отбор проб зерна гороха проводят в соответствии с ГОСТ 28674-90 "Горох. Требования по заготовке и поставке", семян и масла подсолнечника - ГОСТ 10852-86 "Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб".

Среднюю пробу зерна гороха измельчают, перемешивают и выделяют аналитические пробы. Для длительного хранения аналитические пробы зерна гороха помещают в

морозильную камеру с температурой -18^0С и хранят в закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре.

Пробы семян подсолнечника просушивают до стандартной влажности и хранят в закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре. Перед анализом семена подсолнечника вылущивают, измельчают на лабораторной мельнице и после перемешивания измельченной массы отбирают усредненную аналитическую пробу.

Пробы масла подсолнечника хранят в холодильнике при 0-4^{0}С в закрытой стеклянной таре не более 2-х месяцев.

2.6. Проведение определения.

2.6.1. Зерно гороха и семена подсолнечника.

2.6.1.1. Экстрагирование и очистка экстракта.

Аналитическую пробу массой 25,0±0,1 г помещают в плоскодонную колбу емкостью 300 мл и добавляют к пробе зерна гороха 150 мл смеси ацетон : этанол (80:20), а к пробе семян подсолнечника 150 мл смеси ацетон : этанол : бидистилированная вода (70:20:10). Содержимое колбы слегка встряхивают и подвергают обработке ультразвуком в УЗ-бане в течение 10 минут. После этого экстракт фильтруют через бумажный фильтр белая лента в колбу-концентратор емкостью 250 мл. Содержимое колбы с пробой промывают 50 мл ацетона, который также фильтруют в колбу-концентратор.

При использовании аппарата для встряхивания в колбу с аналитической пробой зерна гороха вносят 150 мл смеси ацетон : этанол (80:20), а к пробе семян подсолнечника добавляют 150 мл смеси ацетон : этанол : бидистилированная вода (70:20:10). Содержимое колбы встряхивают в течение 60 минут. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр белая лента в колбу-концентратор емкостью 250 мл. Содержимое колбы с пробой промывают 50 мл ацетона, который также фильтруют в колбу-концентратор.

Колбу-концентратор с объединенным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители до объема 10-20 мл при температуре +40^{0}С. В колбу-концентратор добавляют 200 мл бидистиллированной воды, 5,0 мл 10% водного раствора гидроокиси калия, перемешивают встряхиванием и помещают в холодильник с температурой +4-6^{0}С на 2 часа. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в делительную воронку емкостью 500 мл. К содержимому воронки добавляют 10 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия, 75 мл дихлорметана и воронку встряхивают в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстаивания нижний дихлорметановый слой сливают и отбрасывают. Эту процедуру очистки экстракта повторяют с использованием 50 мл дихлорметана. Далее в воронку добав-

ляют 40 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия, приливают 75 мл н-гексана и встряхивают содержимое воронки в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстаивания нижний водный слой собирают в химический стакан емкостью 300 мл, а верхний гексановый слой сливают и отбрасывают.

Водный раствор пробы, находящийся в химическом стакане, подкисляют концентрированной серной кислотой до pH 2,0 и переносят в чистую делительную воронку емкостью 500 мл. В воронку добавляют 75 мл смеси гексан : этиловый эфир (80:20) и встряхивают в течение 2-х минут. После полного разделения слоев нижний водный слой сливают в химический стакан, а верхний гексано-эфирный слой фильтруют через фильтр синяя лента со слоем безводного сульфата натрия (толщина слоя ~ 1,0-1,5 см) в колбу-концентратор емкостью 150 мл. Экстрагирование и фильтрование повторяют с использованием 50 мл смеси гексан : этиловый эфир (80:20). Нижний водный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединенным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители до объема 3-5 мл при температуре +40^{0}С. Остаток экстракта количественно переносят из колбы-концентратора в мерную пробирку со шлифом емкостью 5,0 мл и упаривают растворители досуха в токе азота при температуре +50^{0}С.

2.6.1.2. Метилирование.

После охлаждения до комнатной температуры в пробирку с сухим остатком добавляют 2,0 мл свежеприготовленного эфирного раствора диазометана (по п.2.4.4.). Пробирку закрывают притертой пробкой и ставят на 12-14 часов (на ночь) в холодильник с температурой +4-6^{0}С. После этого этиловый эфир в пробирке упаривают досуха в токе азота при комнатной температуре. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл изооктана и проводят количественное определение хизалофоп-П кислоты по п.2.6.3.

2.6.2. Масло подсолнечника.

2.6.2.1. Экстрагирование и очистка экстракта.

Аналитическую пробу масла массой 10,0±0,1 г растворяют в 50 мл гексана (насыщенного ацетонитрилом) в плоскодонной колбе емкостью 100 мл и после этого гексановый раствор масла переносят в делительную воронку емкостью 250 мл. Колбу промывают 50 мл ацетонитрила (насыщенного гексаном) и также переносят его в воронку. Содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстаивания нижний ацетонитрильный слой сливают в колбу-концентратор емкостью 250 мл. В делительную воронку добавляют еще 50 мл ацетонитрила (насыщенного гексаном). Содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут, отстаивают и нижний ацетонитриль-

ный слой объединяют в колбе-концентраторе с предыдущим. Верхний гексановый слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединенным ацетонитрильным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворитель до объема 10-20 мл при температуре +50^{0}С. В колбу-концентратор добавляют 200 мл дистиллированной воды, 5,0 мл 10% водного раствора гидроокиси калия, раствор перемешивают встряхиванием и выдерживают 2 часа в холодильнике с температурой +4-6^{0}С. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр белая лента в делительную воронку емкостью 500 мл. К содержимому воронки добавляют 10 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия, 75 мл дихлорметана и воронку встряхивают в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстаивания нижний дихлорметановый слой сливают и отбрасывают. Эту процедуру очистки экстракта повторяют два раза с использованием каждый раз по 50 мл дихлорметана. Далее в воронку добавляют 40 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия, приливают 75 мл н-гексана и встряхивают содержимое воронки в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстанвания нижний водный слой собирают в химический стакан емкостью 300 мл, а верхний гексановый слой сливают и отбрасывают.

Водный раствор пробы, находящийся в химическом стакане, подкисляют концентрированной серной кислотой до pH 2,0 и переносят в чистую делительную воронку емкостью 500 мл. В воронку добавляют 75 мл смеси гексан : этиловый эфир (80:20) и встряхивают в течение 2-х минут. После полного разделения слоев нижний водный слой сливают в химический стакан, а верхний гексано-эфирный слой фильтруют через фильтр синяя лента со слоем безводного сульфата натрия (толщина слоя ~ 1,0-1,5 см) в колбу-концентратор емкостью 150 мл. Экстрагирование и фильтрование повторяют с использованием 50 мл смеси гексан : этиловый эфир (80:20). Нижний водный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединенным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители до объема 3-5 мл при температуре +40^{0}С. Остаток экстракта количественно переносят из колбы-концентратора в мерную пробирку со шлифом емкостью 5,0 мл и упаривают растворители досуха в токе азота при температуре +50^{0}С.

2.6.2.2. Метилирование.

После охлаждения до комнатной температуры в пробирку с сухим остатком добавляют 2,0 мл свежеприготовленного эфирного раствора диазометана (по п.2.4.4.). Пробирку закрывают притертой пробкой и ставят на 12-14 часов (на ночь) в холодильник с температурой +4-6^{0}С. После этого этиловый эфир в пробирке упаривают досуха в токе азота

при комнатной температуре. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл изооктана и проводят количественное определение хизалофоп-П кислоты по п.2.6.3.

2.6.3. Условия хроматографирования.

Газовый хроматограф с ТИД.

Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая длиной 15 м, внутренним диаметром 0,32 мм с неподвижной фазой SE -52, толщина слоя - 0,45 мкм.

Температура колонки: программирование от 180^{0}С (1 мин) до 280^{0}С (15 мин) со скоростью 10^{0}С/мин.

Температура испарителя: 250^{0}С.

Температура детектора: 290^{0}С.

Расход газов: газа-носителя (гелий марки "А") - 2,5 см^3/мин, водорода и воздуха к ТИД - 30 и 250 см^3/мин соответственно, дополнительного газа (гелий марки "А") к ТИД - 30 см^3/мин.

Объем вводимой пробы: 2 мкл.

Время удерживания хизалофоп-П кислоты (в виде производного): 13,2±0,1мин.

Предел детектирования: 0,25 нг.

Линейный диапазон детектирования: 0,5-4,0 нг.

2.6.4. Обработка результатов анализа.

Содержание хизалофоп-П кислоты рассчитывают методом внешнего стандарта по формуле:

$$X = \frac{H \times A \times V}{H_{cm} \times m}$$, где:

X – содержание хизалофоп-П кислоты в пробе, мг/кг,

H – высота (площадь) пика анализируемого вещества, мм (мм^2),

H_{cm} – высота (площадь) пика стандартного вещества, мм (мм^2),

A – концентрация стандартного рабочего раствора хизалофоп-П кислоты, мкг/мл,

V – количество экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл,

m – масса (г) аналитической пробы.

Пересчет на содержание хизалофоп-П-этила (X_1) проводят по формуле: $X_1 = 1{,}08 \cdot X$

3. Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, электронагревательными приборами и сжатыми газами, а также требования, изложенные в документации к приборам.

4. Контроль погрешности измерений.

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости результатов измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1-6.2002 "Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений".

5. Разработчики.

П.А.Тараринн, Т.А. Маханькова, Л.В. Григорьева, Е.И.Кожемякова (ВНИИ защиты растений).

gost.e-ecolog.ru