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 4.1.2048—4.1.2061—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 — 148с.

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 60х88/16 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 сульфометурон-метила в воде и почве методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2048-06.....4
2. Методические указания по измерению концентраций глифосата в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2049-06.....17
3. Методические указания по измерению концентраций Карбосульфана в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2050-06.....28
4. Методические указания по измерению концентраций тефлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2051-06.....35
5. Определение остаточных количеств метальдегида в воде, почве, овощах (капуста, салат, Китайская капуста, шпинат, редис и др.), фруктах (яблоки, сливы и др.), ягодах (земляника, смородина и др.) и винограде методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2052-06.....44
6. Методические указания по определению остаточных количеств метамитрона в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2053-06.....58
7. Методические указания по определению остаточных количеств Прохлораза в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2054-06.....67
8. Методические указания по определению остаточных количеств флудиоксонила в зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2055-06.....80
9. Методические указания по определению остаточных количеств оксифлуорфена в семенах и масле подсолнечника методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2056-06.....91
10. Методические указания по определению остаточных количеств карбоксина в клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2057-06.....101
11. Методические указания по определению остаточных количеств флуазифоп-п-бутила в семенах и масле рапса, подсолнечника, зерне и масле сои, зерне гороха и луке по основному метаболиту флуазифоп-п кислоте методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2058-06.....109
12. Методические указания по определению остаточных количеств прометрина в семенах и масле подсолнечника и сои, зерне и масле кукурузы, зерне гороха, клубнях картофеля и корнеплодах моркови методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2059-06.....117
13. Методические указания по определению остаточных количеств никосульфурона в масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2060-06.....126
14. Методические указания по определению остаточных количеств абамектина в ягодах и соке винограда, перце и баклажанах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2061-06.....137

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

Г.Г. Онищенко
МУК 4.1.2060-06
«10» апреля 2006 г.

Дата введения: с 1 мая 2006.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ, ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

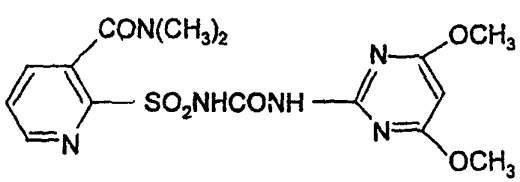
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ НИКОСУЛЬФУРОНА В МАСЛЕ КУКУРУЗЫ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в масле кукурузы массовой концентрации Никосульфурона в диапазоне 0,01 - 0,1 мг/кг.

Никосульфурон - действующее вещество препарата Милагро, КС, 40 г/л; фирма - производитель: Сингента;

Название действующего вещества по ИЮПАК: 2-(4,6-диметоксипиримидин-2-илкарбомоил-сульфамоил)-N,N-диметилникотинамид

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{15}H_{18}N_6O_6S$

Молекулярная масса: 410,40

агрегатное состояние: бесцветное кристаллическое вещество; без запаха;

температура плавления: 172-173 °С;

летучесть (давление паров): < 8 ' 10^{-7} мПА (25 °С);

Растворимость в воде при 20 ^{0}C: (в мг/л): 44(pH 3,5) и 120000 (pH 7,0); растворимость в органических растворителях (г/л при 20°C).: дихлорметане – 64; хлороформе – 160; ацетонитриле - 23; гексане - <0,02; ацетоне – 18; этаноле – 4,5.

Никосульфурон стабилен в щелочной среде и быстро гидролизуется кислотами; DT_{50} (при 22°C) – 15 дней (pH 5).

коэффициент распределения в системе октанол/вода при 25 ^{0}C: Kow logP от 0,36 (pH 5).до - 2,0 (pH 9)..

Краткая гигиеническая характеристика:

Никосульфурон относится к малоопасным веществам по острой оральной ($ЛД_{50}$ для крыс – 5000 мг/кг) и дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для крыс > 2000 мг/кг), но к умеренно опасным по ингаляционной токсичности ($ЛС_{50}$ для крыс 5470 мг/м^3).

Не раздражает кожу и слизистую оболочку глаз.

В России установлены следующие гигиенические нормативы:

МДУ в зерне кукурузы - 0,2 мг/кг.

ВМДУ в масле кукурузы – 0,1 мг/кг.

Область применения:

Никосульфурон – избирательный системный гербицид, ингибирующий активность ацетолактатсинтетазы в растениях, проникающий, в основном, через листья. Препарат на основе Никосульфурона фирмы Сингента - Милагро; СК, 40 г/кг - применяется для борьбы со злаковыми и некоторыми однолетними двудольными сорняками при возделывании кукурузы при нормах расхода 1,0 - 1,5 кг/га путем опрыскивания в фазу 3 - 4-х листьев культуры.

1. Метрологическая характеристика метода.

Масло кукурузы

Предел обнаружения: 0,01 мг/кг

Диапазон определяемых концентраций: 0,01- 0,1 мг/кг

Среднее значение извлечения: 81%

Стандартное отклонение: 1,4%

Доверительный интервал среднего результата: ± 0,83%

Таблица

Полнота извлечения Никосульфурона из масла кукурузы

(5 повторностей для каждой концентрации, P = 0,95)

Предел обнаружения, мг / кг (л)	Среднее значение определения, мкг / кг (л)	Полнота определения, %	Стандартное отклонение SD, %	Доверительный интервал среднего результата ± SE, %
Масло кукурузы				
0,01	0,00824	82,4	1,61	0,0018
0,02	0,00161	81,9	1,91	0,0043
0,05	0,00404	80,8	1,89	0,0110
0,10	0,08120	81,2	1,68	0,0190

2. Метод измерений

Метод основан на извлечении Никосульфурона из гексанового раствора масла кукурузы фосфатным буфером, очистки экстракта гексаном и хлороформом, переэкстракции в хлороформ, очистке полученного экстракта от мешающих анализу веществ на концентрирующем патроне Диапак С16, и окончательным определением Никосульфурона методом ВЭЖХ с использованием ультрафиолетового детектора.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен и может применяться для определения остатков Никосульфурона в масле кукурузы в присутствии других пестицидов.

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

3.1. Средства измерений

Хроматограф жидкостный Уотерс-510 с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны и чувствительностью не ниже 0,005 единиц адсорбции на шкалу или другой аналогичного типа.

Весы аналитические ВЛА-200 ГОСТ 34104-80 Е

Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г ГОСТ 19491-74.

Колбы мерные на 10, 25, 50, 500 мл ГОСТ 1770-74.

Микрошприц для жидкостного хроматографа на 50-100 мкл фирмы Гамильтон.

pH-метр – милливольтметр pH 150М ГОСТ 22261

Пипетки мерные на 1,0; 2,0; и 5,0 мл ГОСТ 20292-74

Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Аналитический стандарт Никосульфурона с содержанием 99,5% д.в., фирма Сингента;

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

Вода бидистиллированная, деионизованная или перегнанная над KMnO4

н-Гексан, ч, ТУ-6-09-3375-78

Хлороформ (Фармакопея СССР)

Хлористый метилен, ГОСТ 12794-80

Кислота уксусная, ледяная, ГОСТ 61-75, 0,005%-ный водный раствор

Кислота хлороводородная, хч, ГОСТ 3118-77

Натрия гидроксид, хч, ГОСТ 11078-78,

Натрий хлористый, ГОСТ 4233-77

Натрий сернокислый, безводный, хч, ГОСТ 4166-76, предварительно прокаленный в муфельной печи при 600 °С в течение 4-х часов

Калий фосфорнокислый двузамещенный, 3-х водный, чда, ГОСТ 2493-75

Концентрирующие патроны Диапак С16, ТУ-4215-002-05451931-94 (БиоХимМак, Москва)

Универсальная индикаторная бумага

Стандартный раствор Никосульфурона в ацетонитриле - 1 мг/мл (хранить в холодильнике, срок годности 120 сут).

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

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Алонж прямой с отводом для вакуума для работы с концентрирующими патронами

Дистиллятор

Ванна ультразвуковая

Воронки делительные на 500 мл ГОСТ 25336-82Е.

Воронки конические, стеклянные диаметром 50-60 мм ГОСТ 25336-082Е

Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, Symmetry Shield RP8, зернение 5 мкм, фирма Уотерс.

Колбы конические, плоскодонные на 250 мл ГОСТ 9737-70

Концентраторы круглодонные, объемом 100 и 250 мл ГОСТ 10394-75

Насос диафрагменный

Палочки стеклянные

Испаритель ротационный вакуумный Буши, Ротавапор R-114 с баней RE-114

Стаканы стеклянные на 100 мл ГОСТ 25366-80Е.

Установка для перегонки растворителей

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 жидкостном хроматографе.

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

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

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

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

7. Подготовка к выполнению измерений

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил очищают путем перегонки.

7.1.2. Очистка гексана

Гексан встряхивают с концентрированной серной кислотой, промывают бледно-розовым раствором перманганата калия до тех пор, пока раствор не перестанет обесцвечиваться, затем промывают водой, сушат над безводным хлористым кальцием и перегоняют (А.Гордон, Р.Форд Спутник химика, Москва, 1976 г., с.441).

7.1.3. Очистка хлористого метилена хлороформа.

Хлористый метилен или хлороформ встряхивают с концентрированной серной кислотой, промывают водным раствором карбоната натрия, водой, сушат над безводным хлористым кальцием и перегоняют над оксидом (V) фосфора (А.Гордон, Р.Форд Спутник химика, Москва, 1976 г., с.440)

7.1.4. Очистка бидистиллированной воды.

Бидистиллят кипятят в течение 6 часов с марганцовокислым калием, добавленным из расчета 1 г/л и затем перегоняют.

7.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ и кондиционирование колонки.

7.2.1. Отмеряют мерным цилиндром 300 мл ацетонитрила, прозрачного при 254 нм, переносят в колбу на 1000 мл, добавляют 1 мл уксусной кислоты и 700 мл бидистиллированной воды, фильтруют, дегазируют.

7.2.2. . Кондиционирование колонки

Промыть колонку для ВЭЖХ системой ацетонитрил – вода - уксусная кислота (300-700-1) в течение 30 мин при скорости подачи растворителя 1 мл/мин. Включить детектор и подождать стабилизации базовой линии (5-15 мин).

7.3. Приготовление рабочих растворов

7.3.1. Приготовление 0,05 М раствора двузамещенного фосфорнокислого калия

5,7 г K_2HPO_4х $3H_2O$ переносят в мерную колбу на 500 мл, добавляют 200-300 мл бидистиллированной воды, перемешивают до полного растворения осадка, доводят водой до метки, проверяют pH полученного раствора с помощью потенциометра. Если pH раствора менее 9, доводят его до указанного значения с помощью 1 М раствора едкого натра, контролируя pH с помощью потенциометра.

7.3.2. Приготовление 1 М раствора гидроокиси натрия

20 г гидроксида натрия переносят в мерную колбу на 500 мл, добавляют 200-300 мл дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения и доводят водой объем в колбе до метки.

7.3.3. Приготовление 6 М раствора хлористоводородной (соляной) кислоты

Отбирают мерным цилиндром 246 мл концентрированной соляной кислоты и осторожно переносят в мерную колбу на 500 мл, куда предварительно наливают около 100 мл дистиллированной воды; затем раствор перемешивают и после охлаждения доводят водой объем в колбе до метки (при приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой).

7.4. Приготовление градуировочных растворов

10 мг Никосульфурона (аналитического стандарта) взвешивают в мерной колбе вместимостью 100 мл, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом (стандартный раствор №1, концентрация 100 мкг/см^3). Раствор хранится в холодильнике около 120 суток.

Методом последовательного разбавления исходного раствора №1 подвижной фазой готовят рабочие растворы Никосульфурона с концентрацией 0,1; 0,2; 0,4; 1,0 мкг/ см^3, которые могут храниться в холодильнике не более 3 сут.

7.5. Установление градуировочной характеристики

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

В испаритель хроматографа вводят по 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.2. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

7.6. Подготовка концентрирующего патрона Диапак-С16 для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения Никосульфурона.

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 мл/мин. При работе на патронах Диапак-С16 используют очищенную воду.

7.6.1. Подготовка концентрирующего патрона Диапак-С16.

Патрон Диапак-С16 устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 мл (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 10 мл ацетонитрила, затем 15 мл бидистиллированной воды. Элюат отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона!

7.6.2. Проверка хроматографического поведения Никосульфурона на концентрирующем патроне Диапак-С16.

Из стандартного раствора Никосульфурона в ацетонитриле, содержащего 1 мкг/мл, отбирают 1 мл, помещают в круглодонную колбу объемом 100 мл и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30°С.

Сухой остаток растворяют в 5 мл фосфатного буфера. Содержимое колбы интенсивно перемешивают и помещают в ультразвуковую ванну на 1-2 минуты, а затем пропускают с помощью медицинского шприца через предварительно подготовленный в соответствии с п. 7.6.1 патрон Диапак С16 со скоростью 1-2 капли в секунду.

Промывают патрон 10 мл 0,005%-ной уксусной кислоты. Элюат собирают в концентратор, выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы и хроматографируют.

Патрон сушат потоком воздуха и затем Никосульфурон элюируют 5 мл ацетонитрила в грушевидный концентратор на 100 мл. Растворитель выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не более 40°С досуха и хроматографируют.

Определяют фракции, содержащие Никосульфурон, и объединяют их. Высчитывают процент элюирования и необходимый объем элюанта.

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», № 2051-79 от 21.08.79 г.

Пробы кукурузного масла хранят в холодильнике в стеклянной таре при температуре 0-4 ^{0}С в течение не более 30 суток. Экстракцию сырого масла из семян проводят непосредственно перед началом подготовки к анализу.

9. Выполнение определения

9.1. Масло кукурузы.

9.1.1.Экстракция и очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Образец масла кукурузы массой 20 г помещают в химический стакан объемом 100 мл, прибавляют 40 мл гексана, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и переносят в сухую делительную воронку объемом 500 мл. Затем химический стакан обмывают двумя порциями гексана объемом по 30 мл и объединяют с раствором в делительной воронке. В воронку с гексановым раствора масла приливают 30 мл фосфатного буфера, предварительно обмыв им стаканчик, и осторожно встряхивают воронку в течение 1 мин. После разделения слоев в делительной воронке нижний эмульсионный водный слой собирают в коническую колбу объемом 250 мл, куда предварительно насыпают около 5 г хлорида натрия. Повторяют операцию еще раз, прилизя в воронку 30 мл фосфатного буфера. Гексан, оставшийся в воронке, отбрасывают.

Водный эмульсионный экстракт переносят обратно в делительную воронку и промывают его тремя порциями гексана объемом 50, 30 и 30 мл. Гексан отбрасывают. (Если эмульсия плохо расслаивается, то добавляют в нее 30-50 мл гексана и 30 мл буфера для лучшего разделения жидкостей).

Водный экстракт собирают в колбу и затем проверяют его pH на потенциометре; если pH окажется ниже 9, то экстракт подщелачивают 0,1 н раствором гидроокиси натрия. После этого водный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают хлороформом 3 раза, используя по 20 мл растворителя каждый раз. Хлороформ отбрасывают.

Оставшийся водный экстракт в воронке осторожно подкисляют 6 н соляной кислотой до pH – 3,0, тщательно контролируя pH, и переэкстрагируют Никосульфурон в дихлорметан, тремя порциями по 30 мл каждая. Дихлорметан собирают в концентратор, пропуская его через слой безводного сернокислого натрия. Водную фазу отбрасывают. Объединенный дихлорметановый экстракт выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°С досуха.

9.1.2. Очистка экстракта на концентрирующем патроне Диапак С16.

К сухому остатку в колбе, полученному после упаривания хлороформного экстракта по п. 9.1.1., добавляют 5 мл 0,05 М раствора двузамещенного фосфата калия. Содержимое колбы интенсивно перемешивают и помещают в ультразвуковую ванну на 1-2 минуты, а затем пропускают с помощью медицинского шприца через предварительно подготовленный в соответствии с п. 2.5.3 патрон Диапак С16 со скоростью 1-2 капли в секунду. Промывают

патрон 10 мл 0,005%-ной уксусной кислоты, сушат потоком воздуха. Затем Никосульфурон элюируют 5 мл ацетонитрила в грушевидный концентратор на 100 мл. Растворитель выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не более 40°С досуха.

Остаток растворяют в 1 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п.2.5.1.) и анализируют по п. 9.2.

9.2. Условия хроматографирования

Хроматограф "Waters" или другой с аналогичными характеристиками с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны.

Колонка стальная Symmetry Shield RP18, 4,6 мм х 25 см, зернением 5 мкм.

Температура колонки: 25°С.

Подвижная фаза: ацетонитрил - вода - уксусная кислота в соотношении 300:700:1

Длина волны 254 нм

Время удерживания Никосульфурона около 12,1 мин.

Чувствительность 0,005 ед. оптической плотности на шкалу.

Объем вводимой пробы 20 мкл.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в пределах 2-20 нг

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю площадь пика.

Образцы, дающие пики больше, чем стандартный раствор с концентрацией Никосульфурона 1,0 мкг/мл соответственно, разбавляют.

Количественное определение Никосульфурона проводят по методу абсолютной калибровки посредством сравнения с хроматограммами стандартных растворов Никосульфурона с концентрацией 0,1 – 1,0 мкг/мл.

10. Обработка результатов анализа

Для определения содержания Никосульфурона в пробах методом ГЖХ используют следующую формулу:

$$X = \frac{Sпр \cdot A \cdot V}{100 \cdot Sст \cdot m} \times P$$

где X - содержание Никосульфурона в пробе, мг/кг;

Sст - площадь пика стандарта, мВ;

Sпр - площадь пика образца, мВ;

А - концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

V - *объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;*

m - масса анализируемого образца, г;

P - содержание Никосульфурона в аналитическом стандарте, %.

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, Калинин А.В. мл. н. сотр., Третьякова О.А., инж.

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..

gost.e-ecolog.ru