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 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 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»

Руководитель федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный Государственный санитарный врач
Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

«10» апреля 2006 г.

МУК 4.1.2053-06
Дата введения: с 1 мая 2006.

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

1. Вводная часть.

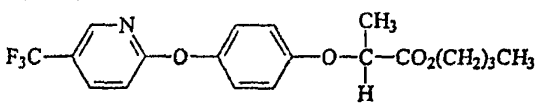
Фирма-регистрант: Агрохим XXI

Торговое наименование препарата: Легионер, КЭ.

Действующее вещество (д.в.): флуазифоп-П-бутил

Название д.в. по номенклатуре ИЮПАК: бутил (R)-2-[4-[(5-трифторметил-2-пиридилокси) фенокси] пропионат.

Структурная формула:



Эмпирическая формула д.в.: $C_{19}H_{20}F_3NO_4$.

Молекулярная масса д.в.: 383.4.

Химически чистое вещество: бесцветная жидкость. Температура плавления (стеклования): 20^{0}C. Температура кипения 154^{0}C (при 0.02 мм Hg). Давление пара при 20^{0}C: 0,033 mPa. K_{ow}logP= 4.5(20^{0}C). Растворимость при 20^{0}C в воде - 1,1мг/л. Растворяется в ацетоне, гексане, метаноле, дихлорметане, этилацетате, толуоле и ксилоле.

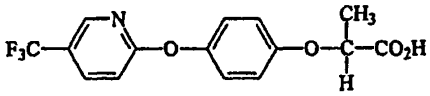
Стабильность: устойчив к действию ультрафиолета. Гидролизуется DT_{50}≥30 d(pH 5), DT_{50}≥78 дней (pH 7) , DT_{50}≥29 часов (pH 9) . В большинстве почв быстро разлагается, DT_{50} < 24 час.

Физиологически активная форма флуазифоп-П-бутила - свободная кислота. Гербицидная активность проявляется в результате образования в обработанных растениях флуазифопа-П. Эфир разрушается до кислоты в растениях в среднем в течение 1-2 недель в зависимости от вида растений.

Краткая характеристика флуазифоп-П кислоты:

Название по номенклатуре ИЮПАК: (R)-2-[4-(5-трифлуорометил-2-пиридокси)фенокси] пропионовая кислота.

Структурная формула:



Эмпирическая формула : $C_{15}H_{12}F_3NO_4$

Молекулярная масса : 327.3

Химически чистое вещество: бледно-желтая стеклообразная масса. Температура стеклования 4°С. K_{ow}logP= 3.1(pH 2.6 , 20°C), -0.8 (pP 7, 20°C). Растворимость при 20°С в очищенной воде 780 мг/л. Растворима в метаноле, этаноле, ацетоне и ксилоле. Стабильность: незначительно гидролизуется при pH 5,7 и 9 (25°С). В лабораторной почве (40% МНС, pH 5.3-7.7) DT_{50} - 2-9 дней (20°С), в поле DT_{50} < 4 недель. Флуазифоп-П-бутил мало токсичен для человека и теплокровных животных (LD_{50} для крыс 3680 мг/кг). Кислота средне токсична для человека и теплокровных животных.

Гигиенические нормативы, установленные в России: МДУ в семенах и масле рапса - 0.04 мг/кг, ВМДУ в семенах и масле подсолнечника и сои - 0.04 мг/кг, ВМДУ в зерне гороха 0.03 мг/кг, МДУ в луке 0.02 мг/кг.

Область применения: селективный послевсходовый гербицид, эффективен против однолетних и многолетних злаковых сорняков.

2. Методика определения 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

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении флуазифоп-П-бутила и флуазиоп-П кислоты - основного метаболита флуазифоп-П-бутила - методом капиллярной газожидкостной хроматографии с электронозахватным детектором и включает извлечение остаточных количеств флуазифоп-П бутила и флуазифопа-П из анализируемого объекта органическими растворителями, щелочной гидролиз эфира до кислоты, переэкстракцию после подкисления в органическую среду, бутилирование и очистку экстракта на колонке с силикагелем. Количественное определение флуазифоп-П-бутила проводят методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода.

Присутствие других пестицидов, близких по химическому строению и области применения, определению не мешает.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Метрологическая характеристика метода представлена в таблицах 1 и 2(см. приложение).

Таблица 1.

Объект анализа	Предел обнаружения мг/кг	Диапазон определяемых концентраций мг/кг	Среднее значение определения, % (для каждого объекта n=20)	Относительное стандартное отклонение S, %	Доверительный интервал среднего, n=20, P=0.95
Семена и масло рапса, подсолнечника и сои	0.02	0.02 – 0.2	76.0-85.4	4.7- 6.5	5.1
Зерно гороха	0,015	0,015 – 0,15	80.2	5.5	4.6
Лук	0,01	0,01- 0.1	81.4	6.6	5.1

2.2. Реактивы, растворы, материалы

Аналитический стандарт флуазифоп-П-бутила 95.1%
Азот газообразный высокой чистоты, ТУ 301-07-25-89.
Ацетон, осч, ТУ 2633-004-11291058-94.
Ацетонитрил для хроматографии, х.ч., ТУ 6-09-4326-76.
н-Бутанол, х.ч., ГОСТ 6006-78, свежеперегнанный.
Вода дистиллированная и перегнанная над $KMnO_4$ и щелочью.
н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78.
Калия гидроксид, ч.д.а., ГОСТ 24363-80.
Натрий сернокислый б/в, чда, ГОСТ 4166-76.
Натрий хлористый, чда, ГОСТ 4233-77.
Натрия гидроксид, ч.д.а., ГОСТ 4328-77.
Силикагель 60 (0.040-0.063 мм), производства "Мерк".
Соляная кислота, х.ч. ГОСТ 3118-77.
Фильтры бумажные, красная лента, ТУ 2642-001-42624157-98.
Фильтры бумажные, белая лента, ТУ 6-09-1678.
Эфир диэтиловый (серный), ОСТ 84-2006-88.
Этилацетат, х.ч., ГОСТ 22300-76 .
Этиловый спирт, ректификат (96%), ТУ 6-09-19100-77.

2.3. Приборы, аппаратура, посуда.

Хроматограф газовый "Кристалл 2000м" с ДЭЗ или аналогичный по своим техническим характеристикам.

Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая длиной 20 м, внутренним диаметром 0,53 мм с неподвижной фазой НР-1, толщина слоя - 0,53 мкм.
Весы аналитические типа ВЛА-200, ГОСТ 34104-80.
Весы лабораторные типа ВЛКТ-500, ГОСТ 24104-80.
Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.
Воронка Бюхнера, ГОСТ 0147
Воронки делительные емкостью 25, 250, 500 и 1000 мл, ГОСТ 25336-82.
Воронки химические конусные, ГОСТ 25336-82.
Индикаторная бумага универсальная, ТУ 6-09-1181-76.
Колбы-концентраторы емкостью 100 , 250 и 500 мл, ГОСТ 25336-82.
Колбы плоскодонные емкостью 300 мл, ГОСТ 25336-82.
Колбы мерные со шлифом емкостью 25, 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.
Мельница электрическая лабораторная, ТУ 46-22-236-79 или аналогичная.
Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-106.
Пипетки мерные емкостью 1, 2, 5 и 10 мл, ГОСТ 20292-74.
Пробирки мерные со шлифом емкостью 5,0 мл, ГОСТ 1770-74.
Стаканы химические на 100, 200 и 500 мл, ГОСТ 25336-82.
Стеклянные палочки.
Ротационный испаритель вакуумный Büchi R-200 или аналогичный.
Установка для упаривания растворителей в токе азота.
Ванна ультразвуковая "Серьга" УЗМ002 или аналогичная.
Баня водяная, ТУ 64-1-1411-76.
Хроматографические стеклянные колонки, длиной 350 мм, диаметром 10 мм.
Чашка фарфоровая, ГОСТ 9147-80Е.

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 методами.

2.4.2. Приготовление растворов

Основной стандартный раствор флуазифоп-П-бутила с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением в гексане 0,01 г аналитического стандарта в мерной колбе емкостью 100 мл. Раствор хранят в холодильнике при температуре +4-6^{0}С в течение месяца. Градуировочные растворы с концентрациями 0,2 , 0,4 , 1,0 и 2,0 мкг/мл готовят из основного раствора флуазифоп-П-бутила методом последовательного разбавления по объему гексаном.

Для внесения в лук используют градуировочные растворы с концентрацией 0.2, 0.4, 1.0, 2.0 мкг/мл в ацетоне.

Для внесения в семена и масло рапса, подсолнечника, зерно и масло сои используют растворы 0.5, 1, 2.5 и 5 мкг/мл, приготовленные из основного раствора разбавлением гексаном.

Для внесения в горох используют растворы 0.75, 1.5, 3.75 и 7.5 мгк/мл, приготовленные из основного раствора разбавлением смесью гексан:ацетон (1: 1).

Раствор для бутилирования: к 80 мл н-бутанола в мерной колбе на 100 мл осторожно добавляют 2 мл концентрированной серной кислоты, перемешивают и доводят до метки н-бутанолом. Раствор готовят непосредственно перед анализом.

2.4.3. Построение градуировочного графика.

Для построения градуировочного графика в инжектор хроматографа вводят по 1 мкл приготовленных градуировочных растворов с концентрациями 0,2, 0.4, 1.0, 2,0 мкг/мл. Осуществляют не менее трех параллельных измерений и находят среднее значение высоты (площади) хроматографического пика для каждой концентрации. Строят график зависимости высоты (площади) хроматографического пика в мм ($мм^2$) от концентрации стандарта в градуировочном растворе в мкг/мл.

2.4.4. Подготовка хроматографической колонки для очистки экстрактов

В нижнюю часть стеклянной колонки диаметром 10 мм и длиной 25-30 мм помещают тампон из промытой стекловаты. Приготавливают суспензию 5г силикагеля в гексане. Частично заполняют колонку гексаном и через воронку вливают суспензию сорбента непрерывной струей. Дают растворителю слиться через кран, чтобы сорбент осел и уплотняют сорбент легким постукиванием, не допуская падения уровня растворителя ниже уровня сорбента. Дополнительно в верхнюю часть колонки над сорбентом помещают слой безводного сульфата натрия (1-1.5 г). Через колонку пропускают последовательно 10 мл гексана и 10 мл исходного элюента - смеси гексан:этилацетат (9:1). Уровень растворителей над слоем сульфата натрия должен составлять 10-15 мм, после этого кран закрывают. Колонка готова к работе.

2.4.5. Подготовка приборов и средств измерения

Установка и подготовка всех приборов и средств измерения проводится в соответствии с требованиями технической документации.

2.5. Отбор и хранение проб.

Отбор проб семян рапса, сои, подсолнечника для анализа проводят в соответствии с ГОСТ 10852-86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб». Отбор проб гороха проводят в соответствии с ГОСТ 28674-90 «Горох. Требования при заготовке и поставке» или ГОСТ 5312-90 «Горох овощной свежий для консервирования». Отбор проб лука проводят в соответствии с ГОСТ 1723-86 «Лук репчатый свежий, заготовляемый и поставляемый» и ГОСТ 27166-86 «Лук репчатый свежий реализуемый».

Для длительного хранения аналитические пробы лука репчатого помещают в морозильную камеру с температурой -18^0С и хранят в закрытой полиэтиленовой таре.

Пробы семян рапса, сои, подсолнечника и гороха подсушивают до стандартной влажности и хранят в закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре при комнатной температуре.

Пробы масла рапса, сои, подсолнечника хранят в холодильнике при +4-6^0С в закрытой стеклянной таре.

2.6. Проведение определения.

2.6.1. Экстракция и очистка экстрактов

2.6.1.1. Семена рапса и подсолнечника, зерно сои и гороха.

Аналитическую пробу массой 25 г, растертых в ступке семян рапса, измельченных семян подсолнечника и зерна сои или 50 г зерна гороха помещают в плоскодонную колбу емкостью 250 мл заливают 100-150 мл ацетона и проводят экстракцию в ультразвуковой ванне в течение 10 мин. Суспензию фильтруют с помощью воронки Бюхнера (фильтр «белая лента») с последующей промывкой фильтра 50 мл ацетона. Экстракт переносят в делительную воронку емкостью 500 мл, добавляют 150 мл 0.5 % водного раствора гидроксида калия (pH 9, контроль по индикаторной бумаге) и выдерживают смесь в течение 1 часа. Затем в воронку добавляют 50 мл насыщенного раствора хлорида натрия и 50 мл гексана. Воронку встряхивают в течение 2-х минут и после разделения фаз отбирают нижний водно-ацетоновый слой, гексановый слой отбрасывают. Водно-ацетоновый слой повторно промывают 50 мл гесана в делительной воронке. Водно-ацетоновый слой собирают в плоскодонную колбу на 500 мл и подкисляют 2-3 мл концентрированной HCl (до pH 1-2, контролируя по индикаторной бумаге). Затем экстракт переносят в делительную воронку на 500 мл и экстрагируют флуазифоп-П 100 мл диэтилового эфира, экстракцию повторяют дважды порциями по 50 мл. Отделение диэтиловой фракции проводят после полного разделения слоев. Диэтиловый экстракт фильтруют в колбу-концентратор через слой безводного сульфата натрия и концентрируют на вакуумном роторном испарителе при температуре не выше 30^{0}C до объема 5-7 мл, затем до сухого остатка в токе азота при комнатной температуре. Сухой остаток бутилируют по п. 2.6.2.

2.6.1.2 Лук

Навеску лука 20 г, отобранную из усредненной измельченной пробы помещают в круглодонную колбу со шлифом на 250 мл, добавляют 50 мл этанола и 10 мл 40% водного раствора гидроксида натрия, слегка встряхивают и добавляют вторую порцию 50 мл этанола. Колбу помещают в водяную баню, присоединяют обратный холодильник и содержимое колбы кипятят в течение 1 часа. После этого колбу отсоединяют и быстро охлаждают под струей холодной воды, содержимое фильтруют через складчатый фильтр «красная лента» в делительную воронку емкостью 500 мл. Колбу и осадок на фильтре промывают 30 мл этанола. К содержимому делительной воронки добавляют 50 мл дистиллированной воды, 10 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия и несколько мл концентрированной HCl до pH 5, контролируя по индикаторной бумаге. Содержимое воронки перемешивают и добавляют 50 мл гексана. Воронку встряхивают в течение 2 минут и после разделения фаз, отбирают гексановый слой, пропуская его через безводный сульфат калия в колбу-концентратор на 250 мл. Водно-спиртовой слой еще дважды экстрагируют гексаном порциями по 50 мл и фильтруют в ту же колбу-концентратор. Объединенный экстракт концентрируют на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40^{0}C до объема 5-7 мл, затем досуха в токе азота при комнатной температуре. Сухой остаток бутилируют по п. 2.6.2.

2.6.1.3 Масло сои, рапса, подсолнечника

Аналитическую пробу масла массой 25 г растворяют в 100 мл гексана (насыщенного ацетонитрилом) в плоскодонной колбе емкостью 200 мл и переносят гексановый раствор масла в делительную воронку емкостью 500 мл. Колбу промывают 150 мл ацетонитрила (насыщенного гексаном) и также переносят его в воронку. Содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут. После разделения фаз нижний ацетонитрильный слой собирают в плоскодонную колбу объемом 500 мл. В делительную воронку добавляют еще 100 мл ацетонитрила и процедуру повторяют. К объединенному ацетонитрильному экстракту добавляют 150 мл 1% раствора гидроксида калия и выдерживают

смесь в течение 1 часа при комнатной температуре. Затем смесь переносят в делительную воронку на 1000 мл, добавляют 50 мл насыщенного раствора хлорида натрия и 100 мл гексана. Воронку встряхивают в течение 2 минут и после разделения фаз, собирают ацетонитрильный слой, который повторно промывают 100 мл гексана. Ацетонитрильный экстракт помещают в чистую делительную воронку на 1000 мл, подкисляют его несколькими мл концентрированной HCl до pH 1-2, перемешивают содержимое и добавляют 100 мл диэтилового эфира. Воронку встряхивают в течение 2 минут и после полного разделения фаз диэтиловую фракцию отбирают в колбу-концентратор на 250 мл, пропуская ее через слой безводного сульфата натрия. Водно-ацетонитрильный слой повторно экстрагируют 100 мл диэтилового эфира. Объединенный диэтиловый экстракт концентрируют на ротационном испарителе при температуре не выше 30^{0}С до объема 5-7 мл, затем досуха в токе азота при комнатной температуре. Сухой остаток бутилируют по п.2.6.2.

2.6.2. Бутилирование

К сухому остатку в концентраторе добавляют 1 мл 2 % раствора концентрированной серной кислоты в бутаноле. Реакцию проводят в плотно закрытом концентраторе в течение часа при 100^{0}С. По окончании реакции концентратор охлаждают и добавляют в него 10 мл гексана и 10-15 мл дистиллированной воды. Содержимое переносят в делительную воронку на 25 мл и встряхивают в течение 2-х минут. После разделения слоев верхний гексановый слой отделяют в чистый флакон (типа пенициллинового) емкостью 20 мл, пропуская через слой безводного сульфата натрия. Затем экстракт чистят на колонке с силикагелем. Для очистки на колонке с силикагелем гексановый экстракт выпаривают в токе азота при температуре 40^{0}С. Сухой остаток растворяют в 1 мл смеси гексан : этилацетат (9 : 1).

2.6.3. Очистка на колонке с силикагелем.

Доводят уровень элюента в колонке чуть выше слоя сорбента.
Раствор, подготовленный для очистки, из пипетки осторожно прикапывают в подготовленную колонку и сливают часть растворителя до уровня чуть выше слоя сорбента. Пробирку обмывают 1 мл смеси гексан : этилацетат (9:1) , прикапывают в колонку и снова сливают часть растворителя до уровня чуть выше сорбента. Тщательно смывают стенки колонки небольшим количеством элюента и снова сливают часть растворителя до уровня чуть выше сорбента. Осторожно заполняют колонку 20 мл гексана, стараясь не нарушить верхний слой набивки. Гексан пропускают через колонку и отбрасывают. Затем элюирование продолжают 10 мл смеси гексан:этилацетат (3 : 2), которые отбрасывают, следующие 10 мл того же элюента собирают в колбу-концентратор и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл гексана и хроматографируют.

2.6.4. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф «Кристалл 2000М» с электронозахватным детектором.
Колонка капиллярная кварцевая длиной 20 м, внутренним диаметром 0,53 мм с неподвижной фазой НР -1, толщина слоя - 1,5 мкм.
Температура колонки: программирование от 190^{0}С (1 мин) до 210^{0}С со скоростью 10^{0}С/мин. Температура испарителя 250^{0}С. Температура детектора 300^{0}С.
Расход газа-носителя (азот) - 10 см^3/мин, объем вводимой пробы 1 мкл.
Время удерживания флуазифоп-П-бутила 10мин 15с±5с.
Линейный диапазон детектирования: 0,2-2,0 нг.

2.6.5. Обработка результатов анализа

Содержание флуазифоп-П-бутила в пробе рассчитывают методом внешнего стандарта по формуле:

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

X – содержание флуазифоп-П-бутила (суммарно с флуазифоп-П) в пробе, мг/кг;
H – высота (площадь) пика анализируемого вещества, мм (мв х с),
$H_{ст}$ – высота (площадь) пика аналитического стандарта, мм (мв х с),
A – концентрация градуировочного раствора флуазифоп-П-бутила, мкг/мл,
V – количество экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл,
m – масса (г) аналитической пробы.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор флуазифоп-П-бутила 2 мкг/мл, разбавляют гексаном.

3.Требования техники безопасности

При работе с реактивами соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами (ГОСТ 12.1005-88). При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

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

Долженко В.И., Цибульская И.А., Карпова Л.М.
Всероссийский институт защиты растений, Санкт-Петербург.

gost.e-ecolog.ru