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 2006г.

Дата введения: с 1 мая 2006 г.

4.1.МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Методические указания
МУК 4.1.2052-06

---

1. Вводная часть

Фирма производитель Лонза, Швейцария. Для ЛПХ фирма производитель ООО «Зеленая аптека садовода»

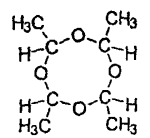
Торговое наименование препарата МЕТА

Название действующего вещества по номенклатуре ИСО: метальдегид

Синонимы CAS 108-62-3, Аритокс.

Название действующего вещества по ИЮПАК: R-2, C-4, C-6, C-8 - тетраметил -1,3,5,7 –тетраоксан, тетрамер.

Структурная формула



Эмпирическая формула $C_{18}H_{16}O_4$

Молекулярная масса 176,21.

Изомерный состав — основной компонент R–2,C–4,C–6,C–8–тетраметил–1,3,5,7–тетраоксан.

Химически чистый метальдегид — кристаллы белого цвета без запаха.

Давление паров 6,67 Па(25°С).

Температура плавления 246°С (в стеклянном капилляре).

Не кипит, сублимируется при температуре около 110÷120°С.

Коэффициент распределения октанол-вода K_{ow} log P=0,129 (при 20°С).

Температура вспышки 50,0÷55,0°С.

Растворимость в воде 200 мг/л (17°С).

Растворимость в органических растворителях в г/л: в гексане 5,21; толуоле 53; тетрагидрофуране 156; метиловом спирте 73. Хорошо растворим в бензоле, хлороформе, этиловом спирте, хуже в диэтиловом эфире.

Гидростабилен при pH 5, 7, 9 в течение 30 дней.

Фотостабилен при 25°С в буферном растворе при pH 7.

Метальдегид в почве быстро разлагается. В зависимости от типа почвы, влажности и температуря, DT_{50} варьируется от 1,4 до 6,6 дней, DT_{90} — от15 до 72 дней. Метальдегид в почве метаболизирует с образованием CO_2 (85%) и ацетальдегида (15%), который затем также разлагается до CO_2. Не образует связанных остатков.

Метальдегид в почве обладает низкой сорбционной способностью. В зависимости от типа почвы K_{oc}=50—173.

Транслокация метальдегида в плоды, корни, стебли и листья из почвы или из воздуха не происходит.

Краткая токсикологическая характеристика. Метальдегид относится к умеренно-токсичным пестицидам. Класс опасности 3.

$ЛД_{50}$ пероральная для мышей 425 мг/кг, крыс — 283 мг/кг. $ЛД_{50}$ оральная для собак 600÷1000 мг/кг. Острая накожная токсичность ($ЛД_{50}$) для крыс >5000 мг/кг, $ЛК_{50}$ ингаляционная для крыс >15000 мг/м^3.

В России установлены следующие гигиенические нормативы для метальдегида:

ДСД — 0,006 мг/кг веса тела (без обоснования). ДСД, рекомендуемая МНИИГ им. Ф.Ф. Эрисмана, — 0,02 мг/кг, исходя из NOEL в хроническом эксперименте на самцах крыс 2,0 мг/кг и коэффициента запаса 100.

ПДК в воде водоёмов не нормирована. ПДК в воде водоемов, рекомендуемое МНИИГ им. Ф.Ф. Эрисмана, — 0,001 мг/л.

ПДК в почве не нормирована. ОДК в почве, рекомендуемая МНИИГ им. Ф.Ф.Эрисмана, 1,0 мг/кг.

МДУ в зерне хлебных злаков, плодовых овощных культурах, винограде 0,7 мг/кг.

ВМДУ в цитрусовых (мякоть) 0,2 мг/кг.

Область применения препарата. Метальдегид — моллюскоцид.

Препарат повреждает слизистые клетки в пищеварительном тракте моллюсков. Период защитного действия 14÷21 день

Зарегистрирован в России под торговым названием МЕТА, Г (60г/кг) в качестве моллюскоцида для борьбы со слизнями в посевах овощных, плодовых, цветочных культур, ягодниках, цитрусовых, табаке, виноградной лозе, как в крупных хозяйствах, так и для ЛПХ при норме расхода 30 кг/га и 30 г на 10 м^2 по препарату соответственно. Применяется однократно путем рассеивания по поверхности почвы междурядьев растений, дорожкам.

2. Методика газохроматографического определения метальдегида в воде, почве, овощах, плодовых, ягодах и винограде

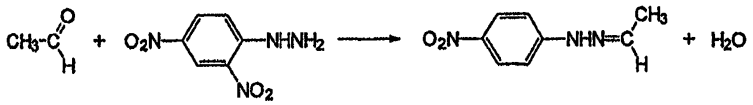
2.1. Основные положения

2.1.1 Принцип метода

Методика основана на извлечении метальдегида из исследуемого объекта хлористым метиленом, удалении из экстракта свободных альдегидов и кетонов раствором натрия мета-бисульфита, деполимеризации метальдегида соляной кислотой до ацетальдегида, получении по реакции с 2,4-динитрофенилгидразоном производного определяемого ацетальдегида

2,4-динитрофенилгидразон ацетальдегида (2,4-ДНФГ-А) и его последующего газохроматографического определения с термоионным детектором.

Реакция получения производного проходит по схеме:



2,4-ДНФГ

2,4-динитрофенил-гидразон ацетальдегида 2,4-ДНФГ-А

2.1.2 Избирательность метода.

Метод селективен в присутствии других пестицидов, но наличие в продуктах растительного происхождения и воде природных соединений, способных при кислотном гидролизе образовывать ацетальдегид, что подтверждено холостыми опытами, ограничивает снижение нижнего предела определения.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Метрологическая характеристика метода представлена в таблицах 1, 2.

2.2. Реактивы, растворы, материалы, приборы и оборудование

2.2.1.Реактивы, материалы и растворы

Метальдегид со степенью чистоты не менее 95%, Лонза, Швейцария.

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

Ацетальдегид, ч, ТУ 6–09–3844–74 или фирмы Мерк, ФРГ.

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.

2,4–Динитрофенил гидразин (2,4–ДНФГ), фирмы Ланкастер, CAS 119–26–6, Великобритания или ТУ 6–09–2394–77.

2,4–Динитрофенилгидразон ацетальдегида (2,4–ДНФГ–А), синтезируют в лабораторных условиях.

Кислота хлористоводородная, HCl, оч, ГОСТ 14261–77, концентрированная.

Натрия пиросульфит (натрия мета-бисульфит), $Na_2S_2O_5 \cdot 7H_2O$, чда, фирмы Флюка, 2%-ный раствор.

Насадки для газохроматографической колонки: Хромосорб W, AW, DMCS (100–120 меш) с 2% OV–17, Газхром Q (80–100 меш) с 5% OV–101.

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

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

Оксид алюминия, для хроматографии, основной, II степени активности по Брокману, фирмы Вёльм.

Спирт метиловый, хч, ГОСТ 6995–77.

Толуол, хч, ГОСТ 5789–78.

Хлористый метилен, чда, ГОСТ 12794–80.

2.2.2. Приборы и оборудование

Хроматограф Цвет 500 М с термоионным детектором или аналогичный.

Весы аналитические ВЛА-200, ГОСТ 34104-80 или аналогичные.

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

Водоструйный насос, ГОСТ 10696-74.

Встряхиватель механический, ТУ 64-673М.

Гомогенизатор.

Делительные воронки, ГОСТ 25336–82, вместимостью 250, 500 и 1500 мл.

Колбы грушевидные и круглодонные, ГОСТ 9737–70, вместимостью 50 и 250 мл с пробками на шлифах.

Колбы мерные, ГОСТ 1770–74, вместимостью 100 мл с пробками на шлифах.

Колбы конические, ГОСТ 9737–70, вместимостью 250 мл с пробками на шлифах.

Колбы плоскодонные, ГОСТ 9737–70, вместимостью 250 и 500 мл с пробками на шлифах.

Колонки хроматографические длиной 1 и 2 м, внутренним диаметром 3 мм, длиной 1,3 м, внутренним диаметром 2 мм.

Микрошприц, МШ–10, ГОСТ 20292–74.

Пипетки, ГОСТ 20292–77, вместимостью 1 и 5 мл с делениями.

Почвенное сито.

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

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

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770–74, вместимостью 100 мл.

2.3. Подготовка к определению

2.3.1. Приготовление стандартных растворов.

Стандартный раствор метальдегида в толуоле с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 10 мг метальдегида в мерной колбе вместимостью 100 мл сначала в небольшом количестве хлористого метилена, а затем доводят до метки толуолом. Стандартный раствор метальдегида стабилен в течение 6 месяцев при условии хранения в холодильнике.

2.3.2. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы метальдегида готовят следующим образом. Из стандартного раствора метальдегида пипеткой на 1 мл отбирают в круглодонные колбы вместимостью 500 мл 0,1; 0,3; 0,5 и 1,0 мл, что соответствует 10, 30, 50 и 100 мкг метальдегида. В каждую колбу добавляют по 200 мл хлористого метилена, а затем по 2 мл реагента 2,4–ДНФГ. Содержимое колб встряхивают в течение одного часа на механическом встряхивателе, а далее проводят все операции, описанные в п. 2.5.1 для рабочей пробы. Градуировочные растворы метальдегида готовят ежедневно.

2.3.3.Приготовление реагента 2,4– ДНФГ

Растворяют 0,25 г 2,4–ДНФГ в 100 мл смеси концентрированной HCl с дистиллированной водой (1:1) при нагревании на водяной бане. Раствор стабилен в течение одного месяца.

2.3.4. Приготовление 2%-ного раствора натрия мета-бисульфита).

Растворяют 2 г натрия пиросульфита (натрия мета-бисульфита) в 100 мл воды. Раствор готовят ежедневно.

2.3.5.Синтез 2,4–динитрофенилгидразон ацетальдегида [1].

Динитрофенилгидразон ацетальдегида (2,4–ДНФГ–А) получают следующим образом: две капли ацетальдегида растворяют в 3 мл реагента 2,4–ДНФГ. Выпавшие в осадок оранжевые кристаллы 2,4–ДНФГ–А фильтруют через пористый фильтр, сушат и перекристаллизовывают из метилового спирта. Высушенные кристаллы имеют $T_{пл.}$ 168°С.

Стандартные растворы 2,4–ДНФГ–А с содержанием 100 мкг/мл (раствор 1) и 5 мкг/мл (раствор 2).

2.3.6. Приготовление стандартного раствора 2,4-ДНФГ-А

Стандартный раствор 1 С содержанием 2,4ДНФГ-А 100мкг/мл получают растворением 10 мг 2,4–ДНФГ–А в мерной колбе на 100 мл в гексане. Для приготовления стандартного раствора 2 с содержанием 2,4-ДНФГ-А 5 мкг/мл, из стандартного раствора 1 в мерную колбу вместимостью 100 мл пипеткой переносят 5 мл раствора и доводят до метки гексаном. Растворы 1 и 2 стабильны в течение 6 месяцев при условии хранения в холодильнике.

2.3.7. Подготовка растворителей.

Для удаления возможного присутствия в растворителях следов альдегидов и кетонов все растворители, предварительно свежеперегнанные, обрабатывают раствором 2%-ного натрия мета-бисульфита. На 500 мл растворителя идет 20 мл раствора натрия-бисульфита, после чего растворитель промывают 20 мл дистиллированной воды, а затем сушат над безводным сульфатом натрия.

2.3.8. 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. 2.6.1) в режиме программирования температуры от 50 до 280°С со скоростью нагрева 2°С/мин, а затем в газотермическом режиме при 280°С в течение 6÷8 час.

Общую подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции. После подготовки и вывода прибора на режим, ежедневно колонку насыщают раствором 2,4–ДНФГ–А, последовательно вводя по 2 мкл (10 нг) из раствора 2 до получения постоянных по высоте пиков.

2.3.9.Приготовление колонки для очистки экстрактов

В хроматографическую колонку при закрытом кране внесят суспензию 6 г оксида алюминия в гексане. После осаждения сорбента открывают кран и удаляют избыток растворителя, не допуская осушения слоя сорбента. Слой гексана над поверхностью оксида алюминия ≈ 2-3 мм.

2.3.10. Приготовление элюирующей смеси для очистки экстракта

Элюирующую смесь готовя смешиванием хлористого метилена с гексаном в соотношении 2:1 по объёму.

2.4. Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», утвержденными Минздравом СССР 21 августа 1979 г., № 2051–79. Отобранные пробы воды, почвы, овощей, фруктов, ягод и винограда хранятся в холодильнике в течение пяти дней. При отсутствии условий проведения анализа в эти сроки, пробы почвы и образцов растительного происхождения держат в морозильнике.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Вода

Исследуемую воду (1 л) помещают в делительную воронку вместимостью 1500 мл, добавляют ~10 г кристаллического хлорида натрия и трижды экстрагируют метальдегид хлористым метиленом, порциями по 50 мл. Каждую порцию экстракта переносят в делительную воронку вместимостью 250 мл. К объединенному экстракту добавляют 20 мл 2%-ного раствора натрия мета-бисульфита и экстрагируют альдегиды и кетоны природного происхождения, присутствующие в экстракте. После разделения слоев, водную фракцию отбрасывают и эту операцию повторяют еще один раз тем же количеством раствора натрия мета-бисульфита. Органическую фазу дважды промывают дистиллированной водой, порциями по 30 мл, затем органический раствор количественно, с помощью хлористого метилена переносят в плоскодонную колбу вместимостью 500 мл и добавляют в колбу 2 мл реагента 2,4–ДНФГ. Содержимое колбы встряхивают в течение одного часа с помощью механического встряхивателя, а затем переносят в делительную воронку вместимостью 250 мл. После разделения слоев водную фазу отбрасывают, а органическую фазу трижды промывают водой, порциями по 15 мл. Органический раствор порциями фильтруют через слой безводного сульфата натрия, помещенного на крупнопористый фильтр Шотта в грушевидную колбочку вместимостью 50 мл. Каждую порцию фильтрата концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема ~1,5÷2 мл. Остаток на фильтре промывают 10 мл толуола, который также фильтруют в грушевидную колбочку. Последнюю порцию растворителя удаляют полностью. К сухому остатку пипеткой добавляют 0,5 мл гексана. Колбочку закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно обмывают растворителем. В хроматограф вводят 1 мкл полученного раствора.

2.5.2. Почва

Навеску предварительно просеянной через почвенное сито почвы (50 г), помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл и пипеткой равномерно наносят на её поверхность 10 мл дистиллированной воды. Колбу закрывают пробкой на шлифе и её содержимое тщательно перемешивают в течение пяти минут для полного увлажнения почвы. К увлажнённой почве добавляют 100 мл хлористого метилена и экстрагируют метальдегид с помощью механического встряхивателя в течение 30 мин. Экстракт пропускают через крупнопористый фильтр Шотта с помощью слабого вакуума и трижды промывают почву на фильтре хлористым метиленом, порциями по 30 мл. Фильтрат помещают в делительную воронку вместимостью 500 мл, добавляют 50 мл 2%-ного раствора натрия мета-бисульфита и экстрагируют альдегиды и кетоны природного происхождения, присутствующие в экстракте. После разделения слоёв водную фазу отбрасывают. Эту операцию повторяют ещё один раз тем же количеством раствора натрия мета-бисульфита. Органическую фазу дважды промывают дистиллированной водой, порциями по 50 мл. Промытый экстракт переносят в плоскодонную колбу вместимостью 500 мл, добавляют 2 мл реагента 2,4-ДНФГ и проводят деполимеризацию и дериватизацию выделившегося ацетальдегида с помощью механического встряхивания колбы в течение одного часа. Содержимое колбы количественно, хлористым метиленом, переносят в делительную воронку вместимостью 50 мл и раствор трижды промывают дистиллированной водой, порциями по 50 мл. Органическую фазу пропускают через слой безводного сульфата натрия, помещённого на крупнопористый фильтр Шотта, в круглодонную колбу вместимостью 250 мл. Осушитель на фильтре промывают 10 мл гексана. Из объединённого фильтрата с помощью ротационного вакуумного испарителя полностью удаляют растворитель. К сухому остатку пипеткой добавляют 10 мл гексана. Колбу закрывают пробкой на шлифе и её стенки тщательно обмывают растворителем. В хроматограф вводят 1 мкл полученного раствора.

2.5.3. Овощи (капуста, салат, Китайская капуста, шпинат, редис и др.), плодовые (яблоки, сливы и др.), ягоды (земляника, смородина), виноград

Измельчённые с помощью гомогенизатора пробы овощей, фруктов, ягод и винограда массой 50 г помещают в плоскодонную колбу вместимостью 500 мл, добавляют 100 мл хлористого метилена и проводят экстракцию метальдегида с помощью механического встряхивателя в течение 30 мин. Экстракт пропускают через стеклянный крупнопористый фильтр Шотта, который при необходимости подсоединяют к вакууму, в делительную воронку вместимостью 500 мл. Осадок на фильтре трижды промывают хлористым метиленом, порциями по 25 мл. К объединенному фильтрату добавляют 20 мл 2%-ного раствора натрия мета-бисульфита и экстрагируют альдегиды и кетоны природного происхождения, присутствующие в экстракте. После разделения слоев водную фракцию отбрасывают и эту операцию повторяют еще один раз тем же количеством раствора натрия-мета-бисульфита. Органическую фазу дважды промывают дистиллированной водой, порциями по 50 мл, затем переносят в плоскодонную колбу вместимостью 500 мл, добавляют 2 мл реагента 2,4–ДНФГ и содержимое колбы встряхивают в течение одного часа с помощью механического встряхивателя, затем содержимое колбы количественно переносят в делительную воронку вместимостью 500 мл. После разделения слоев водную фазу отбрасывают. Органическую фазу трижды промывают водой порциями по 20 мл, после чего органический раствор фильтруют через слой безводного сульфата натрия, помещенного на крупнопористый фильтр Шотта в круглодонную колбу вместимостью 250 мл. Осушитель на фильтре промывают 10 мл толуола и из объединенного фильтрата с помощью ротационного вакуумного испарителя полностью отгоняют растворитель. К сухому остатку пипеткой добавляют 10 мл гексана. Колбу закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно обмывают растворителем. В хроматограф вводят 1 мкл полученного раствора.

При необходимости проводят дополнительную очистку экстракта на колонке с оксидом алюминия. Для этой цели из круглодонной колбы с помощью ротационного вакуумного испарителя полностью отгоняют растворитель. Сухой остаток растворяют в 2 мл элюирующей смеси (хлористый метилен:гекан (2:1)) и количественно, этим же растворителем, общим объёмом 4 мл, переносят на подготовленную колонку. Дают возможность экстракту впитаться в сорбент, сбрасывая при открытом кране избыток растворителя со скоростью 1 кап/с в градуированный цилиндр на 25 мл, не допуская осушения сорбента. В колонку небольшими порциями добавляют элюирующую смесь и продолжают элюирование 2,4-ДНФГ-А. Отбирают 16 мл элюата, переносят его количественно гексаном в грушевидную колбу на 50 мл и с помощью ротационного вакуумного испарителя полностью отгоняют растворитель. К сухому остатку пипеткой добавляют 10 мл гексана, колбу закрывают пробкой на шлифе и её стенки тщательно обмывают растворителем. В хроматограф вводят 1 мкл полученного раствора.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов

2.6.1. Условия хроматографирования

Аликвотную часть раствора (1 мкл), полученную по п.п. 2.5.1, 2.5.2 и 2.5.3 вводят в хроматограф. Для установления абсолютного времени удерживания 2,4–динитрофенилгидразона ацетальдегида и «насыщения» колонки, в хроматограф ежедневно вводят последовательно по 2 мкл из стандартного раствора 2 (по 10 нг) до получения постоянных по величине пиков. Замеряют абсолютное время удерживания 2,4–ДНФГ–А.

Условия хроматографирования

	2% OV–17	5% OV–101
Насадка колонки	на хромосорб W-AW-DMCS (100-120 меш.)	на газхром Q (80-100 меш.)

Размер колонки: длина и внутренний диаметр, см×мм	100×3	200×3	130×2
Т термостата колонки, °С	220	250	200
Т испарителя, °С	230	250	210
Т детектора, °С	320	320	320
Рабочая шкала электрометра	$6{,}4 \cdot 10^{-11}$	$6{,}4 \cdot 10^{-11}$	$6{,}4 \cdot 10^{-11}$
Скорость потока азота, мл/мин	30	30	25
Скорость потока водорода, мл/мин	12÷15	12÷15	13
Скорость потока воздуха, мл/мин	120	120	170
Скорость протяжки ленты самописца, мм/час	240	240	240
Объем вводимой пробы, мкл	1	1	1
Линейный диапазон детектирования, нг	1–10	1–10	1–10
Абсолютное время удерживания 2,4–ДНФГ–А	3 мин 15 с	4 мин	2 мин 10 с

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом градуировочного раствора метальдегида с содержанием 10, 30, 50 и 100 мкг полученного по п. 2.3.1 и 2.5.2. по высоте пика, наиболее близкой к высоте пика рабочей пробы.

2.8. Обработка результатов анализа

Содержание метальдегида в анализируемой пробе (X) мг/кг (мг/л) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \cdot H_{рп} \cdot V}{H_{ст} \cdot V_{в} \cdot A}, \text{ мг/кг (мг/л)},$$

где

$C_{ст}$ — количество стандарта, введенного в хроматограф, нг;

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

$H_{ст}$ — высота пика стандарта, мм;

V — общий объем раствора, мл;

V_a — объем аликвоты, вводимой в хроматограф, мкл;

A — навеска анализируемой пробы в г или объем воды в мл.

3. Требования безопасности

При работе необходимо соблюдать все правила техники безопасности работы с пестицидами и легковоспламеняющимися жидкостями, а также «Правила техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемиологического режима и личной гигиены при работе в лечебных и санитарно-эпидемиологических учреждениях системы МЗ СССР», № 2455–81 от 20.10.1981 г.

4. Разработчики

Алдошина Т.В., с.н.с., Новикова К.Ф., к.х.н., с.н.с., Федеральное государственное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт химических средств защиты растений» (ФГУП «ВНИИХСЗР»), 109088, Москва, Угрешская 31, тел. (095) 679-34-27.

5. Литература

1. S. Selin, J.N. Seiber, "Gas Chromatographic Method for the Analysis of Metaldehyde in Crop Tissue", J. Agr. Food Chem, 1973, 21, 3, p. 430.
2. «Gas Chromatographic Method for Determination of Metaldehyde Residues in Strawberries», Lonsa Report № 2722r.
3. C.-A.Barras «Determination of (Metaldehyde) META in Soil with High-Performance Liquid Chromatography and Electrochemical Determination (HPLC-ELCD), and Gas Chromatography», Lonsa Report № 1415r.
4. D.Eicher. «Gas Chromatographic Determination of Metaldehide in Vegetables»

gost.e-ecolog.ru