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
МУК 4.1.2040-06
«10» апреля 2006 г.
Дата введения: с момента утверждения.

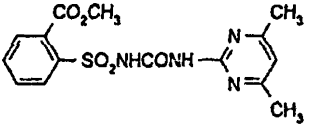
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению остаточных количеств сульфометурон-метила в воде и почве методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения в воде и почве массовой концентрации сульфометурон-метила в диапазонах 0,002 - 0,02 мг/дм^3; 0.02 – 0.4 мг/кг.

Сульфометурон-метил - действующее вещество препарата АККОРД, ВДГ (750 г/кг), фирма ООО «Агромир», Россия.

2-(4,6-диметилпиримидин-2-илкарбамоилсульфамоил)бензойная кислота. метиловый эфир (IUPAC)



$C_{15}H_{16}N_4O_5S$
Мол. масса 364.4

Бесцветное твердое вещество. Температура плавления 203-205^{0}C. Давление паров при 25^{0}C: $7{,}3\times10^{-11}$ мПа. Плотность: 1.48. Коэффициент распределения н-октанол-вода: K_{OW} logP = 1,18 (pH 5) – 0.51 (pH 7). Растворимость в органических растворителях при 25^{0}C (г/кг): дихлорметан - 15; ацетон – 3,3; ацетонитрил – 1.8; метанол - 0,55; этилацетат – 0,65; октанол – 0.14; толуол – 0.24; диэтиловый эфир – 0,06; гексан – менее 0,001. Растворимость в воде при 25^{0}C: 244 мг/дм^3 (pH 7).

Константа диссоциации pKa 5,2.

Водные суспензии устойчивы к гидролизу в нейтральной и щелочной средах (pH 7 – 9), гидролизуются в кислой среде: DT_{50} - 18 дней (pH 5).

Краткая токсикологическая характеристика:

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс > 5000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для кроликов > 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LK_{50}) для крыс > 11 мг/дм^3.

Область применения препарата

Препарат АККОРД, ВДГ (750 г/кг), д.в. сульфометурон-метил рекомендуется в качестве гербицида широкого спектра действия для борьбы с одно- и многолетними травянистыми и широколистными сорными растениями, а также древесно-кустарниковой растительностью на землях несельскохозяйственного использования (трасы газо- и нефтепроводов, насыпи и полосы отчуждения железных и шоссейных дорог, охранные зоны линий электропередач, аэродромы, контрольно-следовые полосы и другие промышленные территории).

Гигиенические нормативы для сульфометурон-метила калиевой соли:

ПДК в воде водоемов – 0,1. мг/дм^3.

ОДК в почве – 0,04 мг/кг.

1. Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода представлена в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Метрологические параметры. P = 0,95. n = 20				
	Предел обнаружения, мг/кг (дм^3)	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (дм^3)	Среднее значение извлечения %	Стандартное отклонение. S. %	Доверительный интервал среднего результата. ±%
Вода	0,002	0,002 – 0,04	88.33	3.18	4.4
Почва	0,02	0,02 – 0,4	72,72	2.80	3.9

Таблица 2

Полнота извлечения сульфометурон-метила из воды и почвы
(5 повторностей для каждой концентрации)

Среда	Внесено сульфометурон-метила мг/кг ($дм^3$)	Обнаружено сульфометурон-метила мг/кг ($дм^3$)	Полнота извлечения, %
1	2	3	4
Вода	0,002	$1,7247*10^{-3} \pm 0,1642*10^{-3}$	86.23
	0,004	$3,5564*10^{-3} \pm 0,3352*10^{-3}$	88.91
	0,02	0,0178284 ± 0,0019762	89.14
	0,04	0.0356136 ± 0,0035539	89.03
Почва	0,02	0,014401 ± 0,001249	72.00
	0,04	0,029249 ± 0,003070	73.12
	0,2	0,144336 ± 0,016485	72.17
	0,4	0,294336 ± 0,041011	73,58

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором после экстракции из анализируемой пробы воды (после подкисления) – хлористым метиленом, почвы – смесью ацетонитрил-бикарбонат натрия, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами, а также на колонке с кизельгелем (почва).

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирмы Perkin-Elmer, США)	Номер Госреестра 15945-97
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104
Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим	ГОСТ 7328

пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности +/- 0,038 г	
Иономер ЭВ-74	ГОСТ 22261
Колбы мерные 2-100-2, 2-250-2 и 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0, 2,0, 5,0, 10 $см^3$	ГОСТ 29227
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 10, 25, 50, 100, 500 и 1000 $см^3$	ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Сульфометурон-метил с содержанием действующего вещества 95,2% (фирма «Rotam India Ltd.»)	
Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ-6-09-4326-76
Вода деионизованная или перегнанная над $KMnO_4$	ГОСТ 6709
н-Гексан, хч	ТУ-6-09-3375
Кизельгель 60, для колоночной хроматографии. 30-60 мкм (Riedel-de-Haën, Германия)	
Кислота орто-фосфорная, хч, 85%	ГОСТ 6552
Метилен хлористый (дихлорметан), хч	ГОСТ 12794
Натрий двууглекислый (гидрокарбонат), хч	ГОСТ 83–79
Натрий гидроксид (натр едкий), чда	ГОСТ 4328
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166
Натрий фосфорнокислый однозамещенный, 2-водный ($NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$), чда	ГОСТ 245
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233
Этиловый эфир уксусной кислоты, ч	ГОСТ 22300

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

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Бумажные фильтры "красная лента", обеззоленные	ТУ 6-09-2678-77

Баня ультразвуковая фирмы Донау (Швейцария)	
Воронки делительные вместимостью 150 и 250 $см^3$	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Груша резиновая	
Колбы плоскодонные вместимостью 200 – 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 10, 100 и 250 $см^3$	ГОСТ 9737
Мембранные фильтры капроновые, диаметром 47 мм	
Насос водоструйный	ГОСТ 10696
Ректификационная колонна с числом теоретических тарелок не менее 50	
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi, Швейцария	ТУ 25-11-917-74
Сито с диаметром отверстий 1мм.	
Стаканы химические, вместимостью 100, 400 и 1000 $см^3$	ГОСТ 25336
Стекловата	
Стеклянная колонка длиной 25 см, внутренним диаметром 8-10 мм	
Стеклянные палочки	
Установка для перегонки растворителей	
Набор для фильтрации растворителей через мембрану	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 25 см, внутренним диаметром 4,0 мм, содержащая Кромасил 100 С18, зернением 8 мкм	
Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа вместимостью 50 – 100 $мм^3$	

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 жидкостной 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

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, подготовка буферных растворов, подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонке с кизельгелем.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора не менее 1 часа, после чего перегоняют, непосредственно перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом калия.

7.1.2. Очистка этилацетата

Этилацетат промывают последовательно 5%-ным водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют или подвергают ректификационной перегонке на колонне с числом теоретических тарелок не менее 50.

7.1.3. Очистка н-гексана

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты, до тех пор, пока она не перестанет окрашиваться в желтый цвет, водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.2. Приготовление 1 N раствора гидроксида натрия

В мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ помещают 10 г едкого натра, растворяют в 100 – 150 $см^3$ дистиллированной воды доводят водой до метки, тщательно перемешивают.

7.3. Приготовление 1М раствора орто-фосфорной кислоты

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 6,9 $см^3$ орто-фосфорной кислоты, доводят водой до метки, тщательно перемешивают.

7.4. Приготовление 0,1 М раствора бикарбоната натрия

Навеску бикарбоната натрия массой 2,1 г помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, растворяют в 150 – 200 $см^3$ дистиллированной воды, доводят водой до метки, перемешивают.

7.5. Подготовка фосфатного буферного раствора (pH 10)

Навески однозамещенного фосфата натрия ($NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$) массой 1.423 г и хлористого натрия (NaCl) массой 40 г помещают в химический стакан вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в 400 $см^3$ дистиллированной воды. Контролируют pH буферного раствора с помощью иономера, доводят значение до pH 10, применяя 1N раствор едкого натра.

7.6. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 440 $см^3$ ацетонитрила, 560 $см^3$ деионизованной воды и 1 $см^3$ 85%-ной орто-фосфорной кислоты перемешивают, фильтруют и дегазируют.

7.7. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.6) в течение 30 минут при скорости подачи растворителя 1 $см^3$/мин до установления стабильной базовой линии.

7.8. Приготовление градуировочных растворов и раствора внесения

7.8.1. Исходный раствор сульфометурон-метила для градуировки (концентрация 1 мг/$см^3$) В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,1 г сульфометурон-метила, растворяют в 50-70 $см^3$ ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают. Раствор хранится в холодильнике в течение 3-х месяцев.

Растворы № 1-6 готовят объемным методом путем последовательного разбавления исходного градуировочного раствора.

7.8.2. Раствор № 1 сульфометурон-метила для градуировки и внесения (концентрация 10 мкг/$см^3$) В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 1 $см^3$ исходного грудуировочного раствора с концентрацией 1 мг/$см^3$ (п. 7.8.1.), разбавляют ацетонитрилом до метки. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

Этот раствор используют для приготовления проб с внесением при оценке полноты извлечения сульфометурон-метила из исследуемых образцов.

7.8.3. Рабочие растворы № 2 - 6 сульфометурон-метила для градуировки (концентрация 0.05 - 1.0 мкг/$см^3$)

В 5 мерных колб вместимостью 100 $см^3$ помещают по 0.5, 1.0, 2.5, 5.0 и 10.0 $см^3$ градуировочного раствора №1 с концентрацией 10 мкг/$см^3$ (п. 7.8.2.), доводят до метки подвижной фазой (приготовленной по п. 7.6.), тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2 - 6 с концентрацией сульфоетурон-метила 0.05, 0.1, 0.25, 0.5 и 1,0 мкг/$см^3$, соответственно.

Растворы хранятся в холодильнике не более суток.

7.9. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика (отн. единицы) от концентрации сульфометурон-метила в растворе (мкг/$см^3$),

устанавливают методом абсолютной калибровки по 5-ти растворам для градуировки №№ 2 - 6.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.3. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

7.10. Подготовка колонки с кизельгелем для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 8-10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 4 г кизельгеля в 15-20 см^3 гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента, помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1,5 см. Затем промывают колонку 25 см^3 смеси гексан-этилацетат (7:3, по объему). Колонка готова к работе.

7.11. Проверка хроматографического поведения сульфометурон-метила на колонке с кизельгелем

В круглодонную колбу вместимостью 10 см^3 помещают 0,5 см^3 раствора № 1 для внесения с концентрацией сульфометурон-метила 10 мкг/см^3 (п. 7.8.2.), растворитель упаривают досуха, добавляют 1,5 см^3 этилацетата, помещают на ультразвуковую баню на 1 мин, вносят 3,5 см^3 гексана, перемешивают, вновь помещают на ультразвуковую баню на 1 мин и наносят на колонку, подготовленную по п. 7.10. Промывают колонку последовательно порциями по 25 см^3 смеси гексан-этилацетат в соотношении 8 : 2, затем 1: 1 по объему, элюат отбрасывают.

Затем колонку промывают 70 см^3 смеси гексан-этилацетат (2:8, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек. Фракционно (по 10 см^3) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, добавляют 1 см^3 подвижной фазы, перемешивают анализируют содержание сульфометурон-метила по п. 9.3.

Фракции, содержащие сульфометурон-метил, объединяют и вновь анализируют.

Устанавливают уровень вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

ПРИМЕЧАНИЕ: Проверку хроматографического поведения сульфометурон-метила следует проводить обязательно, поскольку профиль вымывания может изменяться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

8. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТами Р 51592-2000, 1743.01-83, 26950-89.

Отобранные пробы воды анализируют в день отбора или хранят при 4^0С в течение 3-х дней. Для длительного хранения пробы замораживают и хранят в морозильной камере при температуре ниже - 12^0С.

Пробы почвы подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

9. Выполнение определения

9.1. Вода

Анализируемый образец воды объемом 100 $см^3$ помещают в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, вносят 1,18 г однозамещенного фосфата натрия ($NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$), перемешивают до полного растворения соли, с помощью 1 N едкого натра доводят pH раствора до 10, осуществляя его контроль по иономеру. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, добавляют 25 $см^3$ смеси гексан-хлористый метилен (20:80, по объему), интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний органический слой сливают и отбрасывают. Операцию промывки водного раствора смесью гексан-хлористый метилен (20:80) повторяют еще дважды порциями по 15 и 10 $см^3$.

Водную фазу переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, подкисляют с помощью 1 М орто-фосфорной кислоты до pH 3, контролируя его значение по иономеру. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 150 – 250 $см^3$, добавляют 30 $см^3$ хлористого метилена, интенсивно встряхивают воронку в течение 2-х мин. Нижний органический слой собирают в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$. Операцию экстракции повторяют еще дважды, используя по 20 и 15 $см^3$ хлористого метилена. Объединенную органическую фазу фильтруют через слой безводного сульфата натрия, помещенный в конусную химическую воронку на бумажном фильтре «красная лента», в круглодонную колбу и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35^0С. Сухой остаток в колбе растворяют в 2-х $см^3$ ацетонитрила, добавляют 2 $см^3$ подвижной фазы, перемешивают и анализируют содержание сульфометурон-метила по п. 9.3.

9.2. Почва

9.2.1. Экстракция

Образец суховоздушной почвы массой 10 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 75 см^3 смеси ацетонитрил - 0,1М бикарбонат натрия в соотношении 3:1 (по объему) экстрагируют в течение 15 минут на ультразвуковой бане. После отстаивания супернатант переносят, фильтруя через бумажный фильтр "красная лента", в концентратор объемом 250 см^3. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя по 50 см^3 смеси ацетонитрил - 0,1М бикарбонат натрия в соотношении 3:1 и экстрагируя на ультразвуковой бане по 10 минут. После фильтрования экстракты объединяют в мерном цилиндре вместимостью 250 см^3 с пришлифованной пробкой, перемешивают, измеряют объем раствора, ½ его часть (эквивалентную 5 г почвы) переносят в круглодонную колбу. Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.2

9.2.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

Экстракт, полученный по п. 9.2.1. и помещенный в круглодонную колбу, упаривают на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка (~20 см^3) при температуре не выше 35^{0}С, внимательно следя за процессом и не допуская переброса жидкости при вспенивании. К водному остатку добавляют 30 см^3 фосфатного буферного раствора, pH 10 (п. 7.5), содержимое колбы тщательно перемешивают. Контролируют pH раствора на иономере, доводят его значение до 10 с помощью 1 N едкого натра.

Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3, добавляют 20 см^3 смеси гексан-хлористый метилен (20:80, по объему), интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний органический слой сливают и отбрасывают. Операцию промывки водного раствора смесью гексан-хлористый метилен (20:80) повторяют еще дважды порциями по 20 см^3.

Водную фазу переносят в химический стакан вместимостью 100 см^3, подкисляют с помощью 1 М орто-фосфорной кислоты до pH 3, контролируя его значение по иономеру. Раствор переносят в делительную воронку вместимостью 150 – 250 см^3, добавляют 30 см^3 хлористого метилена, интенсивно встряхивают воронку в течение 2-х мин. Нижний органический слой пропускают через слой безводного Na_2SO_4, помещенный в конусной воронке на бумажном фильтре, и собирают в круглодонной колбе вместимостью 250 см^3. Операцию экстракции повторяют еще дважды, используя

по 15 см^3 хлористого метилена. Объединенную органическую фазу, пропущенную через Na_2SO_4, упаривают досуха и подвергают дополнительной очистке на колонке с кизельгелем по п. 9.2.3.

9.2.3. Очистка экстракта на колонке с кизельгелем

Остаток, полученный по п. 9.2.2, находящийся в круглодонной колбе, растворяют в 1,5 см^3 этилацетата, помещая на ультразвуковую баню на 1 мин, добавляют 3,5 см^3 гексана, перемешивают, вновь помещают на ультразвуковую баню на 1 мин. Затем раствор наносят на колонку, подготовленную по п. 7.11. Колбу обмывают трижды порциями по 3 см^3 смеси гексан-этилацетат (7:3, по объему), которые также наносят на колонку. Промывают колонку последовательно порциями по 25 см^3 смеси гексан-этилацетат в соотношении 7:3, затем 1:1, по объему, элюат отбрасывают.

Сульфометкрон-метил элюируют с колонки 60 см^3 смеси гексан-этилацетат (2:8, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек, собирая элюат в круглодонную колбу. Раствор упаривают досуха при температуре не выше 35^{0}С, остаток в колбе растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, добавляют 1 см^3 подвижной фазы, перемешивают и анализируют содержание сульфометурон-метила по п. 9.3.

9.3. Условия хроматографирования

Измерения выполняют при следующих рёжимных параметрах:

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором Perkin-Elmer (США)

Колонка стальная, длиной 25 см, внутренним диаметром 4.0 мм, содержащая Кромасил 100 С 18, зернением 8 мкм

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил – вода - орто-фосфорная кислота

(44:56:0,1, по объему)

Скорость потока элюента: 1,0 см^3/мин

Рабочая длина волны: 230 нм

Чувствительность: 0,01 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 20 мм^3

Ориентировочное время выхода сульфометурон-метила: 6.3 - 6.5 мин

Образцы, дающие пики, большие, чем градуировочный раствор сульфометурон-метила с концентрацией 1,0 мкг/см^3, разбавляют подвижной фазой.

10. Обработка результатов анализа

Содержание сульфометурон-метила в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(A \times K) V}{m}, \text{ где}$$

X - содержание сульфометурон-метила в пробе, мг/кг;

A - концентрация сульфометурон-метила, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования. см^3:

m - масса (объем) анализируемого образца, г (см^3).

K – коэффициент пересчета, учитывающий объем экстрактов проб. используемый для анализа, равный для воды - 1, почвы – 2.

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.

Юдина Т.В., Федорова Н.Е., Волкова В.Н., Рогачева С.К. - Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана (ФНЦГ им. Ф.Ф.Эрисмана)

gost.e-ecolog.ru