**Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Определение остаточных количеств химических веществ в объектах окружающей среды, атмосферном воздухе, воздухе рабочей зоны и сельскохозяйственной продукции

## Сборник методических указаний МУК 4.1.1960, 4.1.1961, 4.1.1963—4.1.1980—05

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств химических веществ в объектах окружающей среды, атмосферном воздухе, воздухе рабочей зоны и сельскохозяйственной продукции: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007.—196 с.

1. Разработаны Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева, Учебно-научным консультационным центром «Токсикология пестицидов и агрохимикатов» (Калинин В. А., Калинина Т. С., Рыбакова О. И., Калинин А. В.).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно – гигиеническому нормированию Минздрава России (протокол № 1 от 31 марта 2005 г.).

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 21 апреля 2005 г.

4. Введены в действие с 1 июля 2005 г.

5. Введены впервые.

**ББК 51.21**

**© Роспотребнадзор, 2007**
**© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007**

## Содержание

Измерение концентраций Пропетамфоса методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1960—05 ..... 5
Определение остаточных количеств дифеноконазола в воде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1961—05 ..... 11
Определение остаточных количеств лямбда-Цигалотрина в корнеплодах моркови и луке-репке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1963—05 ..... 20
Определение остаточных количеств 3-гидроксикарбофурана (основного метаболита карбофурана) в корнеплодах и зелёной массе сахарной свёклы, в семенах и масле рапса (горчицы) методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1964—05 ..... 29
Определение остаточных количеств флутриафола в плодах яблони, ягодах и соке винограда методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1965—05 ..... 39
Определение остаточных количеств протиоконазола по его основному метаболиту протиоконазол-дестио в зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1966—05 ..... 47
Определение остаточных количеств крезоксим-метила в огурцах, томатах, ягодах и соке винограда методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1967—05 ..... 57
Определение остаточных количеств имазетапира в воде, почве, семенах и масле сои методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1968—05 ..... 67
Определение остаточных количеств ацетохлора в ботве, корнеплодах сахарной свеклы и корнеплодах моркови методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1969—05 ..... 77
Определение остаточных количеств фипронила и его метаболитов (МВ 46513, МВ 45950, МВ 46136) в зеленой массе пастбищных трав методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1970—05 ..... 84
Определение остаточных количеств хлорпрофама в картофельных чипсах методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1971—05 ..... 93
Определение остаточных количеств метрибузина в воде, почве, томатах и картофеле методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1972—05 ..... 103
Определение остаточных количеств эпоксиконазола в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1973—05 ..... 113
Определение остаточных количеств пираклостробина в зерне, соломе, зеленой массе и зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1974—05 ..... 122

Определение остаточных количеств метсульфурон-метила в семенах, масле и соломке льна методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1975—05 ..... 135
Определение остаточных количеств клопиралида в семенах, масле и соломке льна, в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1976—05 ..... 146
Определение остаточных количеств имидаклоприда в яблоках, капусте, ботве и корнеплодах свеклы, семенах кукурузы, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1977—05 ..... 158
Определение остаточных количеств глифосата в зерне и масле сои, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1978—05 ..... 169
Измерение концентраций протиоконазола в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1979—05 ..... 181
Определение остаточных количеств протиоконазола и его основного метаболита протиоконазола-дестио в воде, протиоконазола и протиоконазола-дестио по метаболиту протиоконазолу-дестио в почве методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1980—05 ..... 190

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
21 апреля 2005 г.
Дата введения: 1 июля 2005 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

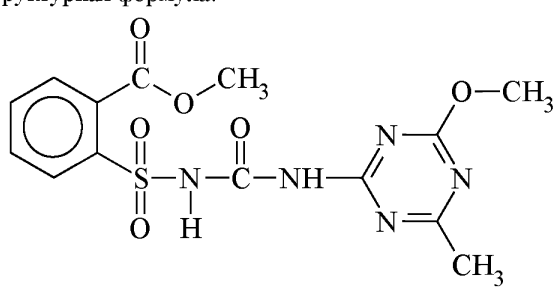
# Определение остаточных количеств метсульфурон-метила в семенах, масле и соломке льна методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

**Методические указания**
**МУК 4.1.1975—05**

## 1. Вводная часть

Действующее вещество: метсульфурон-метил.

Структурная формула:



Метил 2[[[[(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил)амино]карбонил]амино]сульфонил]бензоат.

Мол. масса: 381,4.

Эмпирическая формула: $C_{14}H_{15}N_5O_6S$.

Химически чистый метсульфурон-метил представляет собой бесцветные кристаллы с температурой плавления 158 °С, давлением паров 3,3 х $10^{-7}$ мРа (25 °С).

Коэффициент распределения в системе н-октанол-вода $K_{ow}$ lgP=-1,74 (pH 7).

Растворимость (г/л): в воде 0,55 (pH5), 2,79 (pH7), 213 (pH9) при 25 °С; дихлорметане – 121; ацетоне – 36; метаноле – 7,3; этаноле – 2,3; ксилоле – 0,58 (20 °С).

Стабилен на воздухе до 140 °С, в нейтральных и щелочных растворах при 25 °С.

Группа токсичности по ЕПА -1V, ВОЗ – III (табл. 5); $LD_{50}$ для крыс > 5 000 мг/кг.

*Область применения*: послевсходовый гербицид, применяется на зерновых культурах для борьбы с однолетними и некоторыми многолетними двудольными сорняками, в том числе устойчивыми к 2,4-Д видам.

## 2. Методика определения метсульфурон-метила в семенах, масле и соломке льна методом ВЭЖХ

### *2.1. Основные положения*

#### *2.1.1. Принцип метода*

Методика основана на определении метсульфурон-метила методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов органическим растворителем с последующей очисткой перераспределением между двумя несмешивающимися растворителями и на колонке с силикагелем.

#### *2.1.2. Метрологическая характеристика метода*

Метрологическая характеристика метода представлена в таблице.

Таблица

**Метрологическая характеристика метода**

| Объект анализа | Предел обнаружения, мг/кг | Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг | Среднее значение определения, % (для каждого объекта n = 24) | Относительное стандартное отклонение S, % | Доверительный интервал среднего, % n = 24, P = 0,95 |
|---|---|---|---|---|---|
| Семена | 0,01 | 0,01—0,1 | 86,2 | 5,9 | 5,2 |
| Масло | 0,01 | 0,01—0,1 | 86,5 | 6,1 | 5,3 |
| Соломка | 0,04 | 0,04—0,4 | 79,8 | 5,3 | 4,6 |

### *2.1.3. Избирательность метода*

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

## *2.2. Реактивы и материалы*

| | |
|---|---|
| Ацетон, осч | ТУ 6-09-3513—86 |
| Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч | ТУ 6-09-3534—87 |
| Бумажные фильтры «красная лента» | ТУ 6.091678—86 |
| Вода бидистиллированная, деионизированная | ГОСТ 6709—79 |
| Встряхиватель механический или аналогичны | ТУ 64–673М |
| Дихлорметан, хч | ТУ 6-09-3716—80 |
| Калий углекислый, хч | ГОСТ 4221—76 |
| Калий фосфорно-кислый 2-замещенный, 3-водный, чда, 0,1М водный раствор | ГОСТ 2493—75 |
| Калия перманганат | ГОСТ 20490—75 |
| Кальция хлорид, хч | ГОСТ 4161—77 |
| Кислота ортофосфорная, имп. (Ferak, Германия) или хч, 2М и 0,005М водные растворы | ГОСТ 6552—80 |
| Кислота серная, хч | ГОСТ 4204—77 |
| Метсульфурон-метил, аналитический стандарт с содержанием д.в. 98 %, производства фирмы «Riedel de Haën AG» (Германия) | |
| Натрий двууглекислый | ГОСТ 83—79 |
| Натрий серно-кислый безводный, ч, свежепрокаленный | ГОСТ 4166—76 |
| Натрия гидроксид, хч | ГОСТ 4328—77 |
| н-Гексан, хч, свежеперегнанный | ТУ 2631-003-05807999—98 |
| Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил – 0,005М ортофосфорная кислота (28 : 72, по объему) | |
| Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0,040—0,063 mm) (Merck, Германия) | |
| Стекловата | |
| Фосфора пентоксид, ч | МРТУ 6-09-5759—69 |
| Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (60 : 40, по объему) | |
| Этиловый эфир уксусной кислоты, чда | ГОСТ 22300—76 |

### *2.3. Приборы и посуда*

| | |
|---|---|
| Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы «Waters» с УФ детектором (Waters 2487) с дегазатором и автоматическим пробоотборником или аналогичный | |
| Колонка Symmetry C-18 (250 х 4,6) мм, 5 мкм (Waters, USA) или аналогичная (например, Hypersil-MOS (C-8), 100 × 2,1) мм, 5 мкм; Symmetry C-18, (250 × 4,6) мм, 5 мкм (Waters); LiChrosphert C-18, (250 × 4,6) мм, ODS Zorbax (100 × 3) мм) | |
| Предколонка Waters Symmetry C-18 | |
| Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные | ГОСТ 34104—80Е |
| Установка ультразвуковая «Серьга» | ТУ 3.836.008 |
| Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая ЛМЗ | ТУ 1-01-0593—79 |
| Ротационный испаритель вакуумный ИР-1М или аналогичный | ТУ 25-11-917—74 |
| Бидистиллятор | |
| pH-метр универсальный ЭВ-74 | ГОСТ 22261—76 |
| Насос водоструйный | МРТУ 42861—64 |
| Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС | ГОСТ 10384—72 |
| Колбы круглодонные на шлифах КШ50 29-32 ТС | ГОСТ 10384—72 |
| Воронки лабораторные В-75-110 | ГОСТ 25336—82 |
| Воронки делительные ВД-3-500 | ГОСТ 8613—75 |
| Цилиндры мерные на 100, 250 и 1 000 см3 | ГОСТ 1774—74 |
| Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1 000 $см^3$ | ГОСТ 1770—74 |
| Пипетки на 1, 2, 5, 10 $см^3$ | ГОСТ 22292—74 |
| Колонки стеклянные (25 × 1) см | |

### *2.4. Отбор проб*

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объемов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов (№ 2051—79 от 21.08.79). Пробы семян и соломки льна для определения остатков в урожае хранят в бумажной или тканевой упаковке при комнатной температуре.

## *2.5. Подготовка к определению*

### *2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей*

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 мл растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 1,0 мл и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками. Гексан и хлористый метилен встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания свежей порции кислоты, затем промывают водой, 2 %-м раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют. Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 л ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г $K_2CO_3$). Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием. Этилацетат промывают равным объёмом 5 %-ного раствора двууглекислого натрия, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

### *2.5.2. Кондиционирование колонки*

Перед началом анализа колонку (Symmetry C-18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (1 мл/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1—2 ч.

### *2.5.3. Приготовление растворов*

Для приготовления 2М раствора ортофосфорной кислоты 200 г 98 % (или 225 г 87 %) кристаллической $H_3PO_4$ помещают в мерную колбу объемом 1 л, растворяют в 600 мл дистиллированной воды и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Для приготовления 0,005М раствора ортофосфорной кислоты 2,5 мл 2М раствора $H_3PO_4$ вносят в мерную колбу на 1 л и доводят до метки деионизированным бидистиллятом.

Для приготовления 1М раствора $K_2HPO_4$ 228 г кристаллического калия фосфорнокислого двузамещенного трехводного помещают в мерную колбу на 1 л, растворяют при перемешивании в 600 мл дистиллированной воды и доводят объем раствора до метки.

Для приготовления 0,1М раствора $K_2HPO_4$ 10 мл 1М раствора $K_2HPO_4$ помещают в мерную колбу на 1 л и доводят раствор до метки дистиллированной водой.

Для получения 50 %-го водного ацетона в колбе емкостью 1 л смешивают 500 мл ацетона с 500 мл дистиллированной воды.

Для приготовления подвижной фазы в колбе емкостью 1 л смешивают 350 мл ацетонитрила с 650 мл 0,005М раствора ортофосфорной кислоты.

Для приготовления элюента № 1 в колбе на 1 000 мл смешивают 600 мл н-гексана и 400 мл этилацетата.

Приготовление стандартного и градуировочных растворов:

Стандартный раствор с концентрацией 0,5 мг/мл. Берут точную навеску метсульфурон-метила (50 мг), переносят в мерную колбу на 100 мл, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки. Градуировочные растворы с концентрациями 0,1; 0,2; 0,5; 1,0 и 2,0 мкг/мл готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы (смесь ацетонитрил – 0,005М ортофосфорная кислота (35 : 65, по объему).

Стандартный раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0–4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

При изучении полноты определения метсульфурон-метила в семенах и соломке используют ацетонитрильные растворы вещества. Растворы внесения с концентрациями 0,1 и 1,0 мкг/мл готовят из стандартного раствора с концентрацией 0,5 мг/мл методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом. При изучении полноты определения метсульфурон-метила в льняном масле используют растворы вещества в изопропиловом спирте. Внесение в масло проводят следующим образом: 20 мг аналитического стандарта вносят в мерную колбу на 100 мл, растворяют его в 10 мл изопропилового спирта, доводят до метки льняным маслом и хорошо перемешивают. Затем колбу нагревают на водяной бане для удаления растворителя и отстаивают до получения однородного прозрачного раствора. Этот раствор разбавляют льняным маслом до получения требуемой концентрации метсульфурон-метила в масле.

### *2.5.4. Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация метсульфурон-метила в растворе) в хроматограф вводят по 20 мкл градуировочных растворов (не менее 3 параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4 точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют площади пиков и строят график зависимости

среднего значения площади пика от концентрации метсульфурон-метила в градуировочном растворе (мкг/мл).

*2.5.5. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта*

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 30 мл смеси гексан – этилацетат (60 : 40, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 50 мл этилацетата и 50 мл элюента № 1 со скоростью 1—2 капли в с, после чего она готова к работе.

*2.5.6. Проверка хроматографического поведения метсульфурон-метила на колонке с силикагелем*

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора метсульфурон-метила с концентрацией 10 мкг/мл. Отдувают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40 °С), остаток растворяют в 5 мл элюента № 1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 мл элюента № 1 и также вносят на колонку. Промывают колонку 50 мл элюента № 1, затем 100 мл этилацетата со скоростью 1—2 капли в с. Отбирают фракции по 10 мл каждая, выпаривают досуха, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.2) и анализируют на содержание метсульфурон-метила (п. 2.6.5).

Фракции, содержащие метсульфурон-метил, объединяют, выпаривают досуха, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют (п. 2.6.5). Рассчитывают содержание метсульфурон-метила в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

**Примечание**: параметры удерживания метсульфурон-метила и сопутствующих экстрактивных веществ могут меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

*2.5.7. Подготовка приборов и средств измерения*

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

### *2.6. Проведение определения*

#### *2.6.1. Определение метсульфурон-метила в масле*

Образец масла массой 20 г растворяют в 100 мл гексана, помещают раствор в делительную воронку объёмом 250 мл и переэкстрагируют метсульфурон-метил дважды дистиллированной водой, порциями по 50 мл, встряхивая смесь каждый раз в течение 2—3 мин и собирая нижний водный слой. Объединенный экстракт промывают трижды гексаном порциями по 50 мл, встряхивая смесь каждый раз в течение 2—3 мин. Верхний органический слой отбрасывают. К водному экстракту добавляют 10 мл 1М раствора $K_2HPO_4$ и промывают дважды хлористым метиленом порциями по 20 мл, встряхивая делительную воронку в течение 2—3 мин. Нижний органический слой отбрасывают.*

Внимание! Отделение водного слоя следует производить только после полного расслоения жидкостей в делительной воронке.

Водную фазу подкисляют 2М ортофосфорной кислотой до pH 3 и метсульфурон-метил экстрагируют хлористым метиленом трижды по 30 мл, встряхивая воронку каждый раз по 2—3 мин.* Верхний водный слой отбрасывают. Объединенную органическую фазу фильтруют через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10—15 мл хлористого метилена. Полученный раствор выпаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по п. 2.6.4.

#### *2.6.2. Определение метсульфурон-метила в семенах льна*

Навеску размолотых на лабораторной мельнице семян массой 20 г помещают в коническую колбу емкостью 250 мл и экстрагируют метсульфурон-метил 150 мл смеси ацетон–вода (50 : 50, по объёму) на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще с 150 мл водно-ацетоновой смеси. Из объединённого экстракта отбирают аликвоту, соответствующую 5 г образца. Ацетон удаляют на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С, объём водного раствора доводят до 100 мл дистиллированной водой, помещают в делительную воронку объёмом 250 мл и промывают трижды гексаном порциями по 50 мл, встряхивая смесь каждый раз в течение 2—3 мин и отбрасывая после расслоения верхний органический слой. К водному экстракту добавляют 10 мл 1М раствора $K_2HPO_4$ и промывают дважды хлористым метиленом порциями по 20 мл, встряхивая делительную воронку в течении 2—3 мин. Нижний органический слой отбрасывают.*

Водную фазу подкисляют 2М ортофосфорной кислотой до pH 3 и метсульфурон-метил экстрагируют хлористым метиленом трижды по 30 мл, встряхивая воронку каждый раз по 2—3 мин.* Верхний водный слой отбрасывают. Объединенную органическую фазу фильтруют через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10—15 мл хлористого метилена. Полученный раствор выпаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.4.

*2.6.3. Определение метсульфурон-метила в соломке льна*

Навеску измельченной на ножевой мельнице соломки льна массой 20 г помещают в коническую колбу емкостью 250 мл и экстрагируют метсульфурон-метил 75 мл ацетонитрила на встряхивателе в течение 1 часа. Суспензию фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр «красная лента». Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу и экстракцию повторяют с 75 мл ацетонитрила. Объединенные экстракты помещают в делительную воронку объёмом 250 мл и промывают трижды гексаном порциями по 30 мл, встряхивая смесь каждый раз в течение 2—3 мин и отбрасывая верхний гексановый слой. Экстракт выпаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток в колбе растворяют в 100 мл 0,1М раствора $K_2HPO_4$, помещая колбу на 5 минут в ультразвуковую ванну. Раствор помещают в делительную воронку объёмом 250 мл и промывают дважды гексаном порциями по 30 мл (верхний гексановый слой отбрасывают) и дважды хлористым метиленом порциями по 20 мл (нижний метиленхлоридный слой отбрасывают), встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 2—3 минут.*

Водную фазу подкисляют 2М ортофосфорной кислотой до pH 3 и метсульфурон-метил экстрагируют хлористым метиленом трижды по 30 мл, встряхивая воронку каждый раз в течение 2—3 мин (верхний водный слой отбрасывают).* Объединенную органическую фазу фильтруют через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10—15 мл хлористого метилена. Полученный раствор выпаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.4.

* В случае образования сравнительно стойких эмульсий для сокращения времени расслоения можно добавить в делительную воронку: на стадии промывки экстрактов гексаном и хлористым метиленом – небольшое количество (до 10 мл) этилового спирта, а на стадии переэкстракции – насыщенный раствор хлорида натрия (15—20 мл).

*2.6.4. Очистка на колонке с силикагелем*

Сухой остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п.п. 2.6.1—3 экстрактов масла и семян и соломки льна количественно переносят двумя 5-мл порциями смеси гексан – этилацетат (60 : 40, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п. 2.5.5). Промывают колонку 50 мл элюента № 1, которые отбрасывают. Метсульфурон-метил элюируют 90 мл этилацетата, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 250 мл. Раствор выпаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и 20 мкл раствора вводят в жидкостный хроматограф.

*2.6.5. Условия хроматографирования*

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы Waters с УФ детектором (Waters 2487).

Рабочая длина волны 223 нм.

Предколонка Waters Symmetry C-18 для защиты аналитической колонки.

1. Колонка Symmetry C-18 (250 х 4,6) мм, 5 мкм (Waters, USA). Подвижная фаза: ацетонитрил – 0,005М раствор ортофосфорной кислоты в соотношении 35 : 65. Скорость потока 1 мл/мин. Время удерживания метсульфурон-метила 12,8 ± 0,2 мин.

2. Колонка Nova-Pac C-18 (150 х 3,9) мм, 4 мкм (Waters, USA).

Температура колонки комнатная (в отсутствие термостатирования).

Подвижная фаза: ацетонитрил – 0,005М раствор ортофосфорной кислоты в соотношении 28 : 72 (по объему). Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Время удерживания метсульфурон-метила 9,8 ± 0,3 мин.

Объем вводимой пробы 20 мкл.

Линейный диапазон детектирования 0,1—2,0 мкг/мл.

*2.6.6. Обработка результатов анализа*

Количественное определение проводят методом абсолютной калибровки, содержание метсульфурон-метила в образце семян, масла или соломки льна (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_2 \cdot C \cdot V}{S_1 \cdot P}, \text{ где}$$

$S_1$ – площадь пика метсульфурон-метила в стандартном растворе, мм;

$S_2$ – площадь пика метсульфурон-метила в анализируемой пробе, мм;

V – объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, мл;

P – навеска анализируемого образца, г, (для воды – объем, мл);

C – концентрация стандартного раствора метсульфурон-метила, мкг/мл.

Содержание остаточных количеств метсульфурон-метила в анализируемом образце вычисляют как среднее из 2-х параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор метсульфурон-метила 2 мкг/мл, разбавляют неподвижной фазой для ВЭЖХ.

## 3. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости результатов измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-106. 2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

## 4. Требования техники безопасности

При проведении работы необходимо соблюдать требования инструкции «Основные правила безопасной работы в химической лаборатории», общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, а также инструкции по эксплуатации жидкостного хроматографа и электрооборудования до 400 В.

## 5. Разработчики

Цибульская И. А., Долженко В. И., Юзихин О. С. (ВНИИ защиты растений, Санкт-Петербург).

gost.e-ecolog.ru