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.

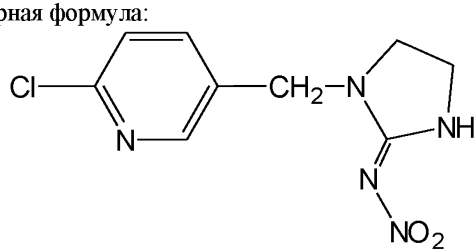
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств имидаклоприда в яблоках, капусте, ботве и корнеплодах свеклы, семенах кукурузы, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1977—05

1. Вводная часть

Действующее вещество: имидаклоприд.
Структурная формула:



1-(6-хлор-3-пиридилметил) –N-нитроимидазолидин-2-илиденамин (IUPAC).

1-[(6-хлор-3-пиридинил)метил]-N-нитро-2-имидазолидинимин (CA).

Брутто формула: $C_9H_{10}ClN_5O_2$.

Мол. масса: 255,7.

Химически чистый имидаклоприд представляет собой бесцветные кристаллы со слабым характерным запахом. Температура плавления 144 °С. Давление паров 4×10^{-7} мПа (20 °С), 9×10^{-7} мПа (25 °С). Коэф-

фициент распределения в системе н-октанол-вода K_{ow} lgP=0,57 (21 °С). Растворимость (г/л) при 20 °С: в воде – 0,61; дихлорметане – 55; изопропаноле – 1,2; толуоле –0,68; н-гексане < 0,1. Стабилен к гидролизу при pH 5–11.

Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс – 450 мг/кг. Острая дермальная токсичность LD_{50} (24 часа) для крыс – более 5 000 мг/кг. Не ирритант для глаз и кожи (кролики). Острая ингаляционная токсичность LC_{50} (4 часа) для крыс – более 5 323 мг/м^3 , 69 мг/м^3 воздуха (аэрозоль). LC_{50} (96 часов) для рыб – 211 (237) мг/л. Группа токсичности по EPA и ВОЗ – II.

Мутагенной и тератогенной активности в стандартных тестах не обнаружено.

Область применения: Имидаклоприд – системный инсектицид и инсекто-протравитель группы неоникотиноидов. Эффективно уничтожает листовую тлю, белокрылку, минёров, трипсов, колорадского жука, долгоносиков на хлопчатнике, рисе, картофеле, кукурузе, сахарной свекле, овощных культурах, цитрусовых, косточковых и семечковых плодовых в течение вегетационного периода. Может использоваться для обработки, как почвы, так и надземных органов растений.

Гигиенические нормативы для имидаклоприда в России.

МДУ в зерне кукурузы	– 0,1 мг/кг;
свекле	– 0,5 мг/кг;
капусте	– 0,1 мг/кг;
масле подсолнечника	– 0,2 мг/кг;
семенах подсолнечника	– 0,4 мг/кг.

2. Методика определения имидаклоприда в яблоках, капусте, ботве и корнеплодах свеклы, семенах кукурузы, семенах и масле подсолнечника методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении имидаклоприда методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов водно-ацетоновой смесью или ацетонитрилом 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 1

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
Яблоки	0,01	0,01—0,1	86,6	6,1	5,6
Капуста	0,01	0,01—0,1	82,9	5,7	5,0
Ботва свеклы	0,02	0,02—0,2	84,9	6,8	6,0
Корнеплоды свеклы	0,01	0,01—0,1	88,0	5,1	4,5
Семена кукурузы	0,01	0,01—0,1	83,9	5,9	5,2
Семена подсолнечника	0,01	0,01—0,1	84,3	6,2	5,4
Масло подсолнечника	0,01	0,01—0,1	84,2	6,9	6,0

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
Дихлорметан, хч	ТУ 6-09-3716—80
Имидаклоприд, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,9 % (Sigma–Aldrich)	
Калий углекислый, хч	ГОСТ 4221—76
Калия перманганат	ГОСТ 20490—75
Кальция хлорид, хч	ГОСТ 4161—77
Кислота серная, хч	ГОСТ 4204—77
Натрий двууглекислый	ГОСТ 83—79
Натрий серно-кислый безводный, ч., свежепрокаленный	ГОСТ 4166—76
Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328—77

н-Гексан, х.ч., свежеперегнанный	ТУ 2631-003-05807999—98
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил – вода (20 : 80, 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 (50 : 50, по объему)	
Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (10 : 90, 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 × 4,6) мм, 5 мкм (Waters).	
Предколонка Waters Symmetry C-18.	
Весы аналитические ВЛА-200, или аналогичные	ГОСТ 34104—80Е
Гомогенизатор	МРТУ 42-1505—63
Установка ультразвуковая «Серьга»	ТУ 3.836.008
Мельница 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 42 861—64
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС	ГОСТ 10384—72
Колбы круглодонные на шлифах КШ10 и КШ250 29-32 ТС	ГОСТ 10384—72
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25 336—82
Воронки делительные ВД-3-500	ГОСТ 8613—75
Цилиндры мерные, вместимостью 50, 100, 500 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Колбы мерные, вместимостью 25, 50, 100 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74

Пипетки мерные, вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$ ГОСТ 20292—74
Колонки стеклянные (25 × 1) см

2.4. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с действующим ГОСТом. Пробы семян для определения остатков в урожае хранят в бумажной или тканевой упаковке при комнатной температуре. Пробы ботвы и корнеплодов свеклы, капусты и яблок хранят до анализа в морозильной камере при температуре не выше –18 °С в течение месяца. Перед анализом их гомогенизируют.

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 %-го 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 получения 50 %-го водного ацетона в колбе емкостью 1 л смешивают 500 мл ацетона с 500 мл дистиллированной воды, используя мерные цилиндры.

Для получения 75 %-го водного ацетона в колбе емкостью 1 л смешивают 750 мл ацетона и 250 мл дистиллированной воды, используя мерные цилиндры.

Для приготовления 1М раствора NaOH 40 г едкого натра помещают в мерную колбу ёмкостью 1 000 $см^3$, растворяют при перемешивании в 600 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объём раствора до метки.

Для приготовления 0,02М раствора NaOH 20мл 1М раствора едкого натра помещают в мерную колбу ёмкостью 1 000 $см^3$ и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с водой в соотношении 20 : 80 по объему, используя мерные цилиндры.

Для приготовления элюента № 1 в колбе на 1 000 мл смешивают 500 мл н-гексана и 500 мл этилацетата. Для приготовления элюента № 2 в колбе на 1 000 мл смешивают 100 мл н-гексана и 900 мл этилацетата.

Приготовление стандартного и градуировочных растворов

Стандартный раствор с концентрацией 0,5 мг/мл. Берут точную навеску имидаклоприда (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 : вода (20 : 80, 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 имидаклоприда используют ацетонитрильные растворы вещества. Для внесения в капусту, яблоки, ботву и корнеплоды свеклы, семена кукурузы и подсолнечника растворы 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. Растворы для внесения в масло готовят из стандартного раствора с концентрацией 0,5 мг/мл методом последовательного разбавления по объему изопропиловым спиртом.

2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация имидаклоприда 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 имидаклоприда 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 (50 : 50, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 30 мл элюента № 2 и 30 мл элюента № 1 со скоростью 1—2 капли в с, после чего она готова к работе.

2.5.6. Проверка хроматографического поведения имидаклоприда на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора имидаклоприда 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 120 мл элюента № 1, которые отбрасывают, затем 100 мл элюента № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 мл каждая, упаривают, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3) и анализируют на содержание имидаклоприда по п. 2.6.7.

Фракции, содержащие имидаклоприд, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют по п. 2.6.7. Рассчитывают содержание имидаклоприда в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

Примечание: параметры удерживания имидаклоприда 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. Извлечение имидаклоприда из проб яблок, капусты, ботвы и корнеплодов свеклы

Навеску гомогенизированных яблок, капусты или корнеплодов свеклы, массой 20г помещают в коническую колбу ёмкостью 250 мл, приливают 100 мл смеси ацетон–вода (3 : 1, по объёму) и экстрагируют в течение 15 мин на ультразвуковой ванне. Суспензию фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр «красная лента». Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу и экстракцию повторяют с 50 мл 75 %-го водного ацетона. Объединенные экстракты упаривают до водного остатка (45—50 мл) на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Объём экстракта доводят до 100 мл дистиллированной водой. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.5.

2.6.2. Извлечение имидаклоприда из проб ботвы свеклы

Навеску гомогенизированной ботвы свеклы, массой 20 г помещают в коническую колбу ёмкостью 250 мл, приливают 100 мл смеси ацетон–вода (1 : 1, по объёму) и экстрагируют в течение 15 мин на ультразвуковой ванне. Суспензию фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр «красная лента». Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу и экстракцию повторяют с 50 мл 50 %-го водного ацетона. Из объединённого экстракта отбирают аликвоту, соответствующую 10 г ботвы. Экстракт упаривают до водного остатка (40—45 мл) на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Объём экстракта доводят до 100 мл дистиллированной водой. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.5.

2.6.3. Извлечение имидаклоприда из проб семян кукурузы и подсолнечника

Навеску размолотых на лабораторной мельнице семян кукурузы и подсолнечника (20г) помещают в коническую колбу ёмкостью 250 мл, приливают 75 мл ацетонитрила и экстрагируют в течение 15 мин на ультразвуковой ванне. 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 упаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 50 мл ацетона, выдерживая в течение 5 мин на ультразвуковой ванне. К экстракту добавляют 50 мл дистиллированной воды. Экстракт упаривают до водного остатка (45—50 мл) на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Объём экстракта доводят до 100 мл дистиллированной водой, фильтруют через фильтр «красная лента». Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.5.

2.6.4. Извлечение имидаклоприда из проб масла подсолнечника

Навеску масла массой 20 г растворяют в 100 мл гексана, помещают в делительную воронку ёмкостью 250 мл и экстрагируют имидаклоприд трижды дистиллированной водой порциями по 30мл, встряхивая смесь каждый раз в течение 2—3 мин и собирая нижний водный слой. Объём экстракта доводят до 100 мл дистиллированной водой, фильтруют через фильтр «красная лента». Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.5.

2.6.5. Очистка экстрактов

Полученные по п.п. 2.6.1— 2.6.4 водные экстракты промывают в делительной воронке трижды гексаном порциями по 30 мл объёмом 250 мл (верхний органический слой отбрасывают), встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 1—2 мин. Водную фазу экстрагируют трижды хлористым метиленом порциями по 30 мл, встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 2—3 мин и собирая нижний органический слой*. Объединённый метиленхлоридный раствор промывают в делительной воронке дважды 0,02М раствором NaOH порциями по 30 мл, пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10—15 мл хлористого метилена. После этого экстракт выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре

* В случае образования сравнительно стойких эмульсий для сокращения времени расслоения можно добавить в делительную воронку: на стадии промывки экстрактов гексаном – небольшое количество (до 5 мл) этилового спирта, а на стадии переэкстракции – насыщенный раствор хлорида натрия (15—20 мл).

не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.6**.

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

2.6.6. Очистка на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п. 2.6.5 экстрактов растительных материалов, количественно переносят двумя 5-мл порциями смеси гексан – этилацетат (50 : 50, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п. 2.5.5). Промывают колонку 120 мл элюента № 1. Элюат отбрасывают. Имидаклоприд элюируют 70 мл элюента № 2, 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.

2.6.7. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы Waters с УФ детектором (Waters 2487) или другой с аналогичными характеристиками.

Рабочая длина волны 268 нм.

Предколонка Waters Symmetry C-18 для защиты аналитической колонки.

Колонка Symmetry C-18 (250 x 4.6) мм, 5 мкм (Waters, USA).

Подвижная фаза: ацетонитрил – вода в соотношении 20 : 80. Скорость потока 1 мл/мин. Время удерживания имидаклоприда 11,9 ± 0,2 мин.

Объем вводимой пробы 20 мкл.

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

2.6.8. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной градуировки, содержание имидаклоприда в образцах растительных материалов (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

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

** В случаях, когда очистка экстрактов контрольных проб (п. 2.6.4) дает удовлетворительные результаты дополнительную очистку на колонке с силикагелем можно исключить.

S_1 – площадь пика имидаклоприда в стандартном растворе, мм^2;

S_2 – площадь пика имидаклоприда в анализируемой пробе, мм^2;

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

P – навеска анализируемого образца, г;

C – концентрация стандартного раствора имидаклоприда, мкг/мл;

R – коэффициент извлечения имидаклоприда.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор имидаклоприда 2 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

3. Требования техники безопасности

При проведении работы необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе в химических лабораториях, а также инструкции по эксплуатации жидкостного хроматографа и других используемых приборов.

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

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

gost.e-ecolog.ru