Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний

Выпуск 4
Часть 7
МУК 4.1.1449—4.1.1452—03

Издание официальное

Москва • 2006

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний

Выпуск 4
Часть 7
МУК 4.1.1449—4.1.1452—03

ББК 51.23+51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2006.—48 с.—Вып. 4.—Ч. 7.

ISBN 5—7508—0649—9

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (чл.-корр. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. А. В. Довгилевич); при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов). Разработчики методик указаны в конце каждой из них.

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по госсанэпиднормированию при Минздраве России.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко 24 июня 2003 г.

4. Введены с 30 июня 2003 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.23+51.21

Редакторы Л. С. Кучурова, Е. И. Максакова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 10.10.06

Формат 60x88/16 Печ. л. 3,0

Тираж 500 экз. Заказ 34

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
113105. Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел. 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2006
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2006

Содержание

Определение остаточных количеств ацифлуорфена в почве, воде, зерне и масле сои хроматографическими методами 4
Определение остаточных количеств биспирибака-натрия в почве, воде, зерне и зеленой массе риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии 17
Определение остаточных количеств глюфосината аммония и его метаболита в воде, семенах и масле подсолнечника газохроматографическим методом 26
Определение остаточных количеств дикамбы в зерне, соломе, зеленой массе растений, воде и почве газожидкостной и тонкослойной хроматографией 38

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
24 июня 2003 г.
Дата введения – 30 июня 2003 г.

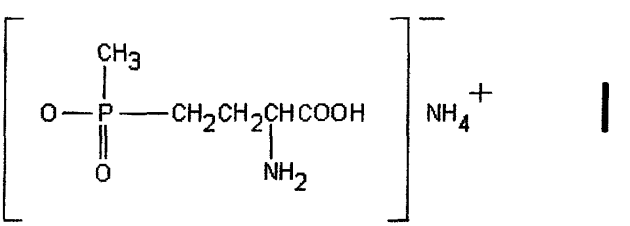
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств глюфосинат аммония и его метаболита в воде, семенах и масле подсолнечника газохроматографическим методом

Методические указания
МУК 4.1.1451—03

1. Вводная часть

Фирма-производитель: Авентис КропСайенс (Германия).
Торговое название: Баста, Либерти.
Действующее вещество: глюфосинат аммоний.
Аммоний DL-гомоаланин-4-ил-(метил)-фосфинат (ИЮПАК).



Эмпирическая формула: $C_5H_{15}N_2O_4P$.
Молекулярная масса: 198,2.
Кристаллический порошок со слабым специфическим запахом.
Температура плавления: 215 °С.
Давление паров при 20 °С: менее 0,1 мПа.
Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{OW} log $P < 0,1$.
Растворимость (г/л) при 20 °С: вода – 1370, ацетон – 0,16, этанол – 0,65, этилацетат – 0,14, толуол – 0,14, гексан – 0,2.

Вещество стабильно при нормальных условиях хранения, не гидролизуется в умеренно кислых и щелочных средах.

Достаточно быстро разрушается в воде и почве: DT_{50} в воде = 2—30 дней, DT_{50} в почве = 3—20 дней.

Гигиенические нормативы: ОДУ в воде – 0,01 мг/дм^3; в семенах и масле подсолнечника – 0,4 мг/кг.

Область применения препарата

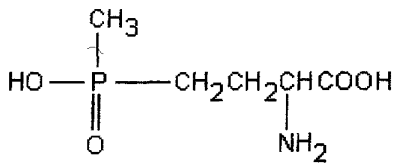
Глюфосинат аммоний (I) – неселективный контактный гербицид с ограниченной системностью, передвигающийся только внутри обработанных листьев. В процессе поступления в растение вещество диссоциирует и в клетках присутствует только глюфосинат свободная кислота (II). Гербицид используется для уничтожения однолетних и многолетних широколистных и злаковых сорняков в парах, посадках плодовых и цитрусовых культур, ягодных кустарниках и виноградниках путем направленного опрыскивания в период активного роста сорных растений, а также на овощных культурах при довсходовом применении препарата. Глюфосинат аммоний применяется также для десикации ботвы картофеля, подсолнечника, клещевины, люцерны и сеникации яровой пшеницы. Выпускается в виде водного раствора и эмульгирующего концентрата.

Проходит перерегистрацию в России и странах СНГ под торговым названием Баста (водный раствор, 150 г/л) в качестве десиканта на посевах подсолнечника при норме расхода препарата до 2,0 л/га (по д.в. до 0,3 кг/га) и однократной обработке в фазе начала естественного созревания семян при 70—80 % побуревших корзинок.

Глюфосинат аммоний в воде и растениях подвергается разрушению, в результате чего образуется 3-метилфосфино-пропионовая кислота (III).

Глюфосинат свободная кислота

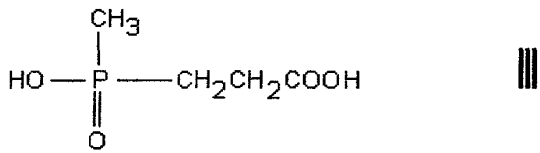
DL-гомоаланин-4-ил-(метил)-фосфиновая кислота (ИЮПАК)



Эмпирическая формула: $C_5H_{12}NO_4P$.

Молекулярная масса: 181,1.

Метаболит глюфосинат аммония.
3-метилфосфино-пропионовая кислота (ИЮПАК).



Эмпирическая формула: $C_4H_9O_4P$.
Молекулярная масса: 152,1.

2. Методика определения остаточных количеств глюфосинат аммония и его метаболита в воде, семенах и масле подсолнечника газохроматографическим методом

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на газохроматографическом определении глюфосинат аммония и его метаболита на неподвижной фазе FFAP с использованием термоионного детектора (ТИД) после экстракции веществ из воды анионообменной смолой, из семян и масла – водой и очистки экстрактов на анионообменной смоле Дауэкс-1×8, дериватизации веществ с помощью триметилортоацетата в кислой среде и последующей очистки полученных производных на колонке с силикагелем. В результате дериватизации глюфосинат аммония превращается в метил-4-(метоксиметил)фосфинил-2-ацетамидобутират (IV), а метаболит – в метил-3-(метоксиметил)фосфинилпропионат (V).

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при возделывании подсолнечника.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Таблица

Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$					
	предел обнаружения, мг/дм^3, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3, мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S, %	относительное отклонение, DS, %	доверительный интервал среднего, %
Глюфосинат аммоний						
Вода	0,005	0,005—0,05	84,7	5,4	2,7	± 5,8
Семена	0,2	0,2—2,0	88,4	4,8	2,4	± 5,0
Масло	0,2	0,2—2,0	87,6	4,8	2,4	± 5,1
3-метилфосфино-пропионовая кислота						
Вода	0,005	0,005—0,05	85,3	4,8	2,4	± 5,1
Семена	0,2	0,2—2,0	89,6	5,1	2,6	± 5,4
Масло	0,2	0,2—2,0	86,7	5,6	2,8	± 5,9

2.2. Реактивы, растворы и материалы

Глюфосинат аммоний /I/ с содержанием д.в. 99,2 % (Авентис КропСайенс, Германия)
Глюфосинат свободная кислота /II/ с содержанием д.в. 99,9 % (Авентис КропСайенс, Германия)
3-метилфосфино-пропионовая кислота (III) с содержанием д.в. 97,9 % (Авентис КропСайенс, Германия)
Метил-4-(метоксиметил)фосфино-2-ацетамидобутират /IV/ с содержанием д.в. 98,9 % (Авентис КропСайенс, Германия)
Метил-3-(метоксиметил)фосфино-пропионат /V/ с содержанием д.в. 98,8 % (Авентис КропСайенс, Германия)

Аммиак водный (28—30 % NH_3), чда	ГОСТ 3760—79
Вода дистиллированная или деионизованная	ГОСТ 7602—72
н-Гексан, ч	ТУ 6-09-3375—78
Кальция хлорид, хч	ГОСТ 4161—77
Кислота муравьиная (98 %), хч	ГОСТ 5848—73
Кислота уксусная, ледяная, хч	ГОСТ 61—75
Метилацетат, ч	ТУ 6-09-09-300—87

Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328—77
Натрия сульфат, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Спирт метиловый, хч	ГОСТ 6995—77
Толуол, хч	ГОСТ 5789—78
Триметилортоацетат (98 %) /Мерк, Германия/	
Элюенты для колоночной хроматографии: смеси метилацетат–метанол (95 : 5 и 8 : 2, по объему)	
Алюминия оксид для хроматографии нейтральный, I степени активности (8—10 мкм) /Серва, Германия/	
Анионообменная смола Дауэкс 1 × 8 (Cl^--форма, 100—200 меш) /Супелко, США/	
Азот газообразный, осч	ГОСТ 9293—74
Водород, получаемый из генератора водорода	ГОСТ 3023—80
Воздух из баллона	ГОСТ 9-010—80
Вата хлопковая	
Насадки для колонки Газ-хром Q с 2 % FFAP (0,15—0,2 мм)	
Силикагель для адсорбционной хроматографии (Серва, Германия) 1 степени активности или силикагель КСК (60—100 меш)	
Стекловата	
Фильтры бумажные «синяя лента»	ТУ 6-09-1678—77

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф газовый «Кристалл 2000 М» с ТИД на фосфорсодержащие вещества (с пределом детектирования по фосфору в метафосе не выше $1{,}7 \times 10^{-14}$ г/см^3)	
Колонка хроматографическая, стеклянная, 1 000 × 3 мм, неподвижная фаза – 2 % FFAP на Газ-хром Q (0,15—0,20 мм)	
Микрошприц емкостью 10 мкл МШ-10Ф	ТУ 64-1-2850
Баня ультразвуковая, модель D-50 (Branson Instr.Co., США)	
Весы аналитические типа ВЛР-200	ГОСТ 19401—74
Водоструйный насос	ГОСТ 10696—75
Встряхиватель механический	ТУ 64-1-1081—73
Иономер ЭВ-74 или аналогичный	ГОСТ 22261—76
Кофемолка, модель ИП-30	ГОСТ 23511—70

Плитка электрическая	ГОСТ 14919—83Е
Ротационный испаритель тип ИР-1М	ТУ 25-11-917—76
Центрифуга	МРТУ 42-219—69
Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147—73
Воронки делительные, вместимостью 250 мл	ГОСТ 25336—82
Воронки для фильтрования, стеклянные	ГОСТ 8613—75
Колба Бунзена	ГОСТ 5614—75
Колбы круглодонные на шлифе, вместимостью 100 мл	ГОСТ 9737—70
Колбы конические с притертыми пробками, вместимостью 250 мл	ГОСТ 25336—82
Колбы мерные, вместимостью 100 и 1000 мл	ГОСТ 1770—74
Колбы грушевидные, вместимостью 100 и 250 мл	ГОСТ 25336—82
Пипетки мерные, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл	ГОСТ 20292—74Е
Пробирки градуированные с притертыми пробками, вместимостью 5 мл	ГОСТ 10515—75
Холодильник обратный	ГОСТ 9737—70
Цилиндры мерные, вместимостью 50, 250 и 500 мл	ГОСТ 1770—74Е

2.4. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051-79 от 21.08.79).

Отобранные пробы семян хранят в стеклянной таре в холодильнике не более суток. Для длительного хранения семена досушивают до стандартной влажности и хранят в стеклянной таре при комнатной температуре. Перед анализом семена измельчают на кофемолке. Масло хранят в холодильнике.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы метилацетат сушат над хлористым кальцием и перегоняют. Метанол перегоняют.

2.5.2. Подготовка и кондиционирование колонки

Готовую насадку (2 % FFAP на Газ-хром Q) засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостат хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 250 °С в течение 8—10 ч.

2.5.3. Приготовление 10 %-го раствора муравьиной кислоты

В мерную колбу вместимостью 1 л, содержащую 200—300 мл деионизованной воды, добавляют 100 мл муравьиной кислоты (98 %), перемешивают и доводят до метки деионизованной водой.

2.5.4. Приготовление 1 М раствора гидроксида натрия

40 г NaOH переносят в мерную колбу на 1 л, добавляют 500—600 мл деионизованной воды, перемешивают до полного растворения осадка, охлаждают раствор до комнатной температуры и доводят водой до метки.

2.5.5. Приготовление 0,015 М раствора водного аммиака

Переносят 10 мл водного аммиака (содержит 28—30 % NH_3) в мерную колбу на 1 л, добавляют 500 мл деионизованной воды, перемешивают и доводят водой до метки.

2.5.6. Приготовление стандартных растворов

Отвешивают 139 мг метил-4-(метоксиметил)фосфинил-2-ацетамидобутирата (IV) и 100 мг метил-3-(метоксиметил)фосфинилпропионата (V) в отдельные мерные 100 мл колбы и вещества растворяют в метаноле. Концентрация этих веществ в растворах составляет 1 мг/мл в пересчете на эквивалент глюфосинат свободной кислоты (II). Основные стандартные растворы IV и V хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Отбирают по 1 мл основных стандартных растворов IV и V, переносят в мерную колбу на 100 мл, добавляют 50 мл метилацетата, перемешивают и доводят метилацетатом до метки. Полученный раствор содержит IV и V в концентрации 10 мкг/мл в пересчете на эквивалент II. Раствор хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Из полученного смесевого раствора готовят рабочие стандартные растворы с концентрациями 0,5, 1,0 2,5 и 5,0 мкг/мл путем соответствующего последовательного разбавления метилацетатом. Все растворы хранят в холодильнике не более одного месяца.

2.5.7. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 2 мкл рабочего стандартного раствора IV и V с концентрацией 0,5, 1,0 2,5 и 5,0 мкг/мл. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений и находят среднее значение площади хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости площади хроматографического пика в мВ · с от концентрации IV и V в растворе в мкг/мл (в эквивалентах II).

2.5.8. Приготовление растворов для фортификации

Отвешивают 109 мг глюфосинат аммония (I) в мерную колбу на 100 мл, добавляют 60—70 мл 0,015 М раствора водного аммиака, перемешивают до полного растворения вещества и доводят объем этим же растворителем до метки. Концентрация I в растворе (А) составляет 1 мг/мл в пересчете на эквивалент II. Раствор хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Отвешивают 84 мг III в мерную колбу емкостью 100 мл, добавляют 60—70 мл 0,015 М раствора водного аммиака, перемешивают до полного растворения вещества и доводят объем этим же растворителем до метки. Концентрация III в растворе (В) составляет 1 мг/мл в пересчете на эквивалент II. Раствор хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Переносят в мерную колбу на 100 мл по 1 мл растворов А и В и доливают 0,015 М раствор водного аммиака до метки. Концентрация I и III в растворе (С) составляет 10 мкг/мл в пересчете на эквивалент II. Раствор хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Переносят в мерную колбу на 100 мл по 1 мл растворов А и В и доливают ацетонитрил до метки. Концентрация I и III в растворе (D) составляет 10 мкг/мл в пересчете на эквивалент II. Раствор хранят в холодильнике не более 3 месяцев.

Раствор С используют для добавления в пробы семян, а раствор D в пробы масла при изучении полноты открывания глюфосинат аммония и его метаболита в элементах урожая подсолнечника.

2.5.9. Подготовка анионообменной смолы и колонки

Заливают 100 г анионообменной смолы Дауэкс 1 × 8 (Cl^--форма) /100—200 меш/ 1 л 1 М раствора гидроксида натрия и перемешивают суспензию в течение 2 мин. После 30-минутного стояния суспензию фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Смолу на фильтре промывают деионизованной водой до тех пор, пока pH фильтрата не снизится до 5,5—7. Обычно для приготовления 100 г смолы расходуют 3—5 л воды.

В нижнюю часть стеклянной колонки (1,2 × 25 см) помещают тампон из стекловаты и в колонку (при открытом кране) медленно выливают суспензию смолы в воде таким образом, чтобы высота столбика сорбента составила 12 см. Колонку промывают 30 мл деионизованной воды со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.10. Подготовка колонки с силикагелем

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1,2 см вставляют тампон из стекловаты, закрывают кран и

приливают около 5 мл метилацетата. Затем в колонку вносят суспензию 5 г силикагеля в 10 мл метилацетата. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 10 мл метилацетата со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.6. Описание определения

2.6.1. Экстракция глюфосинат аммония и метаболита

2.6.1.1. Вода. Образец воды объемом 100 мл вносят в подготовленную колонку с анионообменной смолой (п. 2.5.9) и пропускают через колонку со скоростью 1—2 капли в секунду. Промывают колонку 50 мл деионизованной воды и затем элюируют глюфосинат аммония и метаболит 80 мл 10 %-й муравьиной кислоты с указанной выше скоростью.

Элюат упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 55 °С в грушевидной колбе емкостью 100 мл. К остатку приливают 10 мл деионизованной воды и раствор упаривают досуха. Дальнейшие дериватизацию и очистку проводят по пп. 2.6.3 и 2.6.4.

2.6.1.2. Семена. Навеску (10 г) измельченного материала помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, добавляют 80 мл деионизованной воды и 20 мл гексана и суспензию перемешивают в течение 30 мин на аппарате для встряхивания. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Остаток на фильтре промывают 50 мл деионизованной воды. Объединенный фильтрат переносят в делительную воронку емкостью 200 мл, которую помещают в холодильник на 15 мин. Отбирают нижнюю водную фазу в мерный цилиндр емкостью 250 мл и доводят деионизованной водой до объема 200 мл. Отбирают аликвоту раствора (100 мл), эквивалентную 5 г растительного материала, в центрифужную пробирку и центрифугируют при 10 000 g в течение 15 минут. Надосадочную жидкость используют для дальнейшей очистки по п. 2.6.2.

2.6.1.3. Масло. Навеску (5 г) масла помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 20 мл гексана, перемешивают и добавляют 80 мл деионизованной воды. Эмульсию перемешивают в течение 30 мин на аппарате для встряхивания и затем переносят в делительную воронку. Коническую колбу ополаскивают 10 мл деионизованной воды и переносят в делительную воронку. Пропускают нижнюю водную фазу через стеклянный фильтр с тампоном из хлопковой ваты в грушевидную колбу емкостью 100 мл. Элюат упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 55 °С. Дальнейшие дериватизацию и очистку проводят по п.п. 2.6.3 и 2.6.4.

2.6.2. Очистка на колонке с анионообменной смолой

Аликвоту водного экстракта (из п. 2.6.1.2) вносят в подготовленную колонку с анионообменной смолой (п. 2.5.9) и раствор пропускают со скоростью 1—2 капли в секунду. Промывают колонку 50 мл деионизованной воды и затем элюируют глюфосинат аммоний и его метаболит 80 мл 10 %-ной муравьиной кислоты с указанной выше скоростью. Элюат упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 55 °С в грушевидной колбе емкостью 100 мл. К остатку приливают 10 мл деионизованной воды и раствор упаривают досуха.

2.6.3. Дериватизация

К сухому остатку (из п.п. 2.6.1.1, 2.6.1.3 и 2.6.2) приливают 3 мл ледяной уксусной кислоты, перемешивают и колбу помещают в УЗ-баню на 1 мин. Затем в колбу добавляют 12 мл триметилортоацетата и несколько стеклянных кипелок и снова подвергают УЗ-обработке в течение минуты. Реакционную смесь кипятят с обратным холодильником в течение 4,5 ч на электроплитке. К охлажденной реакционной смеси трижды добавляют по 15 мл толуола и каждый раз упаривают содержимое на роторном испарителе при температуре 45 °С до объема 1—2 мл. Дальнейшую очистку дериватов проводят по п. 2.6.4.

Примечание: При проведении дериватизации посуда и реактивы должны быть сухими.

2.6.4. Очистка на колонке с силикагелем

К раствору дериватов глюфосинат аммония и метаболита (из п. 2.6.3) добавляют 2 мл метилацетата и количественно переносят пипеткой в колонку с силикагелем (п. 2.5.10). Колбу промывают 2 мл метилацетата и переносят их в колонку. Дают растворителю стечь до верхнего слоя сорбента и затем промывают колонку 30 мл смеси метилацетат–метанол (95 : 5, по объему), которые отбрасывают. Дериваты глюфосинат аммония и метаболита элюируют с колонки 50 мл смеси метилацетат–метанол (8 : 2, по объему) со скоростью 1—2 капли в секунду. Элюат упаривают на роторном испарителе при температуре 40 °С до объема 0,5—1 мл. Раствор переносят в градуированную пробирку, колбу промывают 1 мл метилацетата, который также переносят в пробирку. Доводят метилацетатом объем в пробирке до 2 мл и анализируют на содержание дериватов по п. 2.7.

Примечание: При использовании новой партии сорбента или растворителей проводится проверка хроматографического поведения дериватов глюфосинат аммония и его метаболита на колонке.

2.7. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф «Кристалл 2000 М» с термоионным детектором на фосфорсодержащие вещества с пределом детектирования (по фосфору в метафосе) не выше $1,7 \times 10^{-14}$ г/см^3.

Колонка стеклянная, спиральная 1 000 × 3 мм; неподвижная фаза 2 % FFAP на Газ-хром Q (0,15—0,2 мм).

Температура колонки программированная. Начальная температура – 165 °С, выдержка – 5 мин; нагрев колонки по 13 °С в минуту до температуры 230 °С, выдержка – 15 мин.

Температура инжектора – 230 °С, детектора – 320 °С.

Скорость потока газа-носителя (азот) – 30 мл/мин.

Расход водорода – 15 мл/мин.

Расход воздуха – 200 мл/мин.

Объем вводимой пробы – 2 мкл.

Время удерживания метил-4-(метоксиметил)фосфинил-2-ацетамидобутирата – 13 мин.

Время удерживания метил-3-(метоксиметил)фосфинилпропионата – 2 мин 50 с.

Предел детектирования – 1 нг.

Линейный диапазон детектирования – 1—10 нг.

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю площадь пика.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 5,0 мкг/мл, разбавляют метилацетатом.

Альтернативная фаза: 1 % XE-60 + 1 % SF-96 на Хромосорбе W-HP, длина колонки 1 м. Температурный режим, как указано выше. Время удерживания метил-3-(метоксиметил)фосфинилпропионата – 2 мин 30 с, метил-4-(метоксиметил)-фосфинил-2-ацетамидобутирата – 12 мин 10 с.

2.8. Обработка результатов анализа

Содержание глюфосинат аммония (в эквивалентах глюфосинат свободной кислоты) рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 A V}{H_0 m}, \text{ где}$$

X – содержание глюфосинат аммония в пробе, мг/дм^3, мг/кг;

H_1 – площадь пика образца, мВ · с;

H_0 – площадь пика стандарта, мВ · с;

A – концентрация стандартного раствора деривата (в эквивалентах глюфосинат свободной кислоты), мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m – масса анализируемого образца, мл или г (для воды – 100 мл, для семян и масла – 5 г).

Содержание 3-метилфосфино-пропионовой кислоты (в эквивалентах глюфосинат свободной кислоты) рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 A V}{H_0 m}, \text{ где}$$

X – содержание 3-метилфосфино-пропионовой кислоты в пробе, мг/дм^3, мг/кг;

H_1 – площадь пика образца, мВ*с;

H_0 – площадь пика стандарта, мВ*с;

A – концентрация стандартного раствора деривата (в эквивалентах глюфосинат свободной кислоты), мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m – масса анализируемого образца, мл или г (для воды – 100 мл, для семян и масла – 5 г).

3. Требования техники безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, электронагревательными приборами и сжатыми газами.

4. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями МИ 2335—95 «ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

5. Разработчики

Л. В. Дубовая, Т. Н. Талалакина, А. М. Макеев.

ВНИИ фитопатологии, 143050 Московская обл., п/о Большие Вяземы, тел. 592-92-20.

gost.e-ecolog.ru