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
МУК 4.1.1025—1026—01
МУК 4.1.1130—1152—02
МУК 4.1.1154—1165—02

Выпуск 1

МОСКВА
2004

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник методических указаний

МУК 4.1.1025—1026—01;
МУК 4.1.1130—02—4.1.1152—02;
МУК 4.1.1154—02—4.1.1165—02

Выпуск 1

ББК 51.23
О60
О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава Росси, 2004.—352 с.

ISBN 5—7508—0491—7

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. Довгилевич А. В.); Всероссийским НИИ фитопатологии (А. М. Макеев и др.); Всероссийским НИИ защиты растений (В. И. Долженко и др.); Санкт-Петербургским НИИ лесного хозяйства (Маслаков С. Е., Л. В. Григорьева и др.), при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов).

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Минздраве России.

3. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 5—7508—0491—7

© Минздрав России, 2004
© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004

Содержание

Измерение концентраций Ципродинила в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1025—01 5
Определение остаточных количеств Ципродинила в воде, почве, яблоках, грушах и косточковых методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1026—01 13
Определение остаточных количеств Ацетамиприда в воде, почве, огурцах, томатах, клубнях и ботве картофеля, зерне и соломе пшеницы и в кормовом разнотравье методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1130—02 22
Измерение концентрации Ацетамиприда в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1131—02 36
Определение остаточных количеств 2,4-Д в воде, зерне, соломе зерновых культур и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1132—02 42
Определение остаточных количеств этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1133—02 52
Измерение концентраций этилгексилового эфира 2,4-Д в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1134—02 57
Определение остаточных количеств карфентразон-этила в воде и его метаболита карфентразона в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1135—02 64
Измерение концентраций карфентразон-этила методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1136—02 76
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила по его основному метаболиту квизалофоп-свободной кислоте в воде, почве, в семенах и масле льна, сои, подсолнечника и в соломке льна методом газожидкостной хроматографии МУК 4.1.1137—02 82
Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и луке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1138—02 100
Измерение концентраций Квизалофоп-П-тефурила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1139—02 111
Определение остаточных количеств Люфенурона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02 118
Измерение концентраций Люфенурона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1141—02 128
Определение остаточных количеств Тиаметоксама и его метаболита (ЦГА 322704) в воде, почве, картофеле, зерне и соломе зерновых колосовых культур, яблоках, огурцах, томатах, перце, баклажанах, горохе и сахарной свекле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1142—02 134
Измерение концентраций Тиаметоксама методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе: МУК 4.1.1143—02 148
Определение остаточных количеств Трифлусульфурон-метила в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1144—02 155
Измерение концентраций Трифлусульфурон-метила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1145—02 166

Определение остаточных количеств Фамоксадона в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе, соломе и зерне зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1146—02 174
Измерение концентраций Фамоксадона (ДРХ-JE 874) в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии МУК 4.1.1147—02 186
Определение остаточных количеств Флудиоксонила в воде почве зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне и соломе хлебных злаков зерне кукурузы семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1148—02 194
Определение остаточных количеств Цимоксанила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, ягодах винограда, плодах огурца хроматографическими методами: МУК 4.1.1149—02 212
Измерение концентраций Цимоксанила методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1150—02 225
Определение остаточных количеств Циперметрина в шампиньонах методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1151—02 232
Измерение концентраций Этоксилата изодецилового спирта (ТРЕНДА 90) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.1152—02 238
Газохроматографическое измерение массовой концентрации Ацетохлора в атмосферном воздухе: МУК 4.1.1154—02 244
Измерение концентраций Ацифлуорфена в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами: МУК 4.1.1155—02 254
Измерение концентраций бенсульфурон-метила в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1156—02 267
Измерение концентрации бета-цифлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1157—02 275
Измерение концентрации Бромоксинил октаноата в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1158—02 282
Измерение концентраций Бромуконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1159—02 289
Измерение концентраций Диметипина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1160—02 296
Измерение массовой концентрации Карбендазима в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1161—02 303
Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1162—02 316
Измерение концентраций Метосулама в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1163—02 326
Измерение концентраций Прохлораза в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1164—02 334
Измерение массовой концентрации тетраконазола методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1165—02 343

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко
Дата введения: 1 января 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств Фамоксадона в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе, соломе и зерне зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1146—02

1. Вводная часть

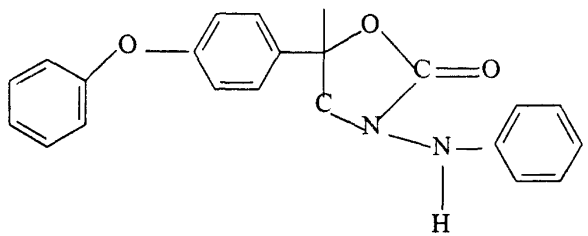
Фирма-производитель: Дюпон, США.

Торговое название: Танос.

Синонимы: JE-874.

Название действующего вещества по ИСО: Фамоксадон.

Название действующего вещества по IUPAC: 3-анилино-5-метил-5-(4-феноксифенил)-2,4-оксазолидиндион.



$C_{22}H_{18}N_2O_4$ М. м. 374,4

Химически чистый фамоксадон представляет собой светлый кремовый порошок.

Давление паров: $6,4 \times 10^{-7}$ Па ($4,8 \times 10^{8}$ мм Hq) при 20 °С.

Температура плавления: 140,3—141,8 °С.

Коэффициент распределения н-октанол-вода: 4,8 (pH 5); 4,65 (pH 7); 5,55 (pH 9).

Растворимость в воде зависит от кислотности среды и составляет 243×10^{-6} г/л при pH 5; 111×10^{-6} г/л при pH 7, при pH 9 вещество быстро гидролизуется. Растворимость в органических растворителях (г/л при 20 °С): ацетон – 274, ацетонитрил – 125, гексан – 0,0476, дихлорметан – 239, метанол – 10, толуол – 13,3, этилацетат – 124, н-октанол – 1,78.

Фамоксадон нестабилен в водных растворах. Гидролиз наблюдается в диапазоне pH 5—9, и время полураспада составляет 41 день, 2 дня и 93 минуты при pH 5,0; 7,0 и 9,0 соответственно. Период полураспада при фотолизе составляет 4,6 дней и 3,9 часов при pH 5 и 7,75 соответственно.

Краткая гигиеническая характеристика

Фамоксадон относится к малоопасным соединениям по острой ($ЛД_{50}$ для крыс – более 5 000 мг/кг) и дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для крыс – более 2 000 мг/кг) и умеренно опасным по ингаляционной ($ЛК_{50}$ (4 часа) 5 300 мг/м^3) токсичности, не вызывает раздражения глаз и кожи.

В РФ установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД – 0,01 мг/кг массы человека;

ОДК в почве – 0,1 мг/кг;

ПДК в воде водоемов – 0,01 мг/дм^3;

ВМДУ в картофеле – 0,05 мг/кг.

Область применения

Фамоксадон (JE-874) – фунгицид из группы оксазолидиндионов контактного действия с глубинным эффектом. Является ингибитором митохондриального дыхания, специфически связываясь с активным центром убихинол-цитохром С оксидоредуктазы. Используется в заводских смесях с цимоксанилом и флусилазолом в антирезистентных системах применения фунгицидов.

Высокоэффективен против возбудителей из класса оомицетов, в т. ч. против рас возбудителей, устойчивых к фениламидам. Зарегистрирован в России под названием Танос (DPX - KP 481), диспергируемые в воде гранулы, 50 % (25 % фамоксадона + 25 % цимоксанила) на картофеле с нормой расхода 0,6 кг/га, трехкратная обработка за сезон, проходил испытания на огурцах открытого и закрытого грунта.

2. Методика определения фамоксадона в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе, соломе и зерне пшеницы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении фамоксадона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием ультрафиолетового детектора после его экстракции из образцов органическим растворителем, концентрирования экстракта упариванием в вакууме и очистки на колонках с флоризилом. Идентификация веществ проводится по времени удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1—2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $p = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения, мг/кг (мг/л)	диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/л)	среднее значение определения %	стандартное отклонение, S	доверительный интервал среднего результата, %, $\pm$
Вода	0,0002	0,0002—0,002	84,3	3,37	1,58
Почва	0,02	0,02—0,2	80,1	1,24	2,60
Клубни картофеля	0,02	0,02—0,2	82,3	6,420	3,00
Пшеница (зеленая масса)	0,05	0,05—0,5	83,0	2,46	1,15
Пшеница (зерно)	0,05	0,05—0,5	82,3	4,46	2,09
Пшеница (солома)	0,05	0,05—0,5	73,4	3,0	1,24

Таблица 2

Полнота определения фамоксадона в зеленой массе, соломе и зерне пшеницы (5 повторностей для каждой концентрации)

Среда	Добавлено, мг/кг (мг/л)	Обнаружено, мг/кг (мг/л)	Доверительный интервал, ±	Полнота определения, %
Вода	0,0002	0,00164	0,0059	81,7
	0,0004	0,003392	0,0226	84,8
	0,001	0,008554	0,0309	85,5
	0,002	0,01699	0,0743	85,0
среднее				84,3
Почва	0,02	0,0174	0,001	87,0
	0,04	0,0314	0,003	78,5
	0,1	0,0772	0,0020	77,2
	0,2	0,1556	0,0021	77,8
	0,1	0,0846	0,0103	84,6
среднее				81,0
клубни	0,02	0,0166	0,0011	83,0
картофеля	0,04	0,0342	0,0043	85,5
	0,1	0,0762	0,0020	76,2
	0,2	0,1686	0,0121	84,8
среднее				82,3
Зеленая масса пшеницы	0,05	0,04	0,001	84,4
	0,1	0,08	0,002	81,8
	0,2	0,16	0,002	80,3
	0,5	0,42	0,01	84,6
среднее				83,0
Зерно пшеницы	0,05	0,04	0,003	74,0
	0,1	0,08	0,003	80,8
	0,2	0,17	0,005	86,1
среднее				82,3
Солома пшеницы	0,05	0,04	0,002	74,0
	0,1	0,07	0,002	73,2
	0,2	0,15	0,007	73,2
	0,4	0,29	0,008	71,8
	0,5	0,39	0,017	77,9
среднее				73,4

2.1.3. Избирательность метода

В прилагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при выращивании пшеницы.

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы

Фамоксадон, аналитический стандарт с содержанием д. в. 99,6 %, фирма Дюпон	
Ацетонитрил	ТУ 6-09-3534—87
Бумага индикаторная, универсальная	
Вода бидистиллированная*, деионизированная	ГОСТ 7602—72
н-Гексан, ч	ТУ 6-09-3375
Гелий, газообразный очищенный марки «А»	ТУ-51-940—80
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Калий марганцово-кислый, чда	ГОСТ 20490—75
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, хч	
Подвижная фаза для ВЭЖХ:	ацетонитрил – 650 мл + 3,1 мМ ортофосфорная кислота (H_3PO_4) в воде – 350 мл
Флоризил для колоночной хроматографии, 60—100 меш, фирма Мерк	
Фильтры бумажные, «красная лента»	ТУ-6-09-1678—86
Фильтры для очистки растворителей, диаметром 20 мм с отверстиями 20 мкм, фирма Уотерс	
Этиловый эфир уксусной кислоты (этилацетат)	

2.2.2. Приборы и оборудование

Хроматограф жидкостный Уотерс 510, с ультрафиолетовым детектором, с изменяемой длиной волны и чувствительностью не выше 0,0025 единиц адсорбции на шкалу или другой аналогичного типа

Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Zorbax SB C18, зернением 2 мкм

---

* Бидистиллят кипятят в течение 6 часов с марганцово-кислым калием, добавленным из расчета 1 г/л, и затем перегоняют.

Ванна ультразвуковая	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 34104-80 Е
или аналогичные	
Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г	ГОСТ 19491—74
Воронки делительные на 250 и 500 мл	ГОСТ 25336—82Е
Воронки конические, стеклянные диаметром 30—33 мм	ГОСТ 25336—082Е
Встряхиватель механический	ТУ 64-673М
или аналогичный	
Колбы конические, плоскодонные на 250 и 500 мл	ГОСТ 9737—70
Колбы мерные на 25, 50 и 100 мл	ГОСТ 1770—74
Концентраторы грушевидные КТУ-100-14/19	ГОСТ 10394—75
Микрошприц для жидкостного хроматографа на 50—100 мкл	
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Пипетки мерные на 0,2; 1,0; 5,0; 10,0 и 25,0 мл	ГОСТ 20292—74
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М	ТУ 25-11-917—74
или аналогичный	
Стаканы стеклянные на 100—500 мл	ГОСТ 25366—80Е

2.3. Подготовка к определению

2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонки для жидкостной хроматографии

Колонку Zorbax SB C18 устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при t°= 25 °С и скорости потока подвижной фазы 1 мл/мин в течение 3—4 часов.

2.3.2. Приготовление стандартных растворов

Взвешивают 50 мг фамоксадона в мерной колбе объемом 50 мл. Навеску растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом (стандартный раствор № 1, концентрация фамоксадона 1 мг/мл). Затем методом последовательного разведения ацетонитрилом готовят растворы, содержащие по 1,0; 0,5; 0,2; 0,1 мг/мл вещества, и используют эти растворы для построения калибровочного графика и фортификации образцов.

2.3.3. Приготовление растворов для жидкостной хроматографии

Для приготовления подвижной фазы используют свежеперегнанные ацетонитрил и дистиллированную воду.

В плоскодонную колбу объемом 1 л помещают 650 мл ацетонитрила и 350 мл 3,1 мМ H_3PO_4 в воде*. Смесь тщательно перемешивают, затем пропускают через нее газообразный гелий со скоростью 20 мл/мин в течение 5 минут, после чего помещают в ультразвуковую ванну для удаления растворенного гелия на 1 минуту. Полученный раствор используют в качестве подвижной фазы.

2.3.4. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика вводят в хроматограф последовательно по 5 раз по 20 мкл каждого из полученных четырех растворов, измеряют высоту или площадь пиков, рассчитывают среднее значение высоты пика или его площади для каждой концентрации и строят график зависимости высоты пика или площади от концентрации фамоксадона мкг/мл.

2.3.5. Подготовка колонки для очистки экстракта

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм помещают 4 г флоризила, дезактивированного путем добавления 5 % очищенной воды. Сверху на флоризил насыпают 1 г безводного сульфата натрия. Перед использованием колонку промывают 10 мл смеси гексан-этилацетат в соотношении 3 : 1, избыток растворителя с колонки удаляют путем продавливания воздуха. Затем колонку дополнительно промывают 10 мл гексана. Перед внесением образца колонку увлажняют 5 мл гексана.

Примечание. Для дезактивации вначале флоризил выдерживают в сушильном шкафу при температуре 120 °С в течение 4 часов, а затем при постоянном перемешивании в стеклянной колбе с притертой пробкой к 95 г флоризила (60—100 меш, Merck) добавляют постепенно 5 г очищенной воды.

2.3.6. Проверка хроматографического поведения фамоксадона на колонке

В круглодонную колбу объемом 50 мл вносят 1 мл стандартного раствора фамоксадона с концентрацией 1 мкг/мл и упаривают досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл

* Для приготовления 3,1 мМ ортофосфорной кислоты прибавляют к 4 л воды 840 мкл концентрированной ортофосфорной кислоты.

этилацетата, затем добавляют в колбу 5 мл гексана и полученную смесь вносят на колонку. Затем промывают колонку 15 мл смеси гексан–этилацетат 10 : 1 и элюат отбрасывают. Фамоксадон элюируют с колонки последовательно 6-ю порциями объемом 5 мл смеси гексана с этилацетатом в соотношении 3 : 1, каждую порцию собирают отдельно в концентраторы и упаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток каждой фракции растворяют в 1 мл ацетонитрила и 20 мкл пробы вводят в хроматограф.

Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание. Хроматографическое поведение фамоксадона на колонке обязательно проверяют при отработке методики и каждый раз при использовании новой партии флоризила.

2.4. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051-79 от 21.08.79). Пробы зеленой массы пшеницы и клубней картофеля хранят в морозильной камере при температуре –18 °С. Для длительного хранения пробы почвы, соломы и зерна подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, зерно и солому размалывают на лабораторной мельнице.

2.5. Описание определения

2.5.1. Вода

2.5.1.1. *Экстракция.* Пробу воды объемом 500 мл помещают в делительную воронку емкостью 1 000 мл и трижды экстрагируют хлористым метиленом порциями по 50 мл, встряхивая каждый раз воронку в течение 1—2 мин. После разделения фаз в воронке нижний слой сливают в концентратор, пропуская его через безводный сульфат натрия. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

2.5.1.2. *Очистка экстракта на колонке.* Сухой остаток растворяют в 0,5 мл этилацетата, обмывая стенки концентратора, затем в концентратор прибавляют 5 мл гексана, тщательно перемешивают и полученную

смесь вносят на колонку. Затем колонку промывают последовательно 15 мл смеси гексан–этилацетат в соотношении 10 : 1 и 10 мл смеси гексан–этилацетат в соотношении 3 : 1 и элюат отбрасывают. Фамоксадон элюируют с колонки 20 мл смеси гексан–этилацетат в соотношении 3 : 1, собирают в концентратор и упаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила и 20 мкл раствора вводят в хроматограф.

2.5.2. Почва

2.5.2.1. *Экстракция.* Образец почвы массой 10 г помещают в коническую колбу объемом 250 мл, добавляют 10 мл дистиллированной воды и дают выстояться в течение 10 минут. Затем в колбу прибавляют 30 мл смеси ацетонитрила с водой в соотношении 8 : 2 и встряхивают колбу на механическом встряхивателе в течение 30 мин. Экстракт переносят в центрифужный стакан и центрифугируют при 2 500 об./мин 5 мин. Супернатант фильтруют в делительную воронку объемом 250 мл через фильтр «красная лента». Фамоксадон экстрагируют еще 2 раза, используя по 30 мл смеси ацетонитрил–вода 8 : 2, встряхивая в течение 0,5 часа. Экстракты объединяют и переносят в делительную воронку объемом 250 мл.

2.5.2.2. *Предварительная очистка экстракта.* К полученному экстракту в делительной воронке добавляют 5 г хлорида натрия, интенсивно встряхивают и оставляют на 10 минут. По истечении этого времени и после разделении слоев в делительной воронке нижний водный слой с остатком не растворившегося хлорида натрия отбрасывают. К оставшемуся в делительной воронке ацетонитрильному экстракту прибавляют 40 мл гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения слоев нижнюю ацетонитрильную фракцию собирают в концентратор, пропуская через 10 г безводного сульфата натрия. Затем осушитель промывают 10 мл ацетонитрила. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 5 мл ацетонитрила, добавляют в концентратор 50 мл дистиллированной воды и полученную смесь переносят в делительную воронку. Фамоксадон экстрагируют хлористым метиленом трижды, используя по 20 мл растворителя и интенсивно встряхивая смесь в течение 2 мин. Нижний метиленхлоридный слой объединяют в концентраторе, пропуская через 10 г безводного сульфата натрия. Экс-

тракт упаривают досуха на роторном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Затем проводят очистку образца на колонке с флоризилом, как указано в п. 2.5.1.2.

2.5.3. Картофель (клубни)

Навеску 10 г измельченных клубней картофеля помещают в плоскодонную стеклянную колбу на 250 мл, добавляют 30 мл ацетонитрила и встряхивают смесь в течение 0,5 часа. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя 30 мл и 10 мл ацетонитрила и встряхивая смесь 30 и 5 мин соответственно. Экстракт фильтруют и объединяют в делительную воронку. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя по 50 мл ацетонитрила. Экстракты объединяют в делительной воронке. Далее поступают, как описано в п. 2.5.2.2.

2.5.4. Зеленая масса пшеницы

Навеску 10 г измельченной зеленой массы пшеницы помещают в плоскодонную стеклянную колбу на 250 мл, добавляют 100 мл ацетонитрила и встряхивают смесь в течение 0,5 часа. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя по 50 мл ацетонитрила и встряхивая смесь каждый раз по 15 мин. Экстракты фильтруют и объединяют в делительной воронке.

К полученному экстракту в делительной воронке добавляют 5 г хлорида натрия, интенсивно встряхивают и оставляют на 10 минут. По истечении этого времени и после разделения слоев в делительной воронке нижний водный слой с остатком не растворившегося хлорида натрия отбрасывают. К оставшемуся в делительной воронке ацетонитрильному экстракту прибавляют 50 мл гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения слоев нижнюю ацетонитрильную фракцию собирают в концентратор, пропуская через 10 г безводного сульфата натрия. Затем осушитель промывают 10 мл ацетонитрила. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Далее проводят очистку экстракта на колонке, как указано в разделе 2.5.1.2.

2.5.5. Солома пшеницы

Навеску 5 г измельченной соломы помещают в плоскодонную стеклянную колбу на 250 мл, добавляют 100 мл ацетонитрила и встряхивают смесь в течение 0,5 часа. Экстракцию повторяют еще 2 раза, ис-

пользуя по 50 мл ацетонитрила и встряхивая смесь каждый раз по 15 мин. Экстракты фильтруют и объединяют в делительной воронке.

К полученному экстракту в делительной воронке добавляют 50 мл гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения слоев нижнюю ацетонитрильную фракцию собирают в концентратор, пропуская через 10 г безводного сульфата натрия. Затем осушитель промывают 10 мл ацетонитрила. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Затем проводят очистку образца на колонке с флоризилом, как указано в п. 2.5.1.2.

2.5.6. Зерно

Навеску 10 г измельченного зерна помещают в плоскодонную стеклянную колбу на 250 мл, добавляют 50 мл ацетонитрила и встряхивают смесь в течение 0,5 часа. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя по 50 мл ацетонитрила и встряхивая смесь каждый раз по 15 мин. Экстракты фильтруют и объединяют в делительной воронке.

К полученному экстракту в делительной воронке добавляют 50 мл гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения слоев нижнюю ацетонитрильную фракцию собирают в концентратор, пропуская через 10 г безводного сульфата натрия. Затем осушитель промывают 10 мл ацетонитрила. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30° С.

Затем проводят очистку образца на колонке с флоризилом, как указано в п. 2.5.1.2.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов

2.6.1. Условия хроматографирования

Хроматограф «Waters» или другой с аналогичными характеристиками с ультрафиолетовым детектором с измеряемой длиной волны

Колонка стальная Zorbax SB-C18	4,6 мм × 25 см
Температура колонки	25 °С
Подвижная фаза	ацетонитрил-3,1 мМ H_3PO_4 в воде в соотношении 65 : 35
Скорость потока элюента	1 мл/мин
Рабочая длина волны	255 нм
Чувствительность	0,0025 ед. оптической

	плотности на шкалу
Объем вводимой пробы	20 мкл
Время удерживания фамоксадона	9,9 мин
Линейный диапазон детектирования	2—20 нг

2.6.2. Обработка результатов анализа

Содержание фамоксадона рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{S_{пр} \cdot A \cdot V}{100\, S_{ст} \cdot m}, \text{ где}$$

X – содержание фамоксадона в пробе, мг/кг или мг/л;

$S_{ст}$ – высота (площадь) пика стандарта, мм;

$S_{пр}$ – высота (площадь) пика образца, мм;

A – концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m – масса анализируемого образца, г (мл);

P – содержание фамоксадона в аналитическом стандарте, %.

3. Требования техники безопасности

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

4. Разработчики

Калинин В. А., профессор, к. с-х. н.; Калинина Т. С., к. с-х. н.; Довгилевич Е. В., к. биол. н.; Довгилевич А. В., к. хим. н.; Устименко Н. В., к. биол. н.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. 127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений. Телефон: 976-43-26.

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

Сборник методических указаний

Выпуск 1

Редакторы Акопова Н. Е., Кожока Н. В. Кучурова Л. С., Максакова Е. И.
Технические редакторы Климова Г. И., Ломанова Е. В.

Подписано в печать 29.01.04

Формат 60x88/16 Печ. л. 22.0

Тираж 1500 экз. Заказ 6417

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11
Отделение реализации, тел. 198-61-01

Отпечатано в филиале Государственного ордена Октябрьской Революции
ордена Трудового Красного Знамени Московского предприятия
«Первая Образцовая типография» Министерства Российской Федерации
по делам печати, телерадиовещания и средств массовых коммуникаций
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10, тел.: 235-20-30

gost.e-ecolog.ru