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 Трифлусульфурон-метила в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.1144—02

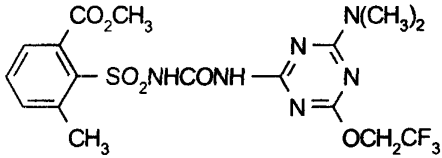
1. Вводная часть

Фирма-производитель – Дюпон де Немур.

Торговое название: Карибу.

Название действующего вещества по ИСО: Трифлусульфурон-метил.

Название действующего вещества по IUPAC: метиловый эфир 2-[4-диметиламино-6-(2,2,2-трифторэтокси)-1,3,5-триазин-2-илкарбомоилсульфонил]-мета-толуиловой кислоты.



$C_{17}H_{19}F_3N_6O_6S$ М. м. 492,4

Химически чистый трифлусульфурон-метил представляет собой бесцветное кристаллическое вещество.

Давление паров: $1{,}0 \times 10^{-2}$ мПа при 25 °С.

Температура плавления: 160—163 °С.

Коэффициент распределения н-октанол-вода: 0,96 (pH 7).

Растворимость в воде зависит от кислотности среды и составляет при pH 3—1,0, pH 5—2,7, pH 7—110, pH 9—11 000 мг/л. pKa – 4,4.

Растворимость в органических растворителях (г/л при 20 °С): ацетон – 120, ацетонитрил— 80, гексан – менее 0,0016, дихлорметан – 580, метанол – 7, толуол – 2, хлороформ – 160, этилацетат – 27

Трифлусульфурон-метил стабилен в виде сухой пленки на стекле и относительно устойчив в растворах в ацетоне, ацетонитриле, метиленхлориде и этилацетате. В водных растворах быстро гидролизуется: $ДТ_{50}$ 3,7 дн. (pH – 5); 32 дн. (pH – 7); 36 дн. (pH – 9).

Трифлусульфурон-метил быстро разрушается в почве и растениях. В почве при аэробных условиях период полураспада ($ДТ_{50}$) менее 3 дней в результате гидролиза и микробиологического разрушения. Гербицид не представляет опасности для чувствительных культур в севообороте, остатки его в урожае не обнаруживаются.

Краткая гигиеническая характеристика

Трифлусульфурон-метил 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) более 5 100 мг/м^3) токсичности, не вызывает раздражения глаз и кожи.

В РФ установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД – 0,04 мг/кг массы человека;

ОДК в почве – 0,06 мг/кг;

ПДК в воде водоемов – 0,05 мг/дм^3;

МДУ в сахарной свекле – 0,02 мг/кг.

Область применения

Трифлусульфурон-метил – новый повсходовый гербицид из группы производных сульфонилмочевины, эффективный в борьбе с двудольными сорняками на плантациях сахарной свеклы при норме расхода 10—20 г д. в./га.

2. Методика определения трифлусульфурон-метила в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на определении остаточных количеств трифлусульфурон-метила с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием фотокондуктивного детектора и колонки с сили-

кагелем после его экстракции органическим растворителем и очистки экстракта путем перераспределения анализируемого вещества в двух несмешивающихся растворителях, изменяя pH среды. Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при выращивании сахарной свеклы.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S	доверительный интервал среднего результата %, ±
Вода	0,0008	0,0008—0,008	89,4	7,19	3,4
Почва	0,016	0,016—0,16	86,5	6,68	3,1
Ботва	0,05	0,05—0,5	77,8	5,10	2,4
Корнеплоды сахарной свеклы	0,01	0,01—0,5	84,9	8,51	4,0

Таблица 2

Полнота определения трифлусульфурон-метила в воде, почве, корнеплодах и зеленой массе сахарной свеклы (5 повторностей для каждой концентрации)

Среда	Добавлено трифлусульфурон-метила, мг/кг	Обнаружено трифлусульфурон-метила, мг/кг	Доверительный интервал, ±	Полнота определения, %
1	2	3	4	5
Вода	0,008	0,0074	0,0003	92,4
	0,004	0,0037	0,0003	91,7
	0,002	0,0017	0,0001	86,0
	0,0008	0,0007	0,00001	87,5
Среднее				89,4

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4	5
Почва	0,16	0,139	0,004	87,1
	0,08	0,0682	0,0067	85,2
	0,04	0,0327	0,0024	81,7
	0,016	0,0147	0,0017	92,0
Среднее				86,5
Корнеплоды сахарной свеклы	0,5	0,46	0,015	92,9
	0,25	0,21	0,022	84,3
	0,1	0,08	0,01	82,2
	0,05	0,04	0,005	80,0
Среднее				84,9
Зеленая масса сахарной свеклы	0,5	0,38	0,015	77,0
	0,25	0,19	0,01	77,0
	0,1	0,077	0,007	77,1
	0,05	0,04	0,005	80,0
Среднее				77,8

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы

Трифлусульфурон-метил, аналитический стандарт с содержанием д. в. 97,2 %

Вода бидистиллированная ГОСТ 7602—72

Кислота ортофосфорная, концентрированная ГОСТ 6552—80

Кислота уксусная, ледяная ГОСТ 61—75

Метилен хлористый ГОСТ 19433—88

Натрий серно-кислый, безводный, хч ГОСТ 4166—76

Натрий двууглекислый, хч, 0,1 М раствор ГОСТ 4201—79

Состав подвижной фазы для ВЭЖХ:

- циклогексан – 750 мл;
- изопропиловый спирт – 125 мл;
- метиловый спирт – 125 мл;
- смесь уксусной кислоты с водой (9 : 1) – 1 мл.

Состав для кондиционирования колонки:

- изопропиловый спирт – 400 мл;
- кислота уксусная, ледяная – 100 мл;
- вода бидистиллированная – 10 мл.

Спирт изопропиловый	ТУ 6-09-609—81
Спирт метиловый для хроматографии	ТУ 6-09-1709—77
Циклогексан для хроматографии	ТУ 6-09-1832—72

2.2.2. Приборы, аппаратура, посуда

Жидкостный хроматограф Waters 510 с фотокондуктивным детектором Tracor 965 или другой аналогичного типа	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 30 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая сорбент на основе силикагеля с удельной поверхностью 300 $м^2/г$ и размером частиц 10 мкм марки μ Порасил (фирма Waters) или Силасорб 300 (фирма Chemapol, альтернативная фаза).	
Бумага индикаторная, универсальная	
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 34104—80Е
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—82Е
Встряхиватель механический или аналогичный	ТУ 64-1-1081—73
Испаритель ротационный вакуумный ИР-1М или аналогичный	ТУ 25-11-917—74
Иономер универсальный рН-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 объемом до 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
Стаканы стеклянные на 500 мл	ГОСТ 25366—80Е

Фильтры бумажные ТУ-6-09-1678—86
Фильтры диаметром 20 мм с отверстиями 20 мкм фирмы Waters

2.3. Подготовка к определению

2.3.1. Кондиционирование хроматографической колонки

Перед началом работы хроматографа раствор для кондиционирования колонки и подвижную фазу дегазируют, пропуская через растворы гелий в течение двух часов. Операцию повторяют ежедневно в течение часа перед началом анализа, не выключая прибора. При добавлении новой порции растворителей дегазирование проводят в течение двух часов.

Готовую колонку устанавливают в термостат хроматографа и стабилизируют при 35 °С, пропуская через нее в течение четырех часов раствор для кондиционирования колонки со скоростью 0,5 мл/мин и затем еще 4 часа подвижную фазу для ВЭЖХ с той же скоростью. Эту операцию проводят ежесуточно в ночное время перед началом ввода проб с использованием таймеров (реле времени). Нарушение данного режима приводит к резкой потери чувствительности.

2.3.2. Приготовление стандартных растворов

Стандартный раствор № 1 с концентрацией трифлусульфурон-метила 1 мг/мл готовят следующим образом: взвешивают на аналитических весах 50 мг трифлусульфурон-метила с точностью ± 0,0002 г, переносят навеску в мерную колбу объемом 50 мл ацетонитрилом и доводят объем раствора в колбе тем же растворителем. Методом последовательного разбавления в ацетонитриле готовят стандартный раствор № 2 с концентрацией 100 мкг/мл. Растворы № 1 и № 2 можно хранить в холодильнике не более 1 месяца.

Ежедневно из раствора № 2 готовят стандартный раствор №3 в ацетонитриле с концентрацией 1 мкг/мл. Для калибровки хроматографа также ежедневно готовят рабочие стандартные растворы трифлусульфурон-метила с концентрациями 0,05; 0,1; 0,2; 0,4 и 0,6 мкг/мл, внося пипеткой соответствующие количества раствора №3 в мерные колбы, упаривая ацетонитрил досуха током азота и доводя объем раствора до метки подвижной фазой без уксусной кислоты.

Хроматографируют по 20 мкл каждого рабочего раствора, измеряют высоту (площадь) пика и строят график зависимости высоты (площади) пика от концентрации.

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 ботвы и корнеплодов анализируют в день отбора. Для длительного хранения пробы замораживаются и хранятся при температуре –18 °С. Перед анализом образцы корнеплодов измельчают на терке. Образцы воды перед анализом отфильтровывают. Для длительного хранения пробы почвы подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

2.5. Описание определения

2.5.1. Вода

Аналитическую пробу воды объемом 250 мл помещают в коническую колбу объемом 500 мл, подкисляют концентрированной ортофосфорной кислотой до pH 4,0, добавляют 100 мл метиленхлорида и встряхивают смесь 5 мин на аппарате для встряхивания. Метиленхлорид отделяют в делительной воронке, а водный слой экстрагируют еще дважды, используя каждый раз по 50 мл метиленхлорида. После чего водный слой отбрасывают.

Объединенный органический экстракт переносят в делительную воронку, прибавляют 50 мл 0,1 М раствора бикарбоната натрия и встряхивают смесь 20 с. После разделения слоев водную фазу собирают в химический стакан емкостью 250 мл. Метиленхлоридную фракцию возвращают в делительную воронку и повторяют экстракцию 50 мл раствора бикарбоната натрия еще раз. Собирают водную фазу в тот же стакан, метиленхлорид отбрасывают.

Осторожно (**вспенивание!**) подкисляют водный экстракт концентрированной ортофосфорной кислотой до pH 4,0 и переносят его в чистую делительную воронку объемом 250 мл. Реэкстрагируют трифлусульфурон-метил последовательно двумя порциями метиленхлорида 50 и 25 мл встряхивая воронку каждый раз по 20 с. Водный слой отбрасывают, а метилен хлоридные фракции собирают в концентратор, пропуская через слой безводного сульфата натрия. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при темпера-

туре бани не выше 35 °С. Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы без уксусной кислоты и хроматографируют.

2.5.2. Почва

Помещают в коническую колбу или пластиковую банку объемом 250 мл навеску 25 г сухой (или соответствующее количество влажной) почвы, добавляют 80 мл смеси ацетонитрила и 0,1 М раствора бикарбоната натрия в соотношении 3 : 1 по объему и встряхивают смесь 30 мин на аппарате для встряхивания. Смесь центрифугируют при 4 000 об./мин в течение 10 мин. Супернатант переносят в концентратор, а почву еще раз экстрагируют 40 мл смеси ацетонитрила с 0,1 М раствором бикарбоната натрия в течение 30 мин. После центрифугирования супернатанты объединяют в концентраторе, добавляют 25 мл бидистиллированной воды и упаривают ацетонитрил на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не свыше 35 °С.

Водный остаток подкисляют концентрированной ортофосфорной кислотой до pH 4,0, переносят в делительную воронку емкостью 250 мл и обмывают концентратор 10 мл метиленхлорида. Трифлусульфурон-метил экстрагируют дважды порциями по 20 мл метиленхлорида, встряхивая воронку по 20 с и собирая метиленхлорид в концентратор. Водную фазу отбрасывают, а объединенный метиленхлоридный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не свыше 35 °С.

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 5 мл ацетонитрила и переносят в химический стакан объемом 150 мл, обмывая концентратор еще одной порцией метиленхлорида 5 мл. К ацетонитриловому раствору добавляют 30 мл бидистиллированной воды, подкисляют концентрированной ортофосфорной кислотой до pH 4,0, переносят в делительную воронку емкостью 250 мл и обмывают стакан 10 мл метиленхлорида.

Реэкстрагируют трифлусульфурон-метил двумя порциями метиленхлорида по 20 и 15 мл, встряхивая воронку 20 с. Объединенную метиленхлоридную фракцию переносят в концентратор, пропуская ее через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не свыше 35 °С.

Сухой остаток растворяют в 4 мл подвижной фазы без уксусной кислоты и хроматографируют.

2.5.3. Корнеплоды сахарной свеклы

Помещают в коническую колбу или пластиковую банку объемом 500 мл навеску 50 г измельченных корнеплодов сахарной свеклы, добавляют 250 мл смеси ацетонитрила и 0,1 М раствора бикарбоната натрия в соотношении 3 : 2 по объему и встряхивают смесь 30 мин на аппарате для встряхивания. Экстракт фильтруют в концентратор. Остаток на фильтре переносят обратно в колбу или пластиковую банку и повторяют экстракцию с тем же количеством экстрагента. Экстракты объединяют и упаривают ацетонитрил на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не свыше 35 °С.

Водный остаток переносят в стакан объемом 250 мл, обмывая концентратор 10 мл бидистиллированной воды, добавляют к раствору 100 мл такой же воды и подкисляют концентрированной ортофосфорной кислотой до pH 4,0. После подкисления экстракт переносят в делительную воронку на 250 мл и реэкстрагируют трифлусульфурон-метил двумя порциями метиленхлорида по 50 мл, встряхивая каждый раз воронку в течение 20 с. Метиленхлорид собирают в концентратор, а водную фазу отбрасывают. Растворитель упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не свыше 35 °С.

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 5 мл ацетонитрила и прибавляют 50 мл бидистиллированной воды. Смесь переносят в стакан емкостью 150 мл и подкисляют концентрированной ортофосфорной кислотой до pH 4,0. Подкисленную фракцию помещают в делительную воронку емкостью 250 мл и реэкстрагируют трифлусульфурон-метил двумя порциями метиленхлорида по 25 мл, встряхивая каждый раз воронку в течение 20 с. Метиленхлоридные экстракты объединяют в концентраторе, пропуская их через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не свыше 35 °С

Сухой остаток растворяют в 5 мл подвижной фазы без уксусной кислоты и хроматографируют.

2.5.4. Ботва сахарной свеклы

Помещают в коническую колбу или пластиковую банку объемом 250 мл навеску 10 г измельченной ботвы сахарной свеклы, добавляют 50 мл этилацетата и встряхивают смесь 30 мин на аппарате для встряхивания. Экстракт фильтруют в концентратор. Остаток на фильтре переносят обратно в колбу или пластиковую банку и повторяют экстракцию с тем

же количеством экстрагента. Экстракты объединяют и упаривают этилацетат на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не свыше 35 °С до объема примерно 10 мл.

Остаток переносят в делительную воронку на 250 мл, споласкивая концентратор 10 мл 0,1 М раствора бикарбоната натрия. Добавляют в воронку 40 мл раствора бикарбоната натрия, встряхивают воронку в течение 1 мин. После разделения слоев водную фракцию сливают в химический стакан на 250 мл, повторяют экстракцию еще раз с 50 мл бикарбоната натрия. Водные экстракты объединяют в стакане и подкисляют концентрированной ортофосфорной кислотой до pH 4,0. Раствор переносят в чистую делительную воронку, обмывая стакан 10 мл метиленхлорида. В воронку приливают 40 мл метиленхлорида, встряхивают ее 30 с и после разделения слоев собирают метиленхлорид в концентратор. Экстракцию повторяют еще раз с 50 мл метиленхлорида. Объединенные экстракты упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не свыше 35 °С. Сухой остаток растворяют в 5 мл подвижной фазы без уксусной кислоты и хроматографируют.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов

2.6.1. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф Waters 510 с термостатом колонок с программатором температуры и фотокондуктивным детектором Tracor 965 или другой аналогичного типа.

Показания аттенюатора	1 × 5
Скорость движения ленты самописца	300 мм/ч

Колонка стальная, длиной 30 см, внутренним диаметром 4 мм, неподвижная фаза m Порасил (фирма Waters).

Температура термостата колонки	35 °С
Скорость потока подвижной фазы	0,5 мл/мин
Объем пробы, вводимой в колонку (объем петли дозатора)	20 мкл
Абсолютное время удерживания Трифлусульфурон-метила	11 мин 20 с

Линейность детектирования сохраняется в пределах 2—20 нг

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 2 раза и вычисляют среднюю высоту (площадь) пика. Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 1,0 мкг/мл разбавляют.

2.6.2. Обработка результатов анализа

Содержание трифлусульфурон-метила в пробе рассчитывают по формуле:

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

X – содержание трифлусульфурон-метила в пробе, мг/кг или мг/мл;

$S_{ст}$ – 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;

P – содержание трифлусульфурон-метила 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.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. 127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений. Телефон: 976-02-20.

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