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.

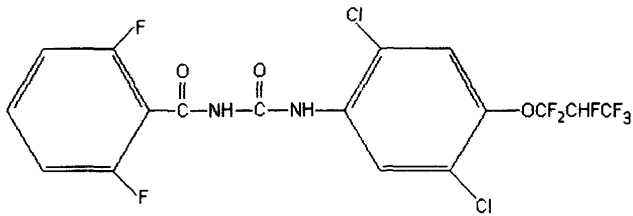
4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств Люфенурона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1140—02

1. Вводная часть

Фирма производитель: Сингента (Швейцария).
Торговое название: МАТЧ.
Действующее вещество: люфенурон (ЦГА 184699).
(RS)-1-/2,5-дихлор-4-(1,1,2,3,3,3-гексафторпропокси)фенил/-3-(2 дифторбензоил)мочевина (ИЮПАК).



$C_{17}H_8Cl_2F_8N_2O_3$ М. м. 511,2
Бесцветное кристаллическое вещество без запаха.
Температура плавления: 168,7—169,4 °С.
Давление паров при 25 °С: 4×10^{-6} Па.

Коэффициент распределения н-октанол-вода: K_{ow} log P = 5,12.

Хорошо растворим в ацетоне (460 г/л), толуоле (72 г/л), этаноле (41 г/л); плохо растворим в гексане (0,13 г/л) и практически не растворим в воде (0,06 мг/л).

Стабильность к гидролизу при 20 °С: DT_{50} = 160 дней (pH 5), 70 дней (pH 7) и 32 дня (pH 9).

Стабилен на воздухе и на свету.

В биологически активных почвах в аэробных условиях люфенурон быстро разлагается: DT_{50} = 13—20 дней.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для мышей и крыс – более 2000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс – более 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс – более 2,35 мг/л воздуха. Люфенурон не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз кролика. LC_{50} для рыб 30—70 мг/л (96 ч).

Инсектицид нетоксичен для диких животных, птиц, пчел, земляных червей, почвенных микроорганизмов и токсичен для дафний.

Гигиенические нормативы для люфенурона в России: ОДК в почве – 0,1 мг/кг; ПДК в воде водоемов – 0,005 мг/дм^3; МДУ для яблок и картофеля – 0,04 мг/кг.

Область применения препарата

Люфенурон – инсектоакарицид из группы ингибиторов синтеза хитина, эффективно уничтожает листогрызущие личинки чешуекрылых и жесткокрылых, эриофиидных клещей на хлопчатнике, сое, овощных культурах, винограде, семечковых плодовых, картофеле и кукурузе в течение вегетационного периода.

2. Методика определения остаточных количеств Люфенурона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на определении люфенурона с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с ультрафиолетовым детектором после экстракции его из воды смесью гексан-диэтиловый эфир (9 : 1), из почвы водным метанолом, из растительного материала метанолом, очистки экстракта перераспределением

в системе несмешивающихся растворителей, а также на колонке с силикагелем и концентрирующем патроне Диапак.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при возделывании яблоневых садов и картофеля.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Таблица 1

Метрологические параметры метода

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$					
	предел обнаружения, мг/дм^3, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3, мг/к	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S, %	относительное стандартное отклонение, DS, %	доверительный интервал среднего, %
Вода	0,0004	0,0004—0,004	92,0	4,6	2,0	± 4,2
Почва	0,01	0,01—0,1	89,7	5,1	2,3	± 4,7
Яблоки	0,02	0,02—0,2	90,1	6,1	2,7	± 5,6
Клубни картофеля	0,02	0,02—0,2	86,0	8,4	3,8	± 7,9

2.2. Реактивы, растворы, материалы

Люфенурон с содержанием д. в. 99,7 %
Ацетонитрил, ч — ТУ 6-09-3534—82
Вода бидистиллированная — ГОСТ 7602—72
Гексан, ч — ТУ 6-09-3375—78
Натрий серно-кислый, безводный, хч — ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, хч — ГОСТ 4233—77
Спирт метиловый, хч — ГОСТ 6995—77
Этилацетат — ГОСТ 22300—76
Эфир диэтиловый — ГОСТ 6265—74
Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан-этилацетат, 90 : 10, по объему
Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь гексан-этилацетат, 80 : 20, по объему
Элюент № 1 для Диапака: смесь ацетонитрил–вода, 40 : 60, по объему

Элюент № 2 для Диапака: смесь ацетонитрил–вода, 50 : 50, по объему	
Концентрирующий патрон Диапак С8 (АО БиоХимМак, РФ)	
Силикагель для адсорбционной хроматографии (Вельм, Германия) I степени активности или силикагель КСК (60—100 меш)	
Стекловата	
Целит 535 (2—15 мкм) /Серва, Германия/ или аналогичный	
Фильтры бумажные «синяя лента»	ТУ 6-09-1678

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Altex (США) или аналогичный	
Хроматографическая колонка стальная, длиной 25 см, внутренним диаметром 4 мм, заполненная Диасорбом 130-С16Т (АО БиоХимМак, РФ; 119899, Москва, Ленинские горы)	
Шприц для ввода образца в жидкостный хроматограф	
Медицинский шприц с разъемом типа Люер для ввода образцов в концентрирующий патрон Диапак	
Весы аналитические типа ВЛР-200	ГОСТ 19401—74
Водоструйный насос	ГОСТ 10696—75
Встряхиватель механический	ТУ 64-1-1081—73
Гомогенизатор	МРТУ 42-1505—63
Прибор для перегонки при атмосферном давлении	
Ротационный испаритель тип ИР-1М	ТУ 25-11-917—76
Сито с диаметром отверстий 1 мм	
Баня водяная	ТУ 46-22-603—75
Воронка Бюхнера	ГОСТ 0147—73
Воронки делительные вместимостью 100, 250 и 500 мл	ГОСТ 25336—82
Воронки для фильтрования, стеклянные	ГОСТ 8613—75

Колба Бунзена	ГОСТ 5614—75
Колбы круглодонные на шлифе, вместимостью 100, 250 и 500 мл	ГОСТ 9737—70
Колбы конические с притертыми пробками, вместимостью 250 мл	ГОСТ 25336—82
Колбы мерные, вместимостью 25, 50, 100 и 1 000 мл	ГОСТ 1770—74
Колбы грушевидные, вместимостью 100, 250 и 500 мл	ГОСТ 25336—82
Пипетки мерные, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл	ГОСТ 20292—74Е
Пробирки градуированные с притертыми пробками, вместимостью 5 и 10 мл	ГОСТ 10515—75
Цилиндры мерные, вместимостью 50, 100, 250 и 500 мл	ГОСТ 1770—74

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 почвы, яблок и клубней картофеля хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более трех дней. Для длительного хранения пробы почвы доводят до воздушно-сухого состояния и хранят в холодильнике; пробы яблок и клубней хранят до анализа в морозильной камере при температуре –18 °С. Пробы воды хранят при температуре не выше 4 °С в течение 3 дней, при температуре –18 °С в течение месяца.

Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, а яблоки и клубни измельчают.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Органические растворители перед началом работы сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками.

2.5.2. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

Отмеряют 600 мл ацетонитрила, переносят в колбу на 1 000 мл, добавляют 400 мл бидистиллированной воды, перемешивают и дегазируют.

2.5.3. Кондиционирование колонки

Промыть колонку для ВЭЖХ смесью ацетонитрил–вода (6 : 4, по объему) в течение 30 мин при скорости подачи растворителя 1 мл/мин. Включить детектор и подождать стабилизации базовой линии (5—15 мин).

2.5.4. Приготовление стандартных растворов

Основной стандартный раствор люфенурона с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,010 г препарата, содержащего 99,7 % д. в., в ацетонитриле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранят в холодильнике не более месяца.

Рабочие стандартные растворы с концентрациями 0,05, 0,1, 0,25 и 0,5 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора люфенурона соответствующим последовательным разбавлением подвижной фазой для ВЭЖХ (п. 2.5.2). Рабочие растворы хранят в холодильнике не более недели.

2.5.5. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 100 мкл рабочего стандартного раствора люфенурона с концентрацией 0,05, 0,1, 0,25 и 0,5 мкг/мл. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений и находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации люфенурона в растворе в мкг/мл.

2.5.6. Подготовка колонки с силикагелем и концентрирующего патрона Диапак С8 для очистки экстрактов

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 0,8 см вставляют тампон из стекловаты, закрывают кран и приливают 10 мл гексана. Затем в колонку вносят суспензию 5 г силикагеля в 20 мл гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 20 мл гексана со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

Концентрирующий патрон Диапак С8 промывают последовательно с помощью медицинского шприца 5 мл ацетонитрила и 5 мл бидистиллированной воды со скоростью 5 мл/мин.

2.6. Описание определения

2.6.1. Экстракция люфенурона

2.6.1.1. Вода. 250 мл предварительно отфильтрованной воды помещают в делительную воронку емкостью 500 мл. Добавляют 30 мл смеси гексан–диэтиловый эфир (9 : 1, по объему) и встряхивают 1 минуту. Верхний органический слой отделяют, собирая в коническую колбу емкостью 250 мл. Водный слой экстрагируют смесью гексан–диэтиловый эфир еще дважды порциями по 30 мл. Объединенную органическую фазу пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают на роторном вакуумном испарителе досуха при температуре 30 °С. Остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.2) и анализируют на содержание люфенурона по п. 2.7.

2.6.1.2. Яблоки, клубни картофеля. К навеске (25 г) измельченного материала добавляют 100 мл метанола, гомогенизируют 3 минуты при 10 000 об/мин и суспензию перемешивают в течение 20 минут на аппарате для встряхивания. Добавляют 2 г целита и фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр в колбу емкостью 500 мл. Остаток на фильтре промывают 20 мл метанола. Растительный материал повторно экстрагируют 60 мл метанола при встряхивании в течение 10 минут, и суспензию фильтруют. К объединенным экстрактам добавляют метанол до объема 200 мл и отбирают аликвоту раствора (40 мл), эквивалентную 5 г растительного материала.

2.6.1.3. Почва. Навеску (20 г) воздушно-сухой почвы помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 20 мл дистиллированной воды и спустя 5 минут 80 мл метанола. Суспензию перемешивают в течение 1 часа на аппарате для встряхивания. Добавляют 2 г целита и фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Осадок на фильтре промывают 20 мл метанола. К объединенному фильтрату добавляют метанол до объема 120 мл и отбирают аликвоту раствора (60 мл), эквивалентную 10 г почвы.

2.6.2. Очистка экстракта

Аликвоты растительного (из п. 2.6.1.2) и почвенного (из п. 2.6.1.3) экстрактов переносят в делительную воронку вместимостью 250 мл, приливают соответственно 40 или 50 мл дистиллированной воды, 20 или 30 мл насыщенного раствора хлорида натрия и 30 мл смеси гексан–диэтиловый эфир (9 : 1, по объему). Смесь встряхивают в течение 1 минуты и после ее разделения отделяют гексановый слой и пропускают его через стеклянный фильтр, заполненный безводным сульфатом на-

трия, в грушевидную колбу вместимостью 100 мл. Экстракцию водно-метанольной фракции смесью гексан-диэтиловый эфир повторяют еще два раза (по 20 мл). Объединенный гексановый экстракт упаривают на роторном испарителе досуха при температуре 30 °С.

2.6.3. Очистка на колонке с силикагелем

Остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п. 2.6.2 экстрактов растительного материала и почвы, количественно переносят тремя 1-мл порциями смеси гексан–этилацетат (9 : 1, по объему) в подготовленную хроматографическую колонку (п. 2.5.6). Промывают колонку 50 мл смеси гексан–этилацетат (9 : 1, по объему), которые отбрасывают. Люфенурон элюируют 50 мл смеси гексан–этилацетат (8 : 2, по объему), собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 100 мл. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30 °С. Сухие остатки экстрактов почвы и яблок растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.2) и анализируют по п. 2.7.

2.6.4. Очистка на концентрирующем патроне Диапак

Сухой остаток экстракта клубней картофеля (п. 2.6.3) количественно переносят двумя 1-мл порциями смеси ацетонитрил–вода (4 : 6, по объему) в подготовленный концентрирующий патрон Диапак С8 (п. 2.5.6). Патрон промывают 7 мл смеси ацетонитрил–вода (4 : 6, по объему) со скоростью 5 мл/мин, которые отбрасывают. Люфенурон элюируют 15 мл смеси ацетонитрил–вода (5 : 5, по объему) со скоростью 5 мл/мин. Элюат упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.2) и анализируют на содержание люфенурона по п. 2.7.

2.7. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Altex (США)

Колонка стальная длиной 25 см, внутренним диаметром 4 мм

Температура колонки	комнатная
Подвижная фаза	ацетонитрил–вода (60 : 40, по объему)
Скорость потока элюента	1 мл/мин
Рабочая длина волны	254 нм
Чувствительность	0,005 ед. абсорбции на шкалу
Объем вводимой пробы	100 мкл

2.7.1. Неподвижная фаза: Диасорб 130-С16Т, зернением 7 мкм

Время выхода люфенурона: около 16 минут.

2.7.2. Альтернативная неподвижная фаза: Lichrosorb RP-8 (5 мкм)

Время выхода люфенурона около 13 минут

Линейный диапазон детектирования 5—50 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,5 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

2.8. Обработка результатов анализа

Содержание люфенурона рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

X – содержание люфенурона в пробе, мг/кг или мг/дм^3;

H_1 – высота пика образца, мм;

H_0 – высота пика стандарта, мм;

A – концентрация стандартного раствора люфенурона, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m – объем анализируемого образца (мл) или масса анализируемой части образца, г.

3. Требования техники безопасности

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

4. Разработчики

Дубовая Л. В.; Талалакина Т. Н.; Макеев А. М. к. биол. н; Чкаников Д. И., профессор, д. биол. н.

ВНИИ фитопатологии, 143050, Московская обл., п/о Большие Вяземы.

Таблица 2

Полнота определения Люферона (n = 5)

Матрица	Внесено Люферона, мг/дм^3 мг/кг	Открыто Люферона, %	Доверительный интервал среднего результата, %
Вода	0,0004	88,0	± 6,9
	0,0008	92,2	± 3,7
	0,002	95,0	± 2,9
	0,004	92,8	± 3,6
Почва	0,01	88,0	± 6,9
	0,02	87,5	± 6,5
	0,05	91,1	± 3,9
	0,10	92,2	± 5,2
Яблоки	0,02	86,6	± 6,3
	0,04	90,6	± 7,5
	0,10	89,4	± 7,8
	0,20	93,9	± 3,3
Клубни картофеля	0,02	80,0	± 7,9
	0,04	84,0	± 8,5
	0,10	91,3	± 7,9
	0,20	88,8	± 7,4

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