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 квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и луке методом газожидкостной хроматографии

## Методические указания
## МУК 4.1.1138—02

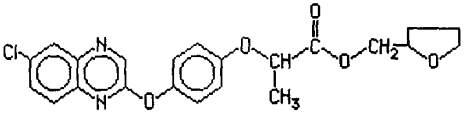
### 1. Вводная часть

Фирма производитель: Юнироял Кемикал Ко. Инк.

Торговое наименование препарата: ПАНТЕРА, КЭ.

Действующее вещество (д. в.): квизалофоп-П-тефурил

Название д. в. по номенклатуре ИЮПАК: (R)-2-[4-(6-=хлорхиноксалин-2-илокси) фенокси]пропионовой кислоты тетрагидрофурфуриловый эфир.



$C_{22}H_{21}N_2ClO_5$ М. м. 428

Кристаллический порошок белого цвета без запаха.

Давление паров: $< 5{,}9 \times 10^{-8}$ мм Hg при 25 °С.

Растворимость (мг/л при 25 °С): в воде – 3,753, метаноле – 6439, толуоле – 65170, н-гексане – 1243.

Температура плавления: 72,5—74,5 °С.

Коэффициент распределения в системе октанол/вода: $\log_p$ – 4,3222.

Основным продуктом гидролитического разложения (метаболитом) квизалофоп-П-тефурила является 2-[4-(6-хлорхиноксалин-2-илокси) феноксиJпропионовая кислота.

Токсикологическая характеристика: ДСД для массы тела человека 0,004 мг/кг.

*Гигиенические нормативы*

МДУ в сельскохозяйственной продукции: свекла, картофель 0,04 мг/кг; лук – 0,06 мг/кг.

ПАНТЕРА, КЭ – послевсходовый гербицид для борьбы с однолетними и многолетними злаковыми сорными растениями при возделывании овощных и технических культур.

## 2. Методика определения остаточных количеств квизалофоп-п-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и луке с применением газожидкостной хроматографии

### *2.1. Основные положения*

#### *2.1.1. Принцип метода*

Метод основан на извлечении остаточных количеств квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов из анализируемого объекта метанолом, последующем гидролизе квизалофоп-П-тефурила и метаболитов с дериватизацией (метанолиз) до конечного продукта 2-метокси-6-хлорхиноксалина, проведении очистки экстрактов на колонке с оксидом алюминия и концентрирования конечных реэкстрактов.

Количественное определение проводят методом внешнего стандарта с применением газожидкостной хроматографии с использованием термоионного детектора (ТИД) или детектора электронного захвата (ДЭЗ), набивной или капиллярной колонки с неподвижной фазой типа SE-30.

#### *2.1.2. Избирательность метода*

Прочие пестициды, применяемые в интенсивной технологии выращивания овощей, определению не мешают. Использование колоночной хроматографии для очистки экстрактов, а также селективных детекторов позволяет устранить влияние возможных мешающих анализу примесей.

### *2.1.3. Метрологическая характеристика метода*

Таблица

**Полнота определения квизалофоп-П-тефурила в модельных пробах ($n$ = 6)**

| Анализируемые объекты | Внесено, мг/кг | Извлечено, % | Доверительный интервал среднего результата, % |
|---|---|---|---|
| Клубни картофеля | 0,025 | 78 | ± 8,7 |
| | 0,05 | 80 | ± 8,1 |
| | 0,1 | 85 | ± 6,2 |
| | 0,5 | 91 | ± 4,9 |
| Корнеплоды сахарной свеклы | 0,025 | 80 | ± 8,1 |
| | 0,05 | 85 | ± 6,8 |
| | 0,1 | 90 | ± 5,0 |
| | 0,5 | 93 | ± 4,3 |
| Корнеплоды столовой свеклы | 0,025 | 82 | ± 7,4 |
| | 0,05 | 86 | ± 6,8 |
| | 0,1 | 92 | ± 5,0 |
| | 0,5 | 95 | ± 4,7 |
| Ботва свеклы | 0,025 | 80 | ± 9,3 |
| | 0,05 | 83 | ± 8,4 |
| | 0,1 | 88 | ± 6,6 |
| | 0,5 | 90 | ± 6,0 |
| Морковь | 0,025 | 75 | ± 11,2 |
| | 0,05 | 78 | ± 10,5 |
| | 0,1 | 83 | ± 10,2 |
| | 0,5 | 90 | ± 9,3 |
| Репка лука | 0,05 | 60 | ± 19,2 |
| | 0,1 | 65 | ± 14,8 |
| | 0,5 | 72 | ± 12,1 |

### *2.2. Реактивы, растворы и материалы*

Аналитический стандарт 2-метокси-6-хлорхиноксалина

Аналитический стандарт квизалофоп-П-тефурила

Ацетон, ч — ГОСТ 2603—79

Вода дистиллированная — ГОСТ 7602—76

н-Гексан, хч — ТУ 6-09-3375—78

Кислота соляная, осч. 23—4 — ТУ 6-09-01-794—90

Метилен хлористый, хч — ТУ 6-09-06-856—77

Натрия гидроокись, чда — ГОСТ 4328—77

| | |
|---|---|
| Натрий сернокислый, безводный, чда, | ГОСТ 4166—76 |
| Натрий хлористый, чда | ГОСТ 4233—77 |
| Оксид алюминия для хроматографии, ч., размер частиц 100—200 мкм, 1-й степени активности по Брокману, нейтральный | |
| Оксид алюминия для хроматографии, ч, размер частиц 100—200 мкм, 4-й степени активности по Брокману, нейтральный | |
| Спирт метиловый, хч, (перегнанный) | ТУ 6-09-1709—77 |

### *2.3. Приборы, аппаратура, посуда*

| | |
|---|---|
| Газовый хроматограф «Цвет-500» с ДПР (ДЭЗ) или ТИД | |
| Хроматографическая колонка кварцевая капиллярная длиной 10 м и внутренним диаметром 0,53 мм с неподвижной фазой типа SE-30 | |
| Хроматографическая колонка насадочная длиной 2,0 м и внутренним диаметром 4,0 мм с неподвижной фазой 3% SE-30 на хроматоне N-AW, 0,125—0,160 мм | |
| Ротационный испаритель ИР-1М или аналогичного типа | ТУ 25-11-917—76 |
| Микрошприц МШ 10А | ТУ 64-1-2850 |
| Весы аналитические | ТУ 64-1-1065 |
| Пробирки мерные конические на 10 мл | ГОСТ 1770-7420 |
| Воронки делительные на 500 мл | ГОСТ 10054 |
| Воронки для фильтрования стеклянные | ГОСТ 8613 |
| Колбы мерные на 10, 50, 100 мл | ГОСТ 1770 |
| Концентраторы грушевидные (конические) НШ19,КГУ-100-14/19, ТС | ГОСТ 10394 |
| Пипетки мерные на 0,1; 1,0; 5,0 мл | ГОСТ 20292 |
| Стаканы стеклянные на 100 мл | ГОСТ 6236 |
| Фильтры бумажные «красная лента» | ТУ 6-09-2670 |
| Колбы круглодонные на 500 мл со шлифом | ГОСТ 25336—82Е |
| Колбы плоскодонные на 500 мл | ГОСТ 25336—82Е |
| Гомогенизатор | МРТУ 42-15.05—63 |
| Чашка фарфоровая | ГОСТ 9147—80Е |

### *2.4. Отбор проб*

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», утвержденными 21.08.79 № 2051—79.

### *2.5. Подготовка к определению*

#### *2.5.1. Подготовка и очистка растворителей*

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 мл растворителя упаривают в ротационном испарителе при температуре 40 °С до объема 1,0 мл и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками.

#### *2.5.2. Подготовка и кондиционирование колонки*

Подготовленной насадкой (3 % SE-30 на хроматоне N-AW или другом носителе) заполняют стеклянную колонку и уплотняют ее под вакуумом. Колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и кондиционируют ее при рабочем расходе газа-носителя и температуре 260 °С в течение 8—10 ч.

#### *2.5.3. Приготовление стандартных растворов*

Основной раствор 2-метокси-6-хлорхиноксалина с концентрацией 100 мкг/мл готовят в мерной колбе растворением 0,01 г стандартного вещества в 100 мл н-гексана. Раствор хранят в холодильнике не более 3 месяцев. Рабочие стандартные растворы с концентрациями 2,0; 5,0; 10,0 и 25,0 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора 2-метокси-6-хлорхиноксалина соответствующим последовательным разбавлением н-гексаном. Рабочие растворы хранят в холодильнике не более месяца.

При определении в модельных пробах полноты извлечения квизалофоп-П-тефурила используют соответствующие растворы вещества в ацетоне.

#### *2.5.4. Построение калибровочного графика*

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 1—3 мкл рабочего стандартного раствора 2-метокси-6-хлорхиноксалина с концентрацией 2,0; 5,0; 10,0 и 25,0 мкг/мл. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений и находят среднее значение

высоты (площади) хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты (площади) хроматографического пика в мм (мм$^2$) от концентрации 2-метокси-6-хлорхиноксалина в растворе в мкг/мл.

*2.5.5. Подготовка хроматографических колонок с оксидом алюминия 1-й и 4-й степени активности по Брокману для очистки экстрактов*

Оксид алюминия прогревают в фарфоровой чашке в термостате при 150 °С в течение 5 ч и охлаждают до комнатной температуры (1-я степень активности по Брокману). Для приготовления оксида алюминия 4-й степени активности по Брокману внутреннюю поверхность колбы со шлифом объемом 0,5 л увлажняют 11,1 мл дистиллированной воды и добавляют в колбу 100 г активированного оксида алюминия. Содержимое колбы тщательно перемешивают. Колбы с подготовленным оксидом алюминия хранят герметично закрытыми.

Стеклянную колонку размером 30,0 × 1,0 см заполняют (при легком встряхивании) 5,0 г оксида алюминия (высота слоя ~7,0 см). Над слоем оксида алюминия помещают слой безводного сульфата натрия высотой 2,0 см и содержимое колонки перед использованием промывают 30,0 мл н-гексана.

*2.5.6. Подготовка проб к определению*

Клубни картофеля, корнеплоды моркови и свеклы промывают водой для удаления остатков почвы и обсушивают фильтровальной бумагой. Из каждого неочищенного клубня, корнеплода или репки лука берут сегменты ($^1/_4$ часть) по осевой линии. Сегменты нарезают ножом, гомогенизируют и после тщательного перемешивания выделяют средний образец. Ботву свеклы нарезают ножом, гомогенизируют, перемешивают и выделяют средний образец.

***2.6. Проведение определения***

*2.6.1. Обработка проб для газохроматографического анализа с использованием ДЭЗ*

2.6.1.1. *Проведение экстракции и метанолиза.* Образец массой 10,0 ± 0,1 г помещают в круглодонную колбу со шлифом емкостью 250 мл, добавляют 25 мл метилового спирта и 5 мл 40 % водного раствора гидроокиси натрия, слегка встряхивают и добавляют 25 мл (вторая порция) метилового спирта. Колбу помещают на водяную баню, присоединяют обратный холодильник и содержимое колбы кипятят в течение 90 мин. Затем обратный холодильник отсоединяют, колбу

90 мин. Затем обратный холодильник отсоединяют, колбу закрывают пробкой и охлаждают в струе проточной холодной воды. Сразу же после этого содержимое колбы фильтруют через складчатый бумажный фильтр «красная лента» в делительную воронку емкостью 500 мл. Внутренние стенки колбы и фильтр промывают 15 мл метилового спирта. Затем в воронку добавляют 50 мл дистиллированной воды, 10 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия и с использованием концентрированной соляной кислоты (~ 3 мл) доводят содержимое воронки до pH 5—6. В воронку приливают 30 мл н-гексана и встряхивают в течение 3 мин. После 5-минутного отстаивания нижний водно-метанольный слой сливают в плоскодонную колбу емкостью 500 мл.

Гексановый экстракт, оставшийся в делительной воронке, пропускают через коническую воронку с ватным тампоном и слоем безводного сульфата натрия (толщина 1,0—1,5 см) в грушевидную колбу-концентратор емкостью 100 мл. Экстрагирование с использованием 30 мл н-гексана повторяют еще раз. Воронку и сульфат натрия промывают 5 мл н-гексана. Объединенный гексановый экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 5,0 мл.

Водно-метанольный слой отбрасывают.

*2.6.1.2. Проведение очистки экстрактов корнеплодов и ботвы свеклы, корнеплодов моркови и клубней картофеля на колонке с оксидом алюминия 4-й степени активности по Брокману.* Остаток гексанового экстракта объемом 5 мл количественно переносят из колбы-концентратора в подготовленную колонку с оксидом алюминия. Элюирование 2-метокси-6-хлорхиноксалина осуществляют 20 мл н-гексана со скоростью ~60 кап./мин в грушевидную колбу-концентратор.

Элюат после очистки концентрируют на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 1,5—2,0 мл. Остаток количественно переносят в мерную коническую пробирку емкостью 10 мл и упаривают н-гексан в токе азота досуха. Сухой остаток в пробирке растворяют в 0,5 мл н-гексана и хроматографируют.

*2.6.1.3. Проведение очистки экстрактов репок лука на колонке с оксидом алюминия 1-й степени активности по Брокману.* При проведении анализа проб репок лука остаток гексанового экстракта репок лука объемом 5 мл количественно переносят в колонку с оксидом алюминия 1-й степени активности по Брокману.

Колонку с нанесенным экстрактом промывают 30 мл смеси н-гексан–метилен хлористый (98 : 2) и элюат отбрасывают. После этого

проводят элюирование 2-метокси-6-хлорхиноксалина 15 мл смеси н-гексан–метилен хлористый (93 : 7) со скоростью ~60 кап./мин в грушевидную колбу-концентратор.

Элюат после очистки концентрируют на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 1,5—2,0 мл. Остаток количественно переносят в мерную коническую пробирку емкостью 10 мл и упаривают н-гексан в токе азота досуха. Сухой остаток в пробирке растворяют в 0,5 мл н-гексана и хроматографируют.

*2.6.2. Обработка проб для газохроматографического анализа с использованием ТИД*

Образец массой 10,0 ± 0,1 г помещают в круглодонную колбу со шлифом емкостью 250 мл, добавляют 25 мл метилового спирта и 5 мл 40 %-ного водного раствора гидроокиси натрия, слегка встряхивают и добавляют 25 мл (вторая порция) метилового спирта. Колбу помещают на водяную баню, присоединяют обратный холодильник и содержимое колбы кипятят в течение 90 мин. Затем обратный холодильник отсоединяют, колбу закрывают пробкой и охлаждают в струе проточной холодной воды. Сразу же после этого содержимое колбы фильтруют через складчатый бумажный фильтр «красная лента» в делительную воронку емкостью 500 мл. Внутренние стенки колбы и фильтр промывают 15 мл метилового спирта. Затем в воронку добавляют 50 мл дистиллированной воды, 10 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия и с использованием концентрированной соляной кислоты (~3 мл) доводят содержимое воронки до pH 5—6. В воронку приливают 30 мл н-гексана и встряхивают в течение 3 мин. После 5-минутного отстаивания нижний водно-метанольный слой сливают в плоскодонную колбу емкостью 500 мл.

Гексановый экстракт, оставшийся в делительной воронке, пропускают через коническую воронку с ватным тампоном и слоем безводного сульфата натрия (толщина 1,0—1,5 см) в грушевидную колбу-концентратор емкостью 100 мл. Экстрагирование с использованием 30 мл н-гексана повторяют еще раз. Воронку и сульфат натрия промывают 5 мл н-гексана. Водно-метанольный слой отбрасывают.

Объединенный гексановый экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40 °С до объема 5,0 мл. Остаток количественно переносят в мерную коническую пробирку емкостью 10 мл и упаривают н-гексан в токе азота досуха. Сухой остаток в пробирке растворяют в 0,5 мл н-гексана и хроматографируют.

### *2.7. Условия газохроматографического анализа*

*2.7.1. При использовании насадочной колонки*

| Газовый хроматограф | «Цвет-500» или другой с ДПР (ДЭЗ), ТИД |
|---|---|
| Колонка | насадочная с н. ф. типа SE-30 |
| Длина, внутренний диаметр колонки | 2,0 м × 4,0 мм |
| Рабочая шкала электрометра | $2 \cdot 10^{-10}$ А |
| Скорость протяжки ленты самописца | 0,5 см/мин |
| Скорость потока гелия (азота) | 40 $см^3$/мин |
| Скорость потока воздуха (ТИД) | 350 $см^3$/мин |
| Скорость потока водорода (ТИД) | 35 $см^3$/мин |
| Режим хроматографирования | изотермический |
| Температура колонки | 150 °С |
| Температура испарителя | 250 °С |
| Температура детектора | 280 °С |
| Объем вводимой пробы | 2,0—3,0 мкл |
| Время удерживания 2-метокси-6-хлорхиноксалина | 5,6 ± 0,25 мин |
| Линейный диапазон определения | 5,0—50 нг |

**Примечание:** после выполнения 5—7 анализов насадочную колонку следует прогреть при температуре 260 °С в течение 1 ч.

*2.7.2. При использовании капиллярной колонки*

| Газовый хроматограф | «Цвет-500» или другой с ТИД |
|---|---|
| 1 | 2 |
| Колонка | кварцевая капиллярная с н. ф. SE-30 |
| Толщина слоя неподвижной фазы | 2,65 мкм |
| Длина, внутренний диаметр колонки | 10 м × 0,53 мм |
| Рабочая шкала электрометра | $2 \cdot 10^{-10}$А |
| Скорость протяжки ленты самописца | 0,5 см/мин |
| Скорость потока гелия (азота) | 7 $см^3$/мин |
| Скорость потока дополнительного газа – гелия (азота) к детектору | 30 $см^3$/мин |
| Скорость потока воздуха | 350 $см^3$/мин |
| Скорость потока водорода | 35 $см^3$/мин |

Продолжение таблицы

| 1 | 2 |
|---|---|
| Режим хроматографирования | программирование температуры |
| Температура колонки начальная | 80 °С |
| Время хроматографирования при начальной температуре | 3 мин |
| Температура колонки конечная | 280 °С |
| Время хроматографирования при конечной температуре | 20 мин |
| Скорость подъема температуры | 20 °С /мин |
| Температура испарителя | 250 °С |
| Температура детектора | 280 °С |
| Объем вводимой пробы | 1,0—2,0 мкл |
| Время удерживания 2-метокси-6-хлор-хиноксалина | 9,0 ± 0,1 мин |
| Линейный диапазон определения | 2,0—20 нг |

*2.7.3. Расчет суммарного содержания квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов*

Расчет проводят по стандартному раствору 2-метокси-6-хлорхиноксалина, высота (площадь) пика которого наиболее близка высоте (площади) пика в рабочей пробе. Расчет суммарного содержания квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов производят по следующей формуле:

$$X = \frac{C \cdot H_1 \cdot V_{cm} \cdot V_2 \cdot K}{H_{cm} \cdot V_1 \cdot P} \cdot 10^{-3}\ [\text{мг/кг}],\ \text{где}$$

$C$ – концентрация стандартного раствора 2-метокси-6-хлорхиноксалина, нг/мкл;

$H_1$ – высота (площадь) пика 2-метокси-6-хлорхиноксалина в анализируемой пробе, мм (мм$^2$);

$H_{cm}$ – высота (площадь) пика 2-метокси-6-хлорхиноксалина в стандартном растворе, мм (мм$^2$);

$V_1$ – объем анализируемой пробы, введенной в хроматограф, мкл;

$V_{cm}$ – объем пробы стандартного раствора, введенного в хроматограф, мкл;

$V_2$ – общий объем анализируемой пробы, мкл;

$P$ – навеска исследуемого образца пробы, г;

$K$ – коэффициент пересчета, равный 2,75, учитывающий соотношение молекулярных масс квизалофоп-П-тефурила и 2-метокси-6-хлорхиноксалина, а также степень извлечения анализируемых компонентов и матрицы.

Для получения достоверных результатов измерений конечный результат записывается следующим образом:

$$X = (x \pm \Delta), \text{ где}$$

$X$ – содержание остаточных количеств квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в анализируемой пробе в пересчете на действующее вещество;

$x$ – среднее из трех параллельных результатов измерений;

$\Delta$ – показатель погрешности измерений, соответствующий диапазону, в который попадает величина x.

## 3. Требования техники безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, электронагревательными приборами и сжатыми газами, а также требования, изложенные в документации на приборы.

## 4. Разработчики

Долженко В. И., Крылов А. И., Григорьева Л. В., Тарарин П. А., Николаев М. Я. (ВНИИ защиты растений, 189620, Санкт-Петербург – Пушкин, шоссе Подбельского, 3).

**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