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 2,4-Д в воде, зерне, соломе зерновых культур и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.1132—02

1. Вводная часть

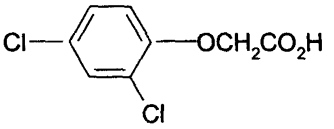
1.1. Краткая характеристика препарата

Фирма-производитель: Дау АгроСайенсес, Нуфарм ГмбХ и Ко КГ

Торговое название препарата: 2,4-Д, ВР; Дезормон ВР, Дикопур Ф

Название действующего вещества по ИСО: 2,4-Д.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 2,4-дихлорфенок сиуксусная кислота.



$C_8H_6Cl_2O_3$. М. м. 221,0

Белое кристаллическое вещество.

Давление паров: 0,011 mPa (20 °C).

Температура плавления: 141 °C.

Коэффициент распределения в системе н-октанол – вода K_{ow} log$P$ 2,58—2,83 (pH 1).

Растворимость в воде 311 мг/л (pH 1, 25 °С), 0,6 г/л (20 °С). В этаноле 1250, диэтиловом эфире 243, гептане 1,1 (все в г/кг, 20 °С).

2,4-Д стабильна в растворах сильных кислот и образует водорастворимые соли со щелочными металлами и аминами; pKa = 2,73.

Краткая токсикологическая характеристика

2,4-Д (кислота) относится к умеренно опасным веществам по острой пероральной ($ЛД_{50}$ для крыс – 639—764 мг/кг, для мышей – 138 мг/кг), ингаляционной токсичности [$ЛК_{50}$ (24 ч) для крыс > 1,79 мг/л воздуха] и малоопасным по кожно-резорбтивной токсичности ($ЛД_{50}$ для крыс более 1 600 мг/кг).

В России установлены следующие гигиенические нормативы: ДСД – 0,0001 мг/кг/сутки; ПДК в почве – 0,1 мг/кг (транслокационный лимитирующий показатель); ПДК в воде водоёмов – 0,0002 мг/дм^3 (санитарно-токсикологический показатель); МДУ в сельскохозяйственной продукции (мг/кг): все пищевые продукты – не допускается (предел обнаружения 0,005 мг/кг).

Область применения препарата

2,4-Д – селективный, системный гербицид, эффективно подавляющий рост и развитие большинства двудольных широколистных сорных растений. У чувствительных к препарату растений происходит угнетение процессов фотосинтеза, стимуляция или угнетение дыхания, нарушение метаболизма азотсодержащих соединений, разобщение процессов окисления и фосфорилирования, снижение синтеза макроэргических фосфорных соединений и другие нарушения. Устойчивые растения обладают большей способностью к детоксикации гербицида и регуляторными системами, обеспечивающими стабильность обменных реакций.

2. Методика определения остаточных количеств 2,4-Д в зерне, соломе зерновых колосовых культур и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении 2,4-Д в виде бутилового эфира с помощью газожидкостной хроматографии с электронозахватным детектором после экстракции ее водно-спиртовым раствором щелочи, процесса высаливания в водной фазе, перераспределения в органический растворитель и очистке на концентрирующем патроне Диапак Амин. Идентификация проводится по времени удерживания. Количественное определение – методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $p = 0,95$ $n = 20$				
	предел обнаружения 2,4-Д, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S	доверительный интервал среднего результата, %, ±
Вода	0,0001	0,0001—0,01	92,4	3,2	92,4 ± 2,57
Зерно пшеницы	0,005	0,05—0,005	81,7	2,6	81,7 ± 1,17
Солома пшеницы	0,02	0,2—0,02	84,3	2,30	84,3 ± 1,07
Зерно кукурузы	0,005	0,05—0,005	82,5	2,32	82,5 ± 1,08

Таблица 2

Доверительный интервал и полнота определения 2,4-Д в зерне и соломе яровой пшеницы, зерне кукурузы

Анализируемый объект	Добавлено 2,4-Д, мг/кг (л)	Обнаружено 2,4-Д, мг/кг (л)	Доверительный интервал, ±	Полнота определения, %
1	2	3	4	5
Вода	0,0001	0,000098	0,000007	98,5
	0,0005	0,00048	0,00005	95,6
	0,001	0,00083	0,000003	83,2
Зерно яр. пшеницы	0,005	0,0042	0,0002	83,6
	0,01	0,0081	0,0004	81
	0,025	0,0201	0,0008	80,6
	0,05	0,0408	0,0009	81,5
Солома яр. пшеницы	0,02	0,0172	0,0003	86,3
	0,05	0,0422	0,0011	84,4
	0,1	0,0832	0,0033	83,2
	0,2	0,1706	0,0056	83,1
Зерно кукурузы	0,005	0,0042	0,0002	83,2
	0,01	0,0083	0,0001	82,6
	0,025	0,0210	0,0008	83,8
	0,05	0,0404	0,0012	80,7

2.1.3. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в технологии выращивания сельскохозяйственных культур (хлор- и фосфорорганические пестициды, симм-триазины, амиды, синтетические пиретроиды, фенилмочевины, тио- и дитиокарбаматы).

2.2. Реактивы, оборудование и приборы

2.2.1. Реактивы, растворы и материалы

Аналитический стандарт 2,4-Д, с содержанием д. в. 99,8 %	
Азот, осч	ГОСТ 9293—74
Ацетон, хч	ТУ 6-09-3513—86
н-Бутанол, хч, свежеперегнанный	ГОСТ 6006—78
Вода дистиллированная	ГОСТ 7602—72
н-Гексан, ч	ТУ 6-09-3375—78
Гелий, очищенный марки «А»	ТУ 51-940—80
Кислота серная концентрированная, ч H_2SO_4, 2% H_2SO_4 в бутаноле (бутилирующая смесь)	ГОСТ 4204—77
Кислота серная, 4н водный раствор	
Кислота соляная концентрированная, хч	ГОСТ 3118—77
Кислота соляная, 2М раствор водный	
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрия гидроокись, хч	ГОСТ 4328—77
Натрия гидроокись, 20 %-ный водный раствор	
Патроны концентрирующие Диапак Амин (0,6 г), фирма БиоХимМак, МГУ	ТУ 4215-002-05451931—94
Спирт этиловый, ректифицированный	ТУ 6-09-1710—77
Шприц медицинский с разъемом типа Люер, объемом не менее 10 мл	
Эфир диэтиловый для наркоза	Фармакопея СССР

2.2.2. Приборы и оборудование

Хроматограф газожидкостный «Цвет 500М» с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов (ДПР)
Колонка газохроматографическая стеклянная длиной 2 м, с внутренним диаметром 3 мм,

неподвижная фаза OV-17,5 % на Хроматоне-N-супер (0,12—0,16 мм)	
Хроматограф газовый «Кристалл 2000М» с электронозахватным детектором (ЭЗД) или другой с аналогичными или улучшенными характеристиками	
Колонка капиллярная кварцевая HP-5, (Crosslinked 5 % фенилсиликсана и 95 % метилсилоксана), длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм	
Алонж прямой с отводом для вакуума (для работы с концентрирующими патронами Диапак)	
Банки центрифужные полипропиленовые с крышками объемом 250 мл, Nalgene, cat. № 3120—0250	
Баня песчаная	
Блок нагревательный для виал, Dri-Block DB-3, Tecam.	
Бумага индикаторная, универсальная	
Вакуумный насос масляный, тип ВН-461-М	
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
Виалы с тефлоновыми прокладками, Aldrich, cat. № Z27,702—9	
Воронки делительные 250 мл,	ГОСТ 25336—82Е
Воронки для фильтрования стеклянные	ГОСТ 8613—75
Встряхиватель механический	ТУ 64-1—1081—73
Испаритель ротационный МР-1М	ТУ 25-11-917—74
Колбы конические плоскодонные на 100 мл	ГОСТ 10394—72
Колбы мерные на 25, 50 и 100 мл	ГОСТ 1770—74
Концентраторы грушевидные (конические) 250 мл	ГОСТ 10394—72
Микрошприц для газового хроматографа на 1—10 мкл	
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Пипетки мерные на 1; 2,0; 5,0; 10 мл	ГОСТ 20292—74

Стаканы стеклянные на 100 мл	ГОСТ 6236—72
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6-09-2678—77
Центрифуга	МРТУ 42-219—69

2.3. 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). Отобранные пробы зерна и соломы зерновых культур доводятся до стандартной влажности и хранятся в бумажных или тканевых мешочках в сухом, хорошо проветриваемом шкафу, недоступном для грызунов. Зерно размалывают на лабораторной мельнице. Солому нарезают ножницами и также измельчают в мельнице.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Приготовление стандартных растворов

Взвешивают 50 мг 2,4-Д кислоты в мерной колбе на 50 мл, растворяют навеску в этаноле и доводят объем до метки этанолом (стандартный раствор № 1, концентрация 1 мг/мл). Стандартный раствор № 1 можно хранить в холодильнике в течение 1 месяца. Методом последовательного разбавления готовят стандартный раствор № 2 с концентрацией 0,5 мкг/мл. Стандартный раствор № 2 используют для проверки хроматографического поведения 2,4-Д на патроне Диапак Амин (п. 2.4.2.1).

Для построения калибровочного графика, при определении остаточных количеств 2,4-Д в зерне и соломе зерновых культур, отбирают 1 мл стандартного раствора № 2 в виал, удаляют растворитель током теплого воздуха и проводят бутилирование, как указано в разделе 2.4.5. Получают стандартный раствор № 3 бутилового эфира 2,4-Д с концентрацией 0,1 мкг/мл. Из него последовательным разбавлением готовят растворы с концентрациями: 0,05; 0,025; 0,01 мкг/мл. Вводят в хроматограф по 1 мкл каждого из полученных четырех растворов и после интегрирования хроматограммы строят график зависимости отклика детектора (площади пика) от концентрации 2,4-Д (мкг/мл).

2.4.2. Подготовка концентрирующих патронов Диапак Амин для очистки экстракта

Все процедуры проводят с использованием вакуума.

При работе с концентрирующими патронами Диапак используется вода бидистиллят.

2.4.2.1. *Кондиционирование патрона.* Патрон Диапак Амин устанавливают на алонж с отводом для вакуума, вставляют шприц с разъе-

мом типа Люер объемом не менее 10 мл (используют как емкость для элюентов).

Пропускают через патрон Диапак Амин 20 мл ацетона со скоростью не более 2 мл/мин и высушивают 5 минут. Элюат отбрасывают.

2.4.2.2. *Проверка хроматографического поведения 2,4-Д на патроне Диапак Амин.* Упаривают 1 мл аналитического стандарта № 2 2,4-Д в концентраторе на ротационном вакуумном испарителе. Сухой остаток разводят в 1 мл ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, добавляют 1 мл воды, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор наносят на подготовленный патрон Диапак Амин (п. 2.4.2.1). Патрон промывают 5 мл ацетона со скоростью не более 2 мл/мин, элюат отбрасывают. Затем, с патрона последовательно собирают в отдельные концентраторы две фракции по 5 мл 0,2 М соляной кислоты и упаривают их досуха при температуре бани не выше 35 °С. Сухой остаток каждой фракции переносят тремя порциями по 2 мл диэтилового эфира в виал и высушивают током теплого воздуха. Проводят бутилирование, как указано в п. 2.4.5.

Газохроматографическим методом определяют содержание 2,4-Д в каждой фракции элюата. Фракции, содержащие 2,4-Д, объединяют, упаривают досуха, вновь растворяют в 5 мл гексана и вводят в хроматограф 1 мкл пробы.

Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смыва 2,4-Д с патрона Диапак Амин и необходимый объем элюирующей смеси.

Примечание: хроматографическое поведение 2,4-Д на патроне обязательно проверяют при отработке методики и при использовании новой партии патронов.

2.4.3. Приготовление водноспиртового раствора щелочи для гидролиза

В мерную колбу объемом 100 мл наливают 50 мл 20 %-ного водного раствора едкого натра и доводят объем до метки этиловым спиртом. Раствор тщательно перемешивают и хранят при комнатной температуре в течение одного месяца.

2.4.4. Приготовление раствора для бутилирования

Раствор для бутилирования готовят под тягой, строго соблюдая технику безопасности.

В мерную колбу объемом 100 мл осторожно приливают 2 мл концентрированной серной кислоты к н-бутанолу. Перемешивают раствор и доводят объем до метки бутанолом. Бутилирующую смесь хранят под тягой в течение одного месяца.

2.4.5. Бутилирование

К сухому остатку в виал добавляют 1 мл 2 %-ного раствора концентрированной серной кислоты в бутаноле. Плотно закрывают виал крышкой и помещают в блок для виал, нагретый до 100 °С. Бутилирование проводят в течение 60 мин. Далее виал охлаждают до комнатной температуры, добавляют 5 мл (для соломы 10 мл) гексана, 20—25 мл дистиллированной воды. Смесь интенсивно встряхивают и после разделения фаз из верхнего гексанового слоя аликвоту 1 мкл вводят в хроматограф.

Примечание: При отсутствии виал и нагревательного блока можно использовать концентраторы с притертыми пробками и водяные или песчаные бани. При этом следует внимательно следить за герметичностью сосудов.

2.4.6. Подготовка и кондиционирование колонки

Капиллярную кварцевую колонку HP-5 длиной 30 м или другую аналогичную по характеристикам одним концом подсоединяют к инжектору. Проверяют утечку газа, устанавливают необходимую скорость потока газа (18—20 см/с). Кондиционируют колонку при температуре термостата 270 °С в течение 6—8 ч. Далее колонку подсоединяют к детектору и выставляют рабочие режимы.

2.5. Описание определения

2.5.1. Определение остаточных количеств 2,4-Д в зерне и соломе зерновых культур, зерне кукурузы

2.5.1.1. *Экстракция и предварительная очистка.* Из измельченного на лабораторной мельнице среднего образца зерна (соломы) взвешивают аналитическую пробу 10 г (5 г) в центрифужные полипропиленовые банки. Добавляют 50 мл (для соломы 100 мл) водноспиртового раствора щелочи и встряхивают пробу на встряхивателе в течение 1 ч, оставляют на ночь. После выстаивания пробу встряхивают 15 мин, и экстракт фильтруют методом декантации через фильтр «красная лента» в концентратор.

Экстракт упаривают досуха. Остаток в концентраторе растворяют в 100 мл воды, добавляют 10 г хлористого натра, перемешивают содержимое и фильтруют в делительную воронку. Водную фазу подкисляют 4Н серной кислотой до pH=1, добавляют 30 мл диэтилового эфира. Делительную воронку встряхивают в течение двух минут *(Осторожно, необходимо дегазировать смесь!)* и после полного разделения слоев нижний водный слой собирают в плоскодонную колбу, а верхний эфирный слой собирают в концентратор, пропуская через безводный сульфат натрия. Водную фазу возвращают в делительную воронку и повторяют экстракцию два раза с тем же количеством эфира. Объединенный эфир-

ный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С.

2.5.1.2. *Очистка экстракта на патроне Диапак Амин.* Сухой остаток в концентраторе разводят в 1 мл ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, добавляют 1 мл воды смесь тщательно перемешивают, и полученный раствор наносят на подготовленный патрон Диапак Амин (п. 2.4.2.1). Патрон промывают 5 мл ацетона, элюат отбрасывают. Далее с патрона в концентратор элюируют 2,4-Д 10 мл 0,2 М соляной кислоты. Упаривают элюат досуха при температуре бани не выше 35 °С. Сухой остаток переносят тремя порциями по 2 мл диэтилового эфира в виал и высушивают током теплого воздуха. Проводят бутилирование, как указано в пункте 2.4.5.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов

2.6.1. Условия хроматографирования

2.6.1.1. *Капиллярная хроматография. Хроматограф газовый «Кристалл 2000М» с электронозахватным детектором (ЭЗД).* Капиллярная кварцевая колонка HP-5 (Crosslinked 5 % PH ME Siloxane), длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм.

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

Программированный нагрев колонки – с 120 до 200 °С по 4 град./мин, с 200 до 240 °С по 6 град/мин.

Газ 1: тип регулятора расхода газа РРГ 11, давление 84 кПа.

Газ 2 (гелий) – расход 0,5 мл/мин, сброс 1 : 80.

Режим Splitless, начало сброса 15 с, длительность сброса 5 мин, минимальный расход 20 мл/мин.

Газ 3 (азот, поддув детектора) – 60 мл/мин.

Продувка детектора и испарителя по 60 мл/мин в течение 2 мин при температуре колонки 240 °С.

Абсолютное время удерживания бутилового эфира 2,4-Д – 20 мин 18 с, окно 1 %.

Объем пробы, вводимый в испаритель – 1 мкл.

Образцы, дающие площадь пика больше, чем стандартный раствор с концентрацией 0,01 мкг/мл, разбавляют.

2.6.1.2. Альтернативные условия для анализа воды. Хроматограф газожидкостный «Цвет 500М» с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов (ДПР) с пределом детектирования по Линдану не выше 4×10^{-14} или другой аналогичного типа.

Неподвижная фаза OV-17,5 % на Хроматоне-N-супер (0,12—0,16 мм).

Колонка стеклянная спиральная, длина 2 м, внутренний диаметр 3 мм.

Температура: термостата колонки – 240 °С;

термостата испарителя – 280 °С;

термостата детектора – 340 °С.

Скорость газа-носителя – азота – 30 мл/мин.

Объем пробы, вводимой в испаритель, – 3 мкл.

Линейность детектирования – 0,03—0,6 нг.

Время удерживания – 1 мин 55 с.

Рабочая шкала электрометра – 64×10^{10}.

2.6.2. Обработка результатов анализов

Для обработки результатов анализов используется «Программа сбора и обработки хроматографической информации Хроматек Аналитик», версия 1.20.

Содержание 2,4-Д рассчитывают по формуле:

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

X – содержание 2,4-Д в пробе, мг/кг;

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

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

A – концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m – масса анализируемого образца, г;

P – содержание 2,4-Д 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., Рыбакова О. И.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. 127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений. Телефон: 976-02-20, факс 976-43-26. E-mail:

gost.e-ecolog.ru

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