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 Ацетамиприда в воде, почве, огурцах, томатах, клубнях и ботве картофеля, зерне и соломе пшеницы и в кормовом разнотравье методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.1130—02

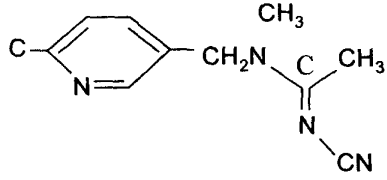
1. Вводная часть

Фирма-производитель препарата – Ниппон Сода (Япония).

Торговое наименование препарата – Моспилан 20 % р. п.

Название действующего вещества по номенклатуре ИСО – Ацетамиприд.

Название действующего вещества по номенклатуре ИЮПАК – N [(6-хлор-3-пиридил) метил] – N^2 -циано- N^1 –метилацетамидин.



$C_{10}H_{14}ClN_4$ М. м. 222,68

Химически чистый Ацетамиприд представляет собой бесцветный кристаллический порошок без запаха.

Температура плавления: 98,9 °С.

Давление паров – < $1,0 \times 10^{-6}$ Па при 25 °С.

Растворимость – в воде – $4,25 \times 10^3$ мг/дм^3, в гексане – 6,54 мг/дм^3, в ацетоне, хлороформе, ацетонитриле – >200 г/ дм^3.

Хорошо растворим в ацетоне, этаноле, метаноле, хлороформе, дихлорметане и ацетонитриле (более 200 г/дм^3); растворимость в гексане – 6,54 мг/дм^3; pKa – 0,7, очень слабое основание. Стабилен в водных буферных растворах при pH 4, 5, 7; $ДТ_{50}$ в почве 15—30 дней (включая метаболиты).

Может присутствовать в воздухе рабочей зоны в виде аэрозоля.

Краткая гигиеническая характеристика

Ацетамиприд относится к опасным соединениям по острой ($ЛД_{50}$ для крыс 146—217 мг/кг) токсичности, малоопасным по дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для крыс более 2 000 мг/кг) и особо опасным по ингаляционной ($ЛК_{50}$ (4 ч) 290 мг/м^3) токсичности, не вызывает раздражения глаз и кожи.

В РФ установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД – 0,06 мг/кг массы человека;

ОДК в почве – 0,6 мг/кг;

ПДК в воде водоемов – 0,02 мг/дм^3;

МДУ (мг/кг продукции): картофель и зерно пшеницы– 0,5, огурцы, томаты – 0,3.

Область применения

Ацетамиприда – инсектицид системного, контактного и кишечного действия из группы неоникотиноидов, блокирующий никотинзависимые рецепторы ацетилхолина в нервной системе. Эффективно подавляет развитие вредителей из отрядов равнокрылых (тли, белокрылки), полужесткокрылых (клопы), бахромчатокрылых (трипсы) и жесткокрылых в посевах многих культур, особенно овощных при нормах расхода 75—300 г д.в./га.

2. Методика определения остаточных количеств ацетамиприда в воде, почве, огурцах, томатах, клубнях и ботве картофеля, зерне и соломе пшеницы и в кормовом разнотравье методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на высокоэффективной жидкостной хроматографии Ацетамиприда с детектором по поглощению в ультрафиолетовом свете

после экстракции его из исследуемой пробы ацетонитридом и очистки экстракта путем перераспределения в несмешивающихся жидкостях, окисления перманганатом калия и колоночной хроматографии на колонке с силикагелем и концентрирующем патроне «Диапак Амин».

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Таблица 1

Метрологические характеристики метода

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, %	Доверительный интервал среднего, ± %, $p = 0,95$ $n = 24$
Вода	0,005	0,005—0,1	97	1,8	0,8
Почва	0,005	0,005—0,1	94	4,5	1,9
Огурцы	0,005	0,005—0,1	95	2,2	0,9
Томаты	0,005	0,005—0,1	95	4,2	1,8
Картофель, клубни	0,01	0,01—0,2	94	4,0	1,7
Картофель, ботва	0,02	0,02—0,4	85	4,7	2,0
Пшеница, зерно	0,01	0,01—0,2	86	4,5	1,9
Пшеница, солома	0,02	0,02—0,4	84	4,8	2,0
Кормовые травы	0,02	0,02—0,4	84	4,8	2,0

Таблица 2

Полнота определения Ацетамиприда в воде, почве и растительном материале (6 повторностей для каждой концентрации)

Внесено Ацетамиприда, мг/кг	Среднее значение определения, % от внесенного	Стандартное отклонение, %	Относительное стандартное отклонение, %	Доверительный интервал, ± % ($p = 0,95$, $n = 6$)
1	2	3	4	5
Вода				
0,005	96	2,1	2,2	2,1
0,025	98	1,7	1,7	1,7
0,050	97	1,9	2,0	1,9

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4	5
Почва				
0,005	91	5,3	5,8	5,3
0,025	93	4,0	4,3	4,0
0,050	98	4,8	4,9	4,8
Огурцы				
0,005	95	4,0	4,2	4,0
0,025	96	3,3	3,4	3,3
0.050	96	3.8	4,0	3.8
Томаты				
0,005	96	5,5	5,7	5,5
0,025	97	2,3	2,4	2,3
0,050	95	3,3	3,5	3,3
Картофель, клубни				
0,01	94	4,2	4,5	4,2
0,03	96	3,5	3,6	3,5
0,05	95	3,8	4,0	3,8
0.1	95	3,9	4,1	3,9
Картофель, ботва				
0,02	82	5,5	6,7	5,5
0,06	83	5,2	6,3	5,2
0,1	87	4,7	5,4	4,7
0,2	85	4,4	5,2	4,4
Зерно пшеницы				
0,01	83	4,9	5,9	4,9
0,03	85	4,5	5,3	4,5
0,05	88	4,5	5,1	4,5
0.1	86	4.2	4,9	4.2
Солома пшеницы				
0,02	81	5,4	6,7	5,4
0,06	84	4,9	5,8	4,9
0,1	87	4,7	5,4	4,7
0,2	84	4,3	5,1	4,3
Кормовые травы				
0,02	81	5,6	6,9	5,6
0,06	87	4,7	5,4	4,7
0,1	84	4,7	5,6	4,7
0,2	88	4,1	4,7	4,1

2.1.3. Избирательность метода

Метод селективен. Другие пестициды определению не мешают Избирательность метода обеспечивается сочетанием способов очистки экстракта и хроматографического определения.

2.2. Реактивы, материалы, приборы и оборудование

2.2.1. Реактивы и материалы

Ацетамиприд, содержание основного вещества 99,5 %	
Ацетонитрил, хч	ТУ 6—09—3534
Гексан, ч	ТУ 6—09—3375
Спирт изопропиловый (2-пропанол), чда	ТУ 6-09-402
Хлороформ технический	ГОСТ 20015
Натрий хлористый, чда, водные растворы массовыми концентрациями 20 и 40 г/л	ГОСТ 4233
Калий марганцово-кислый, чда	ГОСТ 20490
Калия гидроокись, чда	ГОСТ 24363
Кислота серная, чда	ГОСТ 4204
Натрий серно-кислый безводный, чда	ГОСТ 4166
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Силикагель Л (Лахема, Чехия) зернением 100—250 мкм	
Патрон для концентрирования «Диапак Амин» (МП «Элсико», 115478, Москва, ул. Москворечье, 5)	
Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента»	ГОСТ 12026
Вата медицинская гигроскопическая	ГОСТ 5556

2.2.2. Приборы и оборудование

Хроматограф жидкостный в составе: детектора по поглощению в ультрафиолетовом свете Carlo Erba SP 87, позволяющий проводить измерения при длине волны 246 нм и чувствительности 0,08 ед, оптической плотности на шкалу, с проточной кюветой объемом не более 10 мкл; насоса Beckman 110 А с верхним пределом давления

не менее 200 бар; инжектора с объемом петли 20 мкл; колонки длиной 250 мм и внутренним диаметром 3 мм, заполненной сорбентом Нуклеосил CN зернением 5 мкм; системы обработки данных Perkin-Elmer Sigma 10 или другой жидкостный хроматограф аналогичной конструкции с аналогичными характеристиками	
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 20 г не ниже 2-го класса точности	ГОСТ 24104
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 500 г 4-го класса точности	ГОСТ 24104
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или аналогичный	ТУ 25—11—917
Гомогенизатор высокоскоростной, объем стакана не менее 200 мл	МРТУ 42—1505
Аппарат для встряхивания или аналогичный	ТУ 64—1—1081
Баня ультразвуковая	
Колба мерная, вместимостью 100 мл, исполнения 2	ГОСТ 1770
Цилиндры, вместимостью 500 и 100 мл	ГОСТ 1770
Пипетки типа 3, исполнения 1 1-го класса точности, вместимостью 1 и 10 мл	ГОСТ 29227
Колба плоскодонная, исполнения 1	ГОСТ 25336
Колба грушевидная с взаимозаменяемым конусом 14/23, вместимостью 100 мл	ГОСТ 25336
Колба остродонная с взаимозаменяемым конусом 14/23, вместимостью 25 мл	ГОСТ 25336
Микрошприц, вместимостью 25 мкл	
Шприц медицинский, вместимостью 10 мл	ГОСТ 22090
Воронка делительная, вместимостью 500 мл	ГОСТ 25336
Воронка лабораторная типа В	ГОСТ 25336
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147

Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 10 см, внутренним диаметром 7 мм	
Колба плоскодонная, вместимостью 500 мл	ГОСТ 25336
Насос водоструйный	ГОСТ 25336

2.3. Отбор проб

Отбор проб должен проводиться в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (21.08.79 № 2058).

Отобранную пробу при невозможности проведения анализа в течение 5 ч с момента отбора следует хранить в замороженном состоянии при температуре не выше –18 °С, при этом анализ следует проводить не позднее чем через 7 суток со дня отбора пробы.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Подготовка растворителей

Все растворители используют свежеперегнанными.

Ацетонитрил, хранившийся более года, перед перегонкой кипятят с пятиокисью фосфора в колбе с обратным холодильником. Перегонку растворителей проводят, строго отбирая фракцию, соответствующую по температуре кипения основному веществу.

2.4.2. Приготовление стандартных растворов ацетамиприда

Основной раствор Ацетамиприда готовят, количественно перенося 10 мг ацетамиприда в мерную колбу вместимостью 100 мл. В колбу вносят 20 мл ацетонитрила, содержимое колбы перемешивают до полного растворения кристаллов ацетамиприда. Объем в колбе доводят до метки ацетонитрилом, после чего содержимое колбы тщательно перемешивают. Получают раствор ацетамиприда концентрацией 100 мкг/мл.

Рабочие растворы Ацетамиприда готовят, перенося в мерные колбы вместимостью 100 мл 1,00, 0,75, 0,50, 0,25 и 0,10 мл основного раствора. Объемы в колбах доводят до метки смесью гексан–изопропанол–ацетонитрил (70 : 25 : 5, по объему), содержимое колб тщательно перемешивают. Получают рабочие растворы концентрациями соответственно 1; 0,75; 0,5; 0,25 и 0,1 мкг/мл.

Стандартные растворы Ацетамиприда хранят в холодильнике. Срок годности стандартных растворов – 3 мес.

2.4.3. Подготовка колонки для очистки экстракта

Колонка для очистки экстракта готовится непосредственно в процессе испытания. На дно колонки помещают ватный тампон, на который насыпают слой серно-кислого натрия толщиной 5 мм и суспензию 2 г силикагеля в 20 мл смеси гексан–хлороформ (1 : 3). Не позволяя просохнуть верхней кромке слоя силикагеля, на него насыпают слой серно-кислого натрия толщиной 10 мм. В момент достижения растворителем верхней кромки слоя серно-кислого натрия колонка готова к внесению экстракта.

2.4.4. Проверка хроматографического поведения Ацетамиприда на колонке для очистки экстракта

Хроматографическое поведение Ацетамиприда проверяют каждый раз при использовании новой партии силикагеля. Для этого в подготовленную колонку вносят 2 мл раствора Ацетамиприда в смеси гексан–хлороформ (1 : 3) массовой концентрацией 50 мкг/мл. Раствору дают впитаться в фильтрующий слой, после чего через колонку пропускают 50 мл смеси гексан–хлороформ (1 : 3) со скоростью не более 5 мл/мин, элюат отбрасывают. Через колонку пропускают 80 мл хлороформа, отбирая фракции элюата объемом по 10 мл. Каждую отобранную фракцию упаривают на ротационном испарителе досуха, остаток в отгонной колбе перерастворяют в 2 мл смеси гексан–изопропанол–ацетонитрил (70 : 25 : 5) и исследуют на жидкостном хроматографе по п. 2.5.3. При обнаружении Ацетамиприда в последних двух фракциях элюата в методику очистки экстракта по п. 2.5.2 вносят соответствующие коррективы.

2.4.5. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В цилиндр вместимостью 500 мл вносят 25 мл ацетонитрила и 125 мл изопропанола. Объем в цилиндре доводят до 500 мл гексаном. Содержимое цилиндра переносят в колбу с притертой пробкой и хранят в той же колбе. Срок годности подвижной фазы – 3 дня.

2.4.6. Подготовка хроматографа

На хроматограф устанавливают требуемую колонку и кондиционируют ее подвижной фазой при скорости потока 0,4 мл/мин в течение 30 мин. На детекторе устанавливают длину волны 246 нм и чувствительность 0,08 ед. оптической плотности на шкалу. Чувствительность регистрирующего устройства устанавливают на уровне 10 мВ, скорость подачи ленты самописца – 4 мм/мин.

2.4.7. Построение градуировочного графика

В инжектор хроматографа вводят по 20 мкл каждого рабочего раствора Ацетамиприда и регистрируют время удерживания и площадь пика Ацетамиприда. Время удерживания Ацетамиприда может находиться в интервале 13,4—14,9 мин в зависимости от точности воспроизведения состава подвижной фазы и температуры воздуха в лабораторном помещении. Градуировочный график строят на миллиметровой бумаге, откладывая по оси абсцисс количество введенного Ацетамиприда в нг (определяется как произведение концентрации рабочего раствора в нг/мкл на объем введенного раствора в мкл) и по оси ординат соответствующую высоту пика Ацетамиприда.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция

Пробу *воды* объемом 20 мл переносят в делительную воронку и экстрагируют ацетамиприд хлороформом двумя порциями по 20 мл при встряхивании в течение 1 мин. Объединенный экстракт обезвоживают в плоскодонной колбе добавлением 10 г безводного сульфата натрия и упаривают на ротационном испарителе досуха. Остаток перерастворяют в 1 мл смеси гексан–изопропанол–ацетонитрил (70 : 25 : 5, по объему) и используют для хроматографического анализа.

Пробу *почвы* массой 20 г помещают в плоскодонную колбу и заливают 100 мл смеси ацетонитрил–вода (1 : 1, по объему). Содержимое колбы встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 20 мин или выдерживают на ультразвуковой бане в течение 5 мин, после чего фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр под вакуумом. Фильтр с осадком переносят в коническую колбу, куда добавляют 20 мл ацетонитрила. Содержимое колбы интенсивно перемешивают вручную в течение 2 мин, после чего фильтруют аналогичным образом.

Объединенный фильтрат переносят в делительную воронку, ку вносят 100 мл раствора хлорида натрия массовой концентрацией 100 г/ 100 мл гексана. Содержимое воронки интенсивно встряхивают в тече 1 мин, после разделения фаз верхний гексановый слой отбрасывают. Э тракцию гексаном повторяют, используя свежую порцию объемом 100 и отбрасывая верхний гексановый слой. Ацетамиприд экстрагируют водно-ацетонитрильной фазы хлороформом двумя порциями по 100 каждый раз отбирая нижний хлороформный слой. Объединенный экстр обезвоживают в плоскодонной колбе добавлением 20 г безводного су

фата натрия и упаривают на ротационном испарителе досуха. Остаток в отгонной колбе перерастворяют в 5 мл смеси гексан–хлороформ (1 : 3).

Навеску гомогенизированной пробы *огурцов и томатов* массой 20 г помещают в стакан гомогенизатора, куда вносят 100 мл ацетонитрила. Содержимое стакана гомогенизируют в течение 5 мин, после чего фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр под вакуумом. Фильтр с осадком переносят в коническую колбу, куда добавляют 50 мл ацетонитрила.

Содержимое колбы встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 20 мин или выдерживают на ультразвуковой бане в течение 5 мин, после чего фильтруют аналогичным образом. Объединенный фильтрат переносят в делительную воронку, куда вносят 250 мл раствора хлорида натрия массовой концентрацией 40 г/л и 100 мл гексана. Содержимое воронки интенсивно встряхивают в течение 1 мин, после разделения фаз верхний гексановый слой отбрасывают. Экстракцию гексаном повторяют, используя свежую порцию объемом 100 мл и отбрасывая верхний гексановый слой.

Ацетамиприд экстрагируют из водно-ацетонитрильной фазы хлороформом двумя порциями по 100 мл, каждый раз отбирая нижний хлороформный слой. Объединенный экстракт обезвоживают в плоскодонной колбе добавлением 20 г безводного сульфата натрия и упаривают на ротационном испарителе досуха. Остаток в отгонной колбе перерастворяют в 5 мл смеси гексан–хлороформ (1 : 3).

Навеску гомогенизированной пробы *клубней картофеля* массой 20 г и *ботвы картофеля* массой 10 г помещают в плоскодонную колбу. В колбу вносят 100 мл ацетонитрила. Содержимое колбы перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 30 мин, после чего фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр под вакуумом. Фильтр с осадком переносят в коническую колбу, куда добавляют 50 мл ацетонитрила. Содержимое колбы встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 20 мин или выдерживают на ультразвуковой бане в течение 5 мин, после чего фильтруют аналогичным образом, фильтраты объединяют.

При исследовании клубней объединенный фильтрат переносят в делительную воронку, куда вносят 250 мл раствора хлорида натрия массовой концентрацией 40 г/л и 100 мл гексана. Содержимое воронки интенсивно встряхивают в течение 1 мин, после разделения фаз верхний гексановый слой отбрасывают. Экстракцию гексаном повторяют, используя свежую порцию объемом 100 мл и отбрасывая верхний гексановый слой.

Ацетамиприд экстрагируют из водно-ацетонитрильной фазы хлороформом двумя порциями по 100 мл, каждый раз отбирая нижний хлороформный слой. Объединенный экстракт обезвоживают в плоскодонной колбе добавлением 20 г безводного сульфата натрия и упаривают на ротационном испарителе досуха. Остаток в отгонной колбе перерастворяют в 5 мл смеси гексан–хлороформ (1 : 3).

При исследовании ботвы объединенный ацетонитрильный экстракт концентрируют на ротационном вакуумном испарителе до объема около 20 мл при температуре не выше 50 °С, остаток переносят в цилиндр вместимостью 50 мл. Отгонную колбу ополаскивают двумя порциями ацетонитрила объемом по 10 мл, смыв переносят в тот же цилиндр.

Содержимое цилиндра доводят до объема 50 мл и переносят в делительную воронку, куда вносят 250 мл раствора хлорида натрия массовой концентрацией 20 г/л и 100 мл гексана. Содержимое воронки интенсивно встряхивают в течение 1 мин, после разделения фаз верхний гексановый слой отбрасывают. Экстракцию гексаном повторяют, используя свежую порцию объемом 100 мл и отбрасывая верхний гексановый слой. В делительную воронку вносят 5 мл серной кислоты (по каплям при перемешивании) и 10 мл свежеприготовленного раствора марганцовокислого калия массовой концентрацией 15 г/л. Содержимое воронки перемешивают и выдерживают 5 мин, после чего Ацетамиприд экстрагируют из водно-ацетонитрильной фазы хлороформом двумя порциями по 100 мл, каждый раз отбирая нижний хлороформный слой.

Объединенный экстракт встряхивают в делительной воронке с 10 мл раствора гидроокиси калия концентрацией 0,05 N после разделения фаз верхний водный слой отбрасывают. Для удаления остатков щелочи хлороформный экстракт встряхивают в делительной воронке с 10 мл воды, после разделения фаз верхний водный слой отбрасывают. Объединенный экстракт обезвоживают в плоскодонной колбе добавлением 20 г безводного сульфата натрия и упаривают на ротационном испарителе досуха. Остаток в отгонной колбе перерастворяют в 5 мл смеси гексан–хлороформ (1 : 3).

Навеску гомогенизированной пробы *зерна пшеницы* массой 20 г, *соломы пшеницы и зеленой массы* кормовых трав массой 10 г помещают в плоскодонную колбу. В колбу вносят 100 мл ацетонитрила. Содержимое колбы перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 30 мин, после чего фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр под вакуумом. При анализе зерна пшеницы фильтр с осадком

переносят в коническую колбу, куда добавляют 50 мл ацетонитрила. Содержимое колбы встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 20 мин или выдерживают на ультразвуковой бане в течение 5 мин, после чего фильтруют аналогичным образом, фильтраты объединяют.

При анализе соломы пшеницы и зеленой массы кормовых трав от воронки Бюхнера с осадком отсоединяют источник вакуума, после чего к слою осадка приливают 100 мл ацетонитрила, дают растворителю равномерно распределиться по осадку, выдерживают 10 мин, далее фильтруют растворитель под вакуумом, фильтраты объединяют.

Ацетонитрильные экстракты концентрируют на ротационном вакуумном испарителе до объема около 20 мл при температуре не выше 50 °С, остаток переносят в цилиндр вместимостью 50 мл. Отгонную колбу ополаскивают двумя порциями ацетонитрила объемом по 10 мл, смыв переносят в тот же цилиндр. Содержимое цилиндра доводят до объема 50 мл и переносят в делительную воронку, куда вносят 250 мл раствора хлорида натрия массовой концентрацией 20 г/л и 100 мл гексана. Содержимое воронки интенсивно встряхивают в течение 1 мин, после разделения фаз верхний гексановый слой отбрасывают. Экстракцию гексаном повторяют, используя свежую порцию объемом 100 мл и отбрасывая верхний гексановый слой.

В делительную воронку вносят 5 мл серной кислоты (по каплям при перемешивании) и 10 мл свежеприготовленного раствора марганцовокислого калия массовой концентрацией 15 г/л. Содержимое воронки перемешивают и выдерживают 5 мин, после чего Ацетамиприд экстрагируют из водно-ацетонитрильной фазы хлороформом двумя порциями по 100 мл, каждый раз отбирая нижний хлороформный слой. Объединенный экстракт встряхивают в делительной воронке с 10 мл раствора гидроокиси калия концентрацией 0,05 N, после разделения фаз верхний водный слой отбрасывают.

Для удаления остатков щелочи хлороформный экстракт встряхивают в делительной воронке с 10 мл воды, после разделения фаз верхний водный слой отбрасывают. Объединенный экстракт обезвоживают в плоскодонной колбе добавлением 20 г безводного сульфата натрия и упаривают на ротационном испарителе досуха. Остаток в отгонной колбе перерастворяют в 5 мл смеси гексан–хлороформ (1 : 3).

2.5.2. Очистка экстракта

В подготовленную по п. 2.4.3 колонку вносят экстракт. Экстракту дают впитаться в фильтрующий слой, после чего через колонку пропускают 50 мл смеси гексан–хлороформ (1 : 3) со скоростью не более 5 мл/мин, элюат отбрасывают.

В колонку вносят 60 мл хлороформа. После прекращения выхода элюата из колонки его упаривают на ротационном испарителе в остродонной колбе досуха, остаток в колбе перерастворяют в 2,0 мл смеси гексан–изопропанол–ацетонитрил (70 : 25 : 5 по объему).

2.5.3. Хроматографический анализ

Условия хроматографирования.

Колонка длиной 250 мм, внутренним диаметром 3 мм, заполненная сорбентом Нуклеосил CN.

Подвижная фаза – гексан-изопропанол-ацетонитрил (70 : 25 : 5, по объему).

Скорость потока – 0,4 мл/мин.

Детектор – спектрофотометрический, длина волны – 246 нм, чувствительность – 0,08 ед. оптической плотности на шкалу.

Чувствительность самописца – 10 мВ.

Скорость протяжки ленты самописца – 4 мм/мин.

Время удерживания Ацетамиприда – 13,4—14,9 мин.

Линейный диапазон детектирования Ацетамиприда – 2—20 нг.

В инжектор хроматографа вводят 20 мкл очищенного и сконцентрированного экстракта. При обнаружении на хроматограмме пика с временем удерживания, соответствующим времени удерживания пика ацетамиприда в рабочем растворе, определяют его высоту и по градуировочному графику находят соответствующую ей массу ацетамиприда.

Если высота пика ацетамиприда превышает верхнее значение градуировочного графика, экстракт разбавляют той же смесью растворителей, фиксируют новое значение объема экстракта и проводят его повторный хроматографический анализ.

2.5.4. Обработка результатов

Содержание Ацетамиприда в пробе (X), мг/кг, рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{m\,V}{M}, \text{ где}$$

m – масса Ацетамиприда во введенном объеме экстракта, найденная по градуировочному графику, нг;

V – объем, до которого сконцентрирован экстракт перед хроматографическим анализом, мл;

i – объем экстракта, введенный в инжектор, мкл;

M – масса навески, г.

3. Требования безопасности

При анализе необходимо соблюдать правила безопасности, рекомендуемые для работы с органическими растворителями и соответствующие «Правилам устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лечебных и санитарно-эпидемиологических учреждениях системы» № 2455—81 от 20.10.81.

4. Разработчики

Цимбалаев С. Р., Есютина Г. С. (Всероссийский научно-исследовательский институт консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП), 142700, г. Видное, Московской обл., ул. Школьная, 78).

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