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 Ципродинила в воде, почве, яблоках, грушах и косточковых методом газожидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.1026—01

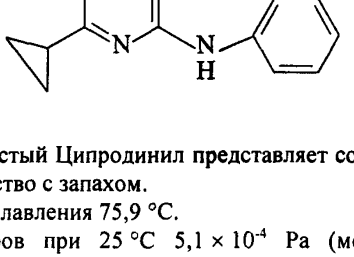
1. Вводная часть

Фирма производитель: Новартис (Швейцария).

Торговое название: Хорус, Юникс.

Название действующего вещества по ИСО: Ципродинил.

Название действующего вещества по ИЮПАК: 4-циклопропил-6-метил- N-фенил-пиримидин-2-амин.



$C_{14}H_{15}N_3$ М. м. 225,3

Химически чистый Ципродинил представляет собой кремовое кристаллическое вещество с запахом.

Температура плавления 75,9 °С.

Давление паров при 25 °С $5{,}1 \times 10^{-4}$ Па (модификация А) и $4{,}71 \times 10^{-4}$ Па (модификация Б).

Растворимость в органических растворителях (25 °С, г/л растворителя): ацетон – 610, этанол – 160, н-гексан – 30, толуол – 460, р-октанол – 160.

Растворимость в воде (мг/л) – 20 (pH 5,5), 13 (pH 7,0), 15 (pH 9,0).

Коэффициент перераспределения октанол/вода K_{ow} lgP = 3,9 (pH 5,0), 4,0 (pH 7,0), 4,0 (pH 9,0) при 25 °С.

Величина pK_a 4,44.

Ципродинил устойчив к гидролизу (период полуразложения больше 1 года при pH 4—9). Фотолитически быстро разрушается в воде ($ДТ_{50}$ 0,4—13,5 дней).

Ципродинил является среднестойким соединением, с периодом полуразложения в почве 20—60 дней. В растениях метаболизируется посредством гидроксилирования 6-метильной группы, а также пиримидинового и фенильного ядра.

Краткая токсикологическая характеристика

Ципродинил относится к малоопасным соединениям по острой ($ЛД_{50}$ для крыс более 2 000 мг/кг) и дермальной токсичности ($ЛД_{50}$ для крыс более 2 000 мг/кг) и умеренно опасным по ингаляционной ($ЛК_{50}$ (4 ч) более 1 200 мг/м^3) токсичности.

Не оказывает раздражающего действия на кожу и глаза кроликов.

В России установлены следующие гигиенические нормативы: ДСД 0,02 мг/кг/сут.; ОДК в почве – 0,7 мг/кг; ПДК в воде водоемов 0,1 мг/дм^3; МДУ в плодовых косточковых и семечковых – 0,4 мг/кг.

Область применения препарата

Ципродинил – системный фунгицид, хорошо проникающий в растение через листья и передвигающийся преимущественно по ксилеме. Эффективно подавляет рост мицелия различных патогенов, в т. ч. устойчивых к фунгицидам из групп триазолов, имидазолов и др. В рекомендуемых дозах не оказывает отрицательного действия на растения.

2. Методика определения остаточных количеств Ципродинила в воде, почве, яблоках, грушах и косточковых методом газожидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на извлечении Ципродинила из анализируемой пробы органическим растворителем, очистке экстракта путем перераспределения Ципродинила между двумя несмешивающимися растворителями и последующим его определении с помощью газожидкостной хроматографии при использовании термоионного детектора (в азотном режиме), набивных колонок на неподвижной фазе OV-17 или SE-30 или капиллярной колонки с неподвижной фазой SE-54.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых для защиты плодовых культур от вредителей и болезней (хлор- и фосфорорганические пестициды, амиды, тио- и дитиокарбаматы, синтетические пиретроиды).

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода.

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $p = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения Ципродинила, мг/кг (л)	диапазон определяемых концентраций, мг/кг (л)	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S	доверительный интервал среднего результата, %, ±
Вода	0,005	0,005—0,05	78,5	1,29	78,5 ± 2,7
Почва	0,01	0,01—0,1	82,1	1,37	82,1 ± 2,9
Яблоки, груши, косточковые	0,02	0,02—0,2	76,6	1,79	76,6 ± 3,8

Таблица 2

Полнота определения Ципродинила в воде, почве, яблоках и грушах (5 повторностей для каждой концентрации)

Анализируемый объект	Добавлено Ципродинила, мг/кг (л)	Обнаружено Ципродинила, мг/кг (л)	Доверительный интервал, ±	Полнота определения, %
Вода	0,005	0,0041	0,0004	82,5
	0,01	0,0076	0,0007	76,3
	0,02	0,015	0,001	74,8
	0,05	0,040	0,003	80,2
Почва	0,01	0,0086	0,0008	86,0
	0,02	0,0164	0,0015	82,2
	0,05	0,041	0,005	81,5
	0,1	0,078	0,0035	78,6
Яблоки, груши, косточковые	0,02	0,0144	0,0024	71,8
	0,04	0,030	0,001	74,0
	0,1	0,073	0,003	73,0
	0,2	0,175	0,003	87,5

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы

Ципродинил с содержанием д. в. 99,0 %	
Азот, осч	ГОСТ 9293—74
Ацетон, осч	ГОСТ 2603—79
Вода дистиллированная,	ГОСТ 7602—72
Натрий хлористый, ч	ГОСТ 4233—77
Гексан, ч	ТУ 6-09-33—75
Гелий, осч	
Метилен хлористый,	ГОСТ 19433—88
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Насадки для набивных колонок:	
3 % OV-17 на Инертоне-супер (0,16—0,20 мм)	
5 % SE-30 на Хроматоне-N-AW (0,16—0,20 мм)	
фирма Хемапол, Чехия	
Азот, осч	ГОСТ 9293—74
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6-09-1678—86

2.2.2. Приборы и оборудование

Аппарат для встряхивания АВУ-6С	ТУ 64-1-2451—78
или аналогичный	
Баня водяная	ТУ 64-1-2850—76
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 34104—80Е
или аналогичные	
Воронки химические конические,	
диаметром 34—37 мм	ГОСТ 25336—82Е
Испаритель ротационный вакуумный ИР-1М	
или аналогичный	ТУ 25-11-917—74
Колба круглодонная на шлифе,	
вместимостью 1 л	ГОСТ 9737—70,
Колбы грушевидные со шлифом,	
вместимостью 50 и 100 мл	ГОСТ 10394—72
Колбы мерные, вместимостью 50 и 100 мл	ГОСТ 1770—74
Колбы плоскодонные, вместимостью 50 и 100 мл	ГОСТ 25336—82Е
Колонка хроматографическая, капиллярная	
HP-5, длина 30 м, внутренним диаметром	
0,25 мм, неподвижная фаза 5 % diphenyl and	
95 % dimethylpolysiloxane	

Колонка хроматографическая, стеклянная, длиной 1 или 3 м, внутренним диаметром 3 мм	
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Палочки стеклянные	ГОСТ 10696—75
Пипетки, вместимостью 0,1, 1, 5 и 10 мл	ГОСТ 20292—74Е
Стаканы химические, вместимостью 100 и 2 000 мл	ГОСТ 25336—82Е
Хроматограф газовый «Цвет-600» или аналогичный, снабженный термоионным детектором с пределом детектирования по азоту (в азобензоле) не менее $1,5 \times 10^{-12}$ г/см^3	
Хроматограф газовый «Кристалл 2000 М», снабженный термоионным детектором с пределом детектирования по азоту (в азобензоле) не менее $1,5 \times 10^{-12}$ г/см^{3}и капиллярной колонкой или другой аналогичного типа	
Цилиндры мерные, вместимостью 10; 20; 50; 100 и 500 мл	ГОСТ 1770—74Е
Эксикатор вакуумный	ГОСТ 9737—70

2.3. Подготовка к определению

2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонки для газожидкостной хроматографии

Готовую насадку (5 % OV-17 на Инертоне-супер или 5 % SE-30 на Хроматоне-N-AW-DMCS) засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 250 или 270 °С в течение 10—12 ч.

Капиллярную колонку стабилизируют в токе гелия согласно прилагаемой к ней инструкции.

2.3.2. Приготовление стандартных растворов

Стандартный основной раствор Ципродинила с концентрацией 100 мкг/мл готовят растворением 0,010 г вещества в гексане в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранится в холодильнике в течение двух месяцев.

Методом последовательного разбавления готовят стандартные растворы Ципродинила в гексане с концентрациями 0,1; 0,2; 0,4 и 1,0 мкг/мл для построения калибровочных графиков. Для внесения в

образцы при постановке методики готовят из основного стандартного раствора Ципродинила растворы в ацетоне с концентрациями 0,4—1,0 мкг/мл.

2.3.3.Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика в испаритель хроматографа вводят по 3 мкл рабочих растворов Ципродинила с концентрациями 0,1; 0,2; 0,4 и 1,0 мкг/мл. При работе с капиллярной колонкой объем вводимой пробы – 1 мкл.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений для каждой концентрации. Находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации.

Строят градуировочный график зависимости высоты (площади) хроматографического пика в мм (мм^2) от концентрации Ципродинила в растворе, мкг/мл.

2.4. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051—79 от 21.08.79). Пробы яблок и груш хранятся при температуре 0—4 °С в течение суток. Для длительного хранения пробы замораживаются и хранятся при температуре –18 °С. Для длительного хранения пробы почвы подсушиваются при комнатной температуре в отсутствии прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в течение года. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, яблоки и груши перед анализом, не размораживая, измельчают на терке.

2.5. Описание определения

2.5.1. Почва

К навеске 50 г воздушно-сухой почвы в конической колбе емкостью 250 мл добавляют 20 мл дистиллированной воды и 100 мл ацетона. Почву экстрагируют в колбе на аппарате для встряхивания в течение 1 ч. Экстракт фильтруют в концентратор методом декантации через фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 мл ацетона соответственно, встряхивая колбу каждый раз в течение 30 мин.

Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 35 °С до полного удаления ацетона.

Водную фракцию переносят в делительную воронку объемом 250 мл, обмывая концентратор 10—15 мл воды, добавляют 30 мл хлористого метилена и встряхивают смесь 1—2 мин. После разделения фаз нижний слой сливают через слой безводного сульфата натрия в концентратор и повторяют экстракцию хлористым метиленом еще два раза, используя соответственно 20 и 20 мл. Органические фракции объединяют, а водную фазу отбрасывают.

Растворитель упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С досуха, остаток растворяют в 5 мл гексана и вводят в хроматограф 3 мкл (1 мкл для капиллярной колонки) пробы.

2.5.2. Вода

В делительную воронку объемом 250 мл помещают 100 мл воды и пробу трижды экстрагируют хлористым метиленом порциями по 30, 20 и 20 мл соответственно. После каждой экстракции собирают нижний слой в концентратор, пропуская хлористый метилен через слой безводного сульфата натрия. После третьей экстракции воду отбрасывают, объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С досуха, остаток растворяют в 5 мл гексана и вводят в хроматограф 3 мкл (1 мкл для капиллярной колонки) пробы.

2.5.3. Яблоки и груши

К навеске 25 г измельченных на терке плодов в конической колбе емкостью 250 мл, добавляют 50 мл ацетона, смесь экстрагируют на аппарате для встряхивания в течение 30 мин. Содержимое колбы фильтруют в стакан методом декантации через фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя по 50 мл ацетона каждый раз и встряхивая смесь в течение 30 мин. Объединенный экстракт в стакане помещают в морозильную камеру с температурой –10—12 °С на 1 ч. Раствор вторично фильтруют в концентратор через фильтр «красная лента» и упаривают до полного удаления ацетона на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С.

Водный остаток переносят в делительную воронку объемом 250 мл, обмывая концентратор 20 мл воды, добавляют в воронку 20 мл хлористого метилена и встряхивают смесь 1—2 мин. После разделения фаз нижний слой сливают в стакан и повторяют экстракцию хлористым метиленом еще два раза, используя по 20 мл растворителя. Органические фракции объединяют, а водную фазу возвращают в воронку, добавляют 50 мл воды и выделившийся хлористый метилен сливают в стакан,

объединяя с основной массой органического экстракта. Объединенный органический экстракт переносят в концентратор, фильтруя его через слой безводного сульфата натрия. Растворитель упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 35 °С досуха, остаток растворяют в 5 мл гексана и вводят в хроматограф 3 мкл (1 мкл для капиллярной колонки) пробы.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов

2.6.1. Условия хроматографирования

Хроматограф «Цвет-600» или аналогичный, снабженный термоионным детектором с пределом детектирования по азоту (в азобензоле) не менее $1,5 \times 10^{-12}$ г/см^3.

Рабочая шкала электрометра 8×10^9. Скорость движения ленты самописца 120 мм/ч.

Колонка стеклянная, спиральная, длиной 1 м, внутренний диаметр 3 мм, заполненная 5 % OV-17 на Инертоне-супер (0,16—0,20 мм).

Температура испарителя – 290 °С, термостата колонки 220 °С, детектора – 340 °С, переходной камеры – 364 °С.

Газовый режим: азот – 35, водород – 12, воздух – 130 мл/мин.

Абсолютное время удерживания – 1 мин 57 с.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,3—3,0 нг.

Альтернативная фаза: 5 % SE-30 на Хроматоне N-AW-DMCS (0,20—0,25 мм), длина колонки 3 м.

Температура термостата колонки – 230 °С, детектора – 340 °С, испарителя – 290 °С, переходной камеры – 364 °С.

Газовый режим: азот – 35, водород – 12, воздух – 130 мл/мин.

Абсолютное время удерживания – 1 мин 07 с.

Рабочая шкала электрометра 8×10^9. Скорость движения ленты самописца 120 мм/ч.

Альтернативные условия хроматографирования с использованием капиллярной колонки.

Колонка хроматографическая, капиллярная HP-5, длина 30 м с внутренним диаметром 0,25 мм, неподвижная фаза 5 % дифенил- и 95 % диметилполисилоксан

Температура: испарителя 250 °С, колонки 220 °С, детектора 360 °С.

Регулятор расхода гелия: тип регулятора – РРГ-11; режим – нормальный.

Газ 1 – гелий, расход – 0,5 мл/мин, линейная скорость – 16 см/с, давление на входе – 81,48 кПа.

Газ 2 – гелий (продувка испарителя), сброс 1 : 80, расход – 40 мл/мин.

Газ 3 – азот (поддув в блок детекторов), расход – 40 мл/мин.

Продувка системы после анализа при температуре 240 °С в течение 2 мин: продувка блока детекторов азотом – 40 мл/мин; продувка испарителя гелием – 40 мл/мин.

Расход водорода – 12, воздуха – 200 мл/мин, объем пробы 1 мкл.

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю высоту пика.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрациями Ципродинила 1,0 мкг/мл, соответственно разбавляют.

2.6.2. Обработка результатов анализов

Содержание Ципродинила в пробах воды, почвы, яблоках, грушах и косточковых рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \cdot A \cdot V}{H_0 \cdot m \cdot 100} \cdot P$$

X – содержание Ципродинила в пробе, мг/кг;

H_1 – высота (площадь) пика образца, мм;

H_0 – высота (площадь) пика стандарта, мм;

A – концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования (мл);

m – масса или объем анализируемого образца, г или мл.

P – содержание Ципродинила 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., проф., к. с-х. н., Довгилевич Е. В., к. биол. н., Калинина Т. С., к. с-х. н., Довгилевич А. В., к. хим. н., Рыбакова О. И., н. с., Устименко Н. В., ст. н. с., к. биол. н.

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.

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