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

Выпуск 3
Часть 1
МУК 4.1.1387—4.1.1390—03

Издание официальное

Минздрав России
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

Выпуск 3
Часть 1
МУК 4.1.1387—4.1.1390—03

ББК 51.23+51.21
О60
О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004.— Вып. 3.—Ч. 1.—43 с.

ISBN 5—7508—0471—2

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. А. В. Довгилевич); при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов). Разработчики методик указаны в конце каждой из них.

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по госсанэпиднормированию при Минздраве России.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко 16 марта 2003 г.

4. Введены с 30 июня 2003 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.23+51.21

ISBN 5—7508—0471—2

© Минздрав России, 2004
© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004

Содержание

Определение остаточных количеств ацетохлора в воде, почве, клубнях картофеля, зерне кукурузы, зеленой массе кукурузы и сои, а также в семенах и масле подсолнечника, рапса и сои: МУК 4.1.1387—03 4

Определение остаточных количеств иодосульфурон-метил-натрия в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур, зеленой массе и зерне кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1388—03 16

Измерение концентраций иодосульфурон-метил-натрия в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1389—03 27

Определение остаточных количеств имидаклоприда в воде, почве, огурцах, томатах, сахарной свекле, картофеле, перце и баклажанах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1390—03 34

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
24 июня 2003 г.
Дата введения: 30 июня 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств иодосульфурон-метил-натрия в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур, зеленой массе и зерне кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1388—03

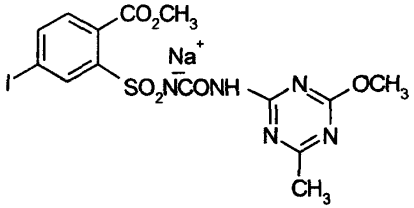
1. Вводная часть

Фирма производитель: БайерКропСайенс (Германия).

Действующее вещество: иодосульфурон-метил-натрий (иодосульфурон).

Метил 4-иодо-2-[3-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил) уреидосульфонил]бензоат, натриевая соль (ИЮПАК).

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{14}H_{13}IN_5NaO_6S$ **М. м.: 529,2**

Светлобежевое твердое вещество без запаха.

Температура плавления: 152 °С.

Давление паров при 25 °С: $6,7 \times 10^{-6}$ мПа.

Коэффициент распределения н-октанол/вода: K_{ow} log P = 1,07 (pH 5), – 0,7 (pH 7), – 1,22 (pH 9).

Растворимость (г/л) при 20 °С: ацетон >380, дихлорметан > 500, гексан – 0,001, метанол – 12, ацетонитрил – 52; растворимость в воде (г/л): 0,16 (pH 5), 25 (pH 7), 65 (pH 9).

Устойчив к фоторазложению (DT_{50} = 50 дней), относительно быстро гидролизуется при pH 5 (DT_{50} = 31 день) и очень медленно при pH 7 и 9.

В биологически активных почвах в аэробных условиях иодосульфурон-метил-натрий быстро разлагается (DT_{50} = 1—5 дней) и слабо передвигается по почвенному профилю.

Краткая токсикологическая характеристика.

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс 2 678 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс – более 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс – 2,81 мг/л воздуха. Иодосульфурон-метил-натрий не оказывает раздражающего действия на слизистые оболочки глаз и кожу кроликов и не обладает мутагенным эффектом. LC_{50} для рыб – 100 мг/л, EC_{50} для дафнии > 100 мг/л, EC_{50} для водорослей – 0,02 мг/л.

Гигиенические нормативы: ПДК в воде водоемов – 0,001 мг/дм^3; МДУ в зерне хлебных злаков – 0,1 мг/кг.

Область применения препарата.

Иодосульфурон-метил-натрий (иодосульфурон) – послевсходовый гербицид системного действия из класса сульфонилмочевин. Вещество достаточно хорошо поглощается листьями и передвигается в акропетальном и базипетальном направлениях в различные органы растения. Иодосульфурон-метил-натрий эффективно уничтожает однолетние и многолетние широколистные сорные растения в посевах зерновых культур (пшеница, ячмень, рожь). Вещество входит в состав комбинированного гербицидного препарата Секатор, ВДГ, содержащего 5 % амидосульфурона, 1,25 % иодосульфурон-метил-натрия и 12,5 % антидота мефенпир-диэтила. Секатор рекомендуют применять в дозах 100—200 г/га в период от фазы кущения до начала выхода в трубку.

2. Методика определения остаточных количеств иодосульфурон-метил-натрия в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур, зеленой массе и зерне кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1 Принцип метода

Метод основан на определении иодосульфурон-метил-натрия с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с ультрафиолетовым детектором после извлечения препарата из воды хлористым метиленом, из почвы и растительного материала водным ацетоном, очистки экстрактов перераспределением в системе несмешивающихся растворителей и на колонке с силикагелем.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в интенсивной технологии выращивания зерновых культур и кукурузы.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Таблица

Метрологические параметры метода

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$					
	предел обнаружения, мг/дм^3, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3, мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S, %	относительное отклонение, %	доверительный интервал среднего, %
Вода	0,001	0,001—0,01	94,4	3,4	1,5	± 3,1
Почва	0,01	0,01—0,1	83,0	4,2	1,9	± 3,9
Зерно	0,01	0,01—0,1	83,2	4,1	1,8	± 3,8
Солома	0,05	0,05—0,5	83,5	4,8	2,2	± 4,5
Зерно кукурузы	0,02	0,02—0,16	79,5	4,0	1,8	± 3,7
Зелёная масса	0,05	0,05—0,5	84,2	3,9	1,7	± 3,6

2.2 Реактивы, растворы, материалы

Иодосульфурон-метил-натрий с содержанием д.в. 98,0 % (АгрЭво, Германия)	
Ацетон, чда	ГОСТ 2603—79
Ацетонитрил, ч	ТУ 6-09-3534—82
Вода бидистиллированная	ГОСТ 7602—72
Гексан, ч	ТУ 6-09-3375—78
Калия перманганат, хч	ГОСТ 20490—75
Калий углекислый, хч	ГОСТ 4221—76
Кальция хлорид, хч	ГОСТ 4161—77
Кислота ортофосфорная, хч	ГОСТ 6552—80
Кислота серная, хч	ГОСТ 4204—77
Натрий фосфорно-кислый, двузамещенный, чда	ГОСТ 11773—76
Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 11078—78
Натрия сульфат, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрия хлорид, хч	ГОСТ 4233—77
Спирт метиловый, хч	ГОСТ 6995—77
Фосфора пентоксид, ч	МРТУ 6-09-5759—69
Хлороформ, ч	ГОСТ 20015—74
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил–метанол–0,005 М ортофосфорная кислота (38 : 2 : 60, по объему)	
Силикагель для колоночной хроматографии марки Л (40—100 мкм) /Хемапол, Чехия/ или аналогичный	
Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан–ацетон (8 : 2, по объему)	
Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь гексан-ацетон (7 : 3, по объему)	
Стекловата	
Хлопковая вата	
Фильтры бумажные «синяя лента»	ТУ 6-09-1678—77

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Altex (США) или аналогичный
Хроматографическая колонка стальная, длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, заполненная Диасорбом 130-С8 Т или Диасфером 100-С18

(АО БиоХимМак, РФ; 119899, Москва, Ленинские горы)	
Шприц для ввода образцов в жидкостный хроматограф	
Весы аналитические типа ВЛР-200	ГОСТ 19401—74
Водоструйный насос	ГОСТ 10696—75
Встряхиватель механический	ТУ 64-1-1081—73
Иономер ЭВ-74	ГОСТ 22261—76
или аналогичный	
Мельница электрическая лабораторная	ТУ 46-22-236—79
или аналогичная	
Ротационный испаритель, тип ИР-1М	ТУ 25-11-917—76
Сито с диаметром отверстий 1 мм	
Воронка Бюхнера	ГОСТ 9147—80Е
Воронки делительные, вместимостью 100, 250 мл	ГОСТ 25336—82Е
Воронки для фильтрования стеклянные	ГОСТ 8613—75
Колба Бунзена	*ГОСТ 5614—75*
Колбы грушевидные, вместимостью 50 и 100 мл	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные на шлифе, вместимостью 100, 250 и 500 мл	ГОСТ 9737—70
Колбы конические с притертыми пробками, вместимостью 250 мл	ГОСТ 25336—82
Колбы мерные, вместимостью 25, 50, 100 и 1 000 мл	ГОСТ 1770—74
Пипетки мерные, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл	ГОСТ 20292—74Е
Пробирки градуированные с притертыми пробками, вместимостью 5 и 10 мл	ГОСТ 10515—75
Стаканы химические, емкостью 500 и 1 000 мл	ГОСТ 25336—82Е
Цилиндры мерные, вместимостью 50, 100, 250 и 500 мл	ГОСТ 1770—74

2.4. Отбор проб

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

Отобранные пробы зерна и соломы подсушивают до стандартной влажности и хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре не выше 4 °С не более трех месяцев. Зеленую массу хранят при температуре 0—4 °С в течение суток. Для длительного хранения пробы замораживают и хранят при температуре –18 °С.

Пробы воды хранят при температуре не выше 4 °С в течение 2 дней, при температуре –18 °С в течение месяца.

Пробы почвы высушивают при комнатной температуре в отсутствии прямого солнечного света до воздушно-сухого состояния и хранят в темном сосуде не более трех месяцев.

Перед анализом зерно и солому размалывают на мельнице, сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, а зеленую массу измельчают ножницами.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1 Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Органические растворители перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан и хлороформ встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до тех пор, пока свежая порция кислоты не перестанет окрашиваться. Затем гексан последовательно промывают водой, 2 %-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют. Хлороформ промывают водой, сушат над хлористым кальцием и перегоняют. Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием. Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 л ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г K_2CO_3).

Силикагель встряхивают с двойным объемом ацетона и суспензию фильтруют на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Силикагель на фильтре промывают 1,5 объема ацетона и затем высушивают при температуре 130 °С в течение 2 ч.

2.5.2. Приготовление 2 М и 0,005 М растворов ортофосфорной кислоты

Для получения 2 М раствора H_3PO_4 отмеряют 137 мл 85,6 %-ной ортофосфорной кислоты, переносят в мерную колбу емкостью 1 000 мл, добавляют 500—600 мл бидистиллированной воды, перемешивают и доводят объем водой до метки.

Для получения 0,005 М раствора H_3PO_4 отбирают 2,5 мл приготовленного 2 М раствора ортофосфорной кислоты, переносят в колбу емкостью 1 000 мл, добавляют бидистиллированную воду до метки и перемешивают.

2.5.3. Приготовление фосфатного буферного раствора (pH 10)

В химическом стакане в 400 мл воды растворяют 1,42 г безводного Na_2HPO_4 и 40 г NaCl и доводят pH раствора до 10 путем добавления по

каплям 1 N раствора гидроксида натрия при перемешивании. Щелочность раствора контролируют с помощью иономера.

2.5.4. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

При подготовке подвижной фазы для анализа иодосульфурон-метил-натрия отмеряют 380 мл ацетонитрила и 20 мл метанола, переносят в колбу на 1 000 мл, добавляют 520 мл 0,005 М ортофосфорной кислоты, перемешивают, фильтруют, дегазируют.

2.5.5. Кондиционирование колонки

Промыть колонку для ВЭЖХ 20 мл смеси ацетонитрил–вода (1 : 1, по объему), а затем подвижной фазой в течение 30 мин при скорости подачи растворителя 1 мл/мин. Включить детектор и подождать стабилизации базовой линии (5—15 мин).

2.5.6. Приготовление стандартных растворов

Основной стандартный раствор иодосульфурон-метил-натрия с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 10,2 мг препарата, содержащего 98 % д.в., в ацетонитриле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранят в холодильнике при температуре –12 °С не более 10 дней.

Рабочие стандартные растворы с концентрациями 0,025; 0,05; 0,125 и 0,25 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора иодосульфурон-метил-натрия соответствующим последовательным разбавлением подвижной фазой для ВЭЖХ (п. 2.5.4) непосредственно в день проведения анализа. Раствор хранят в холодильнике не более 3 дней.

При изучении полноты открывания иодосульфурон-метил-натрия в модельных матрицах используются ацетоновые растворы вещества.

2.5.7. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 100 мкл рабочего стандартного раствора иодосульфурон-метил-натрия с концентрацией 0,025, 0,05, 0,125 и 0,25 мкг/мл. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений и находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации препарата в растворе в мкг/мл.

2.5.8. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1,0 см вставляют тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 20 мл гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного

сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 30 мл элюента № 2 (смесь гексан–ацетон, 7 : 3) и затем 60 мл элюента № 1(смесь гексан–ацетон, 8 : 2) со скоростью 1—2 капли в секунду.

2.5.9. Проверка хроматографического поведения иодосульфурон-метил-натрия на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора иодосульфурон-метил-натрия с концентрацией 100 мкг/мл, отдувают растворитель потоком теплого воздуха, остаток растворяют в 2—3 мл элюента № 1 и наносят на подготовленную колонку. Промывают колонку 30 мл элюента, а затем 60 мл элюента № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 5 мл каждая, упаривают досуха, остаток растворяют в 5 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.4) и анализируют на содержание иодосульфурон-метил-натрия по п. 2.7.

Фракции, содержащие иодосульфурон-метил-натрий, объединяют и вновь анализируют по п. 2.7. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

Примечание. Профиль вымывания иодосульфурон-метил-натрия может меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

2.6. Описание определения

2.6.1. Экстракция

2.6.1.1. Вода. К образцу предварительно отфильтрованной воды объемом 100 мл добавляют 1,18 г $Na_2HPO_4 \times 2H_2O$ и перемешивают до растворения соли. Полученный раствор переносят в делительную воронку емкостью 250 мл, промывают трижды хлороформом порциями по 20 мл, который отбрасывают. Водную фазу подкисляют 2 М ортофосфорной кислотой до pH 3 (контролируя его значения на иономере), переносят в делительную воронку и иодосульфурон-метил-натрий экстрагируют хлороформом трижды (30 мл + 20 мл × 2). Объединенную органическую фазу пропускают через слой хлопковой ваты (1 см) и упаривают на роторном испарителе досуха при температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 4 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.4) и анализируют на содержание иодосульфурон-метил-натрия по п. 2.7.

2.6.1.2. Почва. Навеску (20 г) воздушно-сухой почвы помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 100 мл 90 %-ного водного ацетона и суспензию перемешивают в течение 1 ч на аппарате для встряхивания. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхне-

ра через бумажный фильтр. Почву еще раз экстрагируют 50 мл 90 %-ного водного ацетона при встряхивании в течение 30 мин. Из объединенного экстракта отбирают аликвоту раствора (около 70 мл), эквивалентную 10 г почвы. Дальнейшую очистку проводят по п.п. 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.1.3. Зеленая масса, зерно, солома. Навеску (25 г) измельченной зеленой массы кукурузы переносят в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 100 мл смеси ацетон–вода (9 : 1, по объему) и перемешивают в течение 1 ч на аппарате для встряхивания. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Растительный материал повторно экстрагируют 100 мл смеси ацетон–вода (9 : 1) при встряхивании в течение 30 мин. Из объединенного экстракта отбирают аликвоту раствора (около 38 мл), эквивалентную 5 г растительной ткани. Дальнейшую очистку проводят по п.п. 2.6.2 и 2.6.3.

Навеску размолотого зерна (20 г) или соломы (5 г) помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 100 мл 90 %-ного водного ацетона и суспензию перемешивают в течение 1 ч на аппарате для встряхивания. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Растительный материал повторно экстрагируют 70 мл 90 %-ного водного ацетона при встряхивании в течение 30 мин. Из объединенного экстракта муки или соломы отбирают аликвоту раствора (около 80 мл), эквивалентную соответственно 10 г зерна или 2,5 г соломы. Дальнейшую очистку проводят по п.п. 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.2. Очистка экстрактов

Отобранные аликвоты растительного (из п. 2.6.1.3) и почвенного (из п. 2.6.1.2) экстрактов упаривают до объема 5—7 мл на роторном испарителе при температуре 40 °С. К оставшемуся водному раствору добавляют 30 мл фосфатного буферного раствора с pH 10 (п. 2.5.3), при необходимости доводят pH раствора до 10 с помощью 1 N раствора гидроксида натрия. Колбу помещают в баню с ледяной водой (температура 5—7 °С) на 20 мин. Охлажденный раствор быстро фильтруют через неплотный бумажный фильтр в делительную воронку вместимостью 200 мл и промывают его тремя порциями хлороформа по 20 мл. Органическую фазу отбрасывают. Водную фазу переносят в химический стакан, подкисляют 2 М ортофосфорной кислотой до pH 3, контролируя кислотность раствора с помощью иономера. Раствор переносят в делительную воронку и иодосульфурон-метил-натрий экстрагируют хлороформом трижды (30 мл + 20 мл × 2). Объединенную органическую фазу пропускают через слой хлопковой ваты (1 см) и упаривают на роторном испарителе досуха при температуре 40 °С.

2.6.3. Очистка на колонке с силикагелем

Остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п. 2.6.2 экстрактов зеленой массы, зерна, соломы и почвы, с помощью 3 мл элюента № 1 (смесь гексан–ацетон, 8 : 2) количественно переносят в подготовленную хроматографическую колонку (п. 2.5.8). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и колонку промывают 30 мл элюента № 1, которые отбрасывают. Иодосульфурон-метил-натрий элюируют 50 мл элюента № 2 (смесь гексан–ацетон, 7 : 3) в круглодонную колбу емкостью 100 мл и раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 40 °С. Сухой остаток экстрактов зерна и почвы растворяют в 4 мл, соломы в 5 мл, зеленой массы и зерна кукурузы соответственно в 10 и 8 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.4) и анализируют на содержание иодосульфурон-метил-натрия по п. 2.7.

Примечание: При использовании новой партии сорбента или растворителей проводится проверка хроматографического поведения иодосульфурон-метил-натрия на колонке с силикагелем.

2.7. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Altex (США).

Хроматографическая колонка стальная (15 см × 4 мм), заполненная Диасорбом 130-С8 Т (7 мкм).

Подвижная фаза: ацетонитрил–метанол–0,005 М ортофосфорная кислота (38 : 2 : 60, по объему).

Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Температура колонки: комнатная.

Рабочая длина волны: 233 нм.

Чувствительность: 0,01 ед. абсорбции на шкалу.

Объем вводимой пробы: 100 мкл.

Время удерживания иодосульфурон-метил-натрия: 10,5 мин.

Линейный диапазон детектирования: 2,5—25 нг.

Альтернативная неподвижная фаза: Диасфер 100-С18 (6 мкм).

Время удерживания иодосульфурон-метил-натрия: около 12 мин.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,25 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

2.8. Обработка результатов анализа

Содержание иодосульфурон-метил-натрия рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

X – содержание иодосульфурон-метил-натрия, мг/дм^3, мг/кг;

H_1 – высота пика образца, мм;

H_o – высота пика стандарта, мм;

A – концентрация стандартного раствора иодосульфурон-метил-натрия, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m – масса или объем анализируемой части образца, г или мл (для воды – 100 мл; для почвы и зерна – 10 г; для зеленой массы – 5 г; для соломы – 2,5 г).

3. Требования техники безопасности

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

4. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями МИ 2335—95. ГСИ «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

5. Разработчики

Назарова Т. А., к. биол. н.; Микитюк О. Д., к. биол. н.; Дубовая Л. В.; Макеев А. М., к. биол. н. (ВНИИФ).

ВНИИ фитопатологии, 143050 Московская обл., п/о Большие Вяземы, тел. 592-92-20

Калинин В. А., к. с-х. н; Довгилевич А. В., к. хим. н. (МСХА).

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева, 127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений, тел. 976-02-20.

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний

Редакторы Акопова Н. Е., Барабанова Т. Л., Кожока Н. В., Максакова Е. И.
Технический редактор Ломанова Е. В.

Подписано в печать 24.03.04

Формат 60x88/16 **Печ. л. 2,75**
Тираж 3000 экз. **Заказ 29**

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11.
Отделение реализации, тел. 198-61-01

gost.e-ecolog.ru