**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

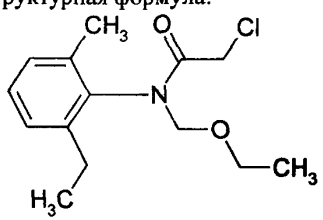
# Определение остаточных количеств ацетохлора в воде, почве, клубнях картофеля, зерне кукурузы, зеленой массе кукурузы и сои, а также в семенах и масле подсолнечника, рапса и сои

## Методические указания
## МУК 4.1.1387—03

### 1. Краткая характеристика препарата

Общепринятое название по ИСО: ацетохлор.

Название по номенклатуре ИЮПАК: 2-хлор-N-этоксиметил-6-этилацет-о-толуидин. Структурная формула:




Эмпирическая формула: $C_{14}H_{20}ClNO_2$ М. м.: 269,8

Фирма-производитель – Монсанто, ДауАгроСаесес.

Торговая марка: Харнес, Трофи.

*Химически чистый ацетохлор* – маслянистая жидкость темно-желтого цвета с температурой кипения 125 °С при 40 Па. Хорошо растворим в диэтиловом эфире, ацетоне, бензоле, н-гексане, хлороформе, этаноле, этилацетате и толуоле. В воде растворим ограниченно (223 мг/л при 25 °С). Стабилен при хранении.

Ацетохлор относительно быстро разрушается в растениях, остатки в зеленой массе кукурузы сохраняются в течение 40—50 дней. В почве период полураспада составляет от 8 до 18 дней. Сильно сорбируется почвой и не вымывается в нижние горизонты.

Ацетохлор является малотоксичным для человека и теплокровных веществом ($ЛД_{50}$ для крыс – 2 148 мг/кг), однако относится к веществам, подозрительным на канцерогенность. Острая накожная токсичность не выражена ($ЛД_{50}$ – более 4 000 мг/кг).

В России для ацетохлора установлены следующие гигиенические нормативы. ДСД – 0,0005 мг/кг/сутки, ПДК в воде – 0,003 мг/л; в почве – 0,5 мг/кг. МДУ (мг/кг): зерно кукурузы – 0,03, семена подсолнечника и сои – 0,01, масло подсолнечника – 0,02, масло сои – 0,04.

Ацетохлор является системным гербицидом корневого действия, подавляющим однолетние злаки и некоторые виды однолетних двудольных сорняков в период их прорастания. Препараты на основе ацетохлора проходят регистрационные испытания в качестве довсходовых или допосевных гербицидов в посевах сои, кукурузы, подсолнечника и рапса с нормами расхода 2—4 кг д.в. на 1 га при однократном внесении.

## 2. Методика определения 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 методом газожидкостной хроматографии

### *2.1. Основные положения*

#### *2.1.1. Принцип метода*

Методика основана на определении ацетохлора с помощью газожидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов на неподвижной фазе SE-30 или OV-17 после экстракции пестицида из анализируемых проб органическим растворителем, очистки экстрактов (из почвы – водно-ацетоновой коагуляцией и переэкстракцией гексаном; из зерна и зеленой массы кукурузы и сои – переэкстракцией из гексана ацетонитрилом, из семян масличных растений и масел – колоночной хроматографией). Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

#### *2.1.2. Избирательность метода*

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в интенсивной технологии выращивания кукурузы, сои, рапса и подсолнечника (хлор- и фосфорорганические пестициды, синтетические пиретроиды, производные арил- и гетарилоксикарбоновых кислот).

### *2.1.3. Метрологическая характеристика метода*

Таблица 1

**Метрологические параметры**

| Анализируемый объект | Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$ | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | предел обнаружения, мг/кг (мг/л) | диапазон определяемых концентраций, мг/кг (мг/л) | среднее значение определения, % | стандартное отклонение, S | доверительный интервал среднего результата, %, ± |
| Вода | 0,001 | 0,001—0,1 | 90,4 | 2,8 | 90,4 + 3,2 |
| Почва | 0,005 | 0,005—0,5 | 88,0 | 3,1 | 88,0 + 2,2 |
| Клубни картофеля | 0,005 | 0,005—0,5 | 92,7 | 2,1 | 92,7 + 1,6 |
| Зеленая масса | 0,004 | 0,004—0,1 | 80,0 | 4,5 | 80,0 + 4,7 |
| Зерно кукурузы и сои | 0,008 | 0,008—0,2 | 78,6 | 3,6 | 78,6 ± 2,8 |
| Семена подсолнечника и рапса | 0,01 | 0,01—0,1 | 87,5 | 1,44 | 87,5 + 3,0 |
| Масло рапса, сои, подсолнечника | 0,02 | 0,02—0,2 | 88,5 | 2,11 | 88,5 + 4,4 |

Таблица 2

**Полнота определения ацетохлора в семенах и масле подсолнечника (5 повторностей для каждой концентрации)**

| Среда | Добавлено ацетохлора, мг/кг | Обнаружено ацетохлора, мг/кг | Доверительный интервал, ± | Полнота определения, % |
|---|---|---|---|---|
| Семена подсолнечника и рапса | 0,1 | 0,0888 | 0,005 | 88,8 |
| | 0,05 | 0,0415 | 0,004 | 83,0 |
| | 0,025 | 0,0216 | 0,0015 | 86,2 |
| | 0,0125 | 0,00115 | 0,0012 | 91,8 |
| | среднее: | | | 87,5 |
| Масло подсолнечника, рапса и сои | 0,2 | 0,185 | 0,01 | 90,1 |
| | 0,1 | 0,0858 | 0,007 | 85,8 |
| | 0,05 | 0,043 | 0,006 | 86,0 |
| | 0,025 | 0,023 | 0,003 | 92,0 |
| | среднее: | | | 88,5 |

### *2.2. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Азот, осч | ГОСТ 9293—74 |
| Алюминия оксид для хроматографии, нейтральный, 40/250 | ГОСТ 8136—85 |
| Ацетон, осч | ТУ 6-09-3513—86 |
| Ацетонитрил, ч | ТУ-6-09-3534—74 |
| Ацетохлор с содержанием д.в. не менее 96 %, фирма Монсанто | |
| Бензол | ГОСТ 5955—75 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709. |
| Калий марганцово-кислый, 0,1 %-ный водный раствор | ГОСТ 20490—75 |
| Кислота фосфорно-молибденовая, 40 %-ная водная суспезия | ТУ 6-09-3540—78 |
| н-Гексан, ч | ТУ 6-09-3375—78 |
| Насадки для колонки: 5 % OV-17 на Инертоне-супер, размер частиц – 0,16—0,20 мм, Хемапол, Чехия; 5 % SE-30 на Хроматоне N-AW-DMCS, размер частиц – 0,20—25 мм. | |
| Натрий серно-кислый, безводный, хч | ГОСТ 4166 |
| Натрия гидроксид, хч, 10 и 20 %-ный водный раствор | ГОСТ 4328 |
| Натрия хлорид | ГОСТ 4233—77 |
| Силикагель для колоночной и тонкослойной хроматографии, Пороквarц-200, зернение 100—200 мкм, Научно-технологическая фирма АРО | |
| Силикагель КСК для хроматографии, 100/200 | ГОСТ 3956—76Е |
| Этилацетат | ГОСТ 22300—76 |

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

| | |
|---|---|
| Весы аналитические | ТУ 64-1-1065 |
| Водоструйный насос | ГОСТ 25336 |
| Воронки Бюхнера стеклянные | ГОСТ 25336 |
| Воронки делительные на 250 мл | ГОСТ 10054 |
| Воронки для фильтрования стеклянные | ГОСТ 8613 |
| Встряхиватель механический | ТУ 64-1-1081 |
| Колбы мерные на 10, 50, 100 мл | ГОСТ 1770 |
| Колонка стеклянная хроматографическая длиной 30 см с внутренним диаметром 8 мм | |

| | |
|---|---|
| Концентраторы грушевидные (конические) НШ 19, КГУ-100-14/19, ТС | ГОСТ 10394 |
| Микрошприц МШ-10А | ТУ 64-1-2850 |
| Пипетки мерные на 0,1; 1,0; 5,0 мл | ГОСТ 20292 |
| Пластиковые сосуды для экстракции и центрифугирования | |
| Ротационный испаритель ИР-1М или другой аналогичного типа | ТУ 25-11-917 |
| Стаканы стеклянные на 100 мл | ГОСТ 6236 |
| Фильтры бумажные «красная лента» | ТУ 6-09-1678—77 |
| Хроматограф газовый с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов «Цвет-550» или другой аналогичного типа (предпочтителен детектор с $^{63}Ni$) с пределом детектирования по линдану не выше $4 \times 10^{-14}$ г/см$^3$ | |

### *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 воды, клубней картофеля или зеленой массы анализируются в день отбора проб или хранятся в холодильнике при 4 °С не более двух дней. Для длительного хранения пробы воды и растений замораживаются и хранятся в морозильнике при –18 °С, а почвы подсушиваются до воздушно-сухого состояния при комнатной температуре и в отсутствии прямого солнечного света. Зерно кукурузы в початках, семена сои, подсолнечника и рапса доводятся до стандартной влажности при комнатной температуре в отсутствии прямого солнечного света до стандартной влажности и хранятся до анализа в темном прохладом помещении.

Перед анализом сухие образцы измельчаются на мельнице, клубни картофеля растираются на терке или в специальном измельчителе, зеленая масса режется на мелкие части, почва просеивается через сито с диаметром отверстий 1 мм.

### *2.5. Подготовка к определению*

#### *2.5.1. Подготовка и кондиционирование колонки*

Готовую насадку (5 % OV-17 на Инертоне-супер, 5 % SE-30 на Хроматоне) засыпают в стеклянную колонку и уплотняют под вакуумом. Колонку устанавливают в термостате хроматографа, и, не подсое-

диняя к детектору, стабилизируют в токе азота при температуре 280 °С в течение 8—10 ч.

*2.5.2. Приготовление стандартных растворов ацетохлора*

Взвешивают 50 мг ацетохлора в мерной колбе на 50 мл, растворяют навеску в н-гексане или толуоле и доводят объем до метки гексаном или толуолом (стандартный раствор № 1, концентрация 1 мг/мл). Методом последовательного разбавления готовят стандартный раствор № 2 с концентрацией 10 мкг/мл. Стандартные растворы № 1 и 2 можно хранить в холодильнике в течение 1 месяца. При необходимости проверки воспроизводимости методики при анализе воды растворы аналитического стандарта ацетохлора готовят, как указано выше, растворяя стандарт в ацетоне.

Для построения градуировочной кривой методом последовательного разбавления гексаном или толуолом готовят стандартные растворы с концентрациями ацетохлора 1,0; 0,5; 0,25 и 0,125 мкг/мл. Хроматографируют по 2—5 мкл всех полученных растворов. Хроматографирование каждого раствора проводят трижды и строят график зависимости средних высот пиков (в мм) от концентрации ацетохлора (в мкг/мл).

*2.5.3. Подготовка колонок для очистки экстрактов*

2.5.3.1. Колонка для очистки экстрактов из сои и кукурузы.

Стеклянную колонку длиной 30 см, диаметром 8 мм заполняют на высоту 5 см нейтральным оксидом алюминия и промывают 5 мл ацетона, а затем 10 мл гексана.

2.5.3.2. Колонка для очистки экстрактов из семян масличных культур и масел.

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм и высотой 10 см помещают примерно 4 г силикагеля «Пороквarц ПКН-200» с размером зерен 100—200 мкм, или аналогичного по характеристикам, и, аккуратно постукивая по стенкам колонки, формируют слой адсорбента высотой 5 см. Сверху на силикагель насыпают 1 г безводного сульфата натрия. Колонку промывают 30 мл этилацетата и затем 20 мл гексана.

### *2.6. Описание определения*

*2.6.1. Вода*

Среднюю пробу воды (100—250 мл) фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку объемом 250—500 мл и экстрагируют ацетохлор двумя–тремя порциями гексана по 50 мл, встряхивая энергично воронку каждый раз в течение 2 мин. Гексановые экстракты по-

следовательно один за другим пропускают через безводный сульфат натрия (20 г), помещенный на бумажный фильтр в химической воронке, и объединяют в концентраторе. Растворитель удаляют до 1—2 капель в остатке на ротационном испарителе и досуха в токе воздуха. Сухой остаток растворяют в 5—10 мл гексана и хроматографируют 2—5 мкл раствора.

*2.6.2. Почва*

Навеску почвы (10—50 г) в воздушно-сухом состоянии помещают в коническую колбу с притертой пробкой, добавляют в колбу 50 мл смеси ацетона с бензолом (1 : 1) и встряхивают в течение 30 мин. Почву отфильтровывают через воронку Бюхнера с бумажным фильтром под вакуумом, возвращают в колбу и повторяют экстракцию еще с одной порцией (50 мл) растворителя. Экстракты объединяют, и объединенный экстракт пропускают через безводный сульфат натрия (20 г) в концентратор. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С до объема 0,5—1 мл, затем досуха – в токе воздуха.

Остаток растворяют в смеси 5 мл ацетона и 25 мл дистиллированной воды, встряхивая в течение 3—5 мин. Выпавшие хлопья отфильтровывают через бумажный фильтр в делительную воронку объемом 250 мл, и ацетохлор дважды экстрагируют из фильтрата гексаном порциями по 50 мл. Гексановый экстракт пропускают через безводный сульфат натрия (20 г) и упаривают на ротационном испарителе досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл гексана и хроматографируют 5 мкл раствора.

*2.6.3. Клубни картофеля*

Навеску пробы картофеля (10—15 г) измельчают, помещают в коническую колбу с притертой пробкой и экстрагируют гексаном (50 мл) при встряхивании в течение 30 мин. Гексановый экстракт сливают в делительную воронку объемом 250 мл. Пробу картофеля дважды промывают свежими порциями гексана (по 30 мл). Объединенные гексановые вытяжки промывают дважды дистиллированной водой (по 30 мл) и сушат, пропуская через слой безводного сульфата натрия (20 г). Гексан отгоняют на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С до объема 1—2 мл, затем отдувают в токе воздуха досуха. Остаток растворяют в 5 мл ацетона или гексана и 5 мкл полученного раствора хроматографируют.

*2.6.4. Зеленая масса кукурузы и сои*

Пробу зеленой массы кукурузы или сои (10—50 г), измельченную ножницами или ножом, помещают в коническую колбу с притертой пробкой, заливают 50 мл ацетона, экстрагируют при встряхивании в течение 30 мин и отфильтровывают под вакуумом. Пробу экстрагируют повторно свежей порцией ацетона (50 мл), встряхивая в течение 30 мин.

Экстракты объединяют в делительной воронке на 500 мл, приливают туда 100 мл гексана, добавляют 20 г хлорида натрия и тщательно встряхивают воронку в течение 2 мин. После отстаивания выделившийся водный слой отделяют, переносят в другую делительную воронку и экстрагируют его 50 мл гексана. Отделившийся водный слой отбрасывают, а гексановый экстракт объединяют с предыдущим. Объединенный экстракт перемешивают в делительной воронке, дают отстояться и выделившееся небольшое количество воды сливают. Органический экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия (40 г) в концентратор и упаривают на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С до объема 1—2 мл или до тех пор, пока не исчезнет запах растворителя.

Маслянистый остаток растворяют в 20 мл гексана, переносят в делительную воронку и встряхивают в течение 1 мин с 5 мл 40 %-ной водной суспензии фосфорно-молибденовой кислоты. После разделения слоев водный слой отбрасывают. Гексановый слой промывают 10 мл дистиллированной воды (водную фракцию отбрасывают), пропускают через слой безводного сульфата натрия (20 г), после чего сульфат натрия промывают 10 мл гексана. Гексановые фракции объединяют в делительной воронке, добавляют 30 мл ацетонитрила и воронку встряхивают 1—2 мин. После отстаивания ацетонитрильный (нижний) слой пропускают через бумажный фильтр в концентратор. Повторяют операцию с 20 мл ацетонитрила, объединяя ацетонитрильные фракции, и упаривают растворитель на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С до объема 1—2 мл.

Остаток переносят количественно тремя порциями гексана по 1—2 мл в колонку с оксидом алюминия, подготовленную, как указано в разделе 2.5.3.1, и промывают ее 50 мл гексана (элюат отбрасывают). Затем ацетохлор элюируют из колонки 10 мл смеси гексана с ацетоном (10 : 1). Второй элюат упаривают на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С досуха. Сухой остаток растворяют в 2 мл гексана и аликвоту раствора 2—5 мкл хроматографируют.

*2.6.5. Зерно кукурузы и семена сои*

Навеску измельченного зерна кукурузы или семян сои (40 г) помещают в коническую колбу с притертой пробкой и дважды экстрагируют ацетоном порциями 50 и 25 мл при встряхивании по 30 мин. Экстракты фильтруют под вакуумом. К фильтрату приливают 100 мл гексана, раствор пропускают через безводный сульфат натрия (20 г) и концентрируют (ротационный испаритель, ток воздуха) до тех пор, пока не исчезнет запах растворителей.

Далее поступают, как указано в разделе 2.6.4, абзац 3, растворяя маслянистый остаток в 30 мл гексана.

*2.6.6. Семена подсолнечника и рапса*

К навеске 20 г семян подсолнечника добавляют 75 мл ацетонитрила и смесь встряхивают на механическом встряхивателе в течение 30 мин. Растворитель декантируют и пропускают через слой безводного сульфата натрия. Экстракцию ацетонитрилом повторяют дважды, используя порции ацетонитрила по 50 мл. Объединенные, пропущенные через слой безводного сульфата натрия экстракты упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 40 °С. Маслянистый остаток растворяют в 5 мл гексана и переносят на колонку с силикагелем (подготовка колонки по п. 2.5.3.2). Пропускают через колонку 20 мл гексана и 5 мл смеси гексан–этилацетат (5 : 1 по объему), которые отбрасывают. Ацетохлор элюируют с колонки 20 мл смеси гексан–этилацетат (5 : 1 по объему). Элюат упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 40 °С.

К сухому остатку в концентраторе добавляют 20 мл гексана, переносят раствор в пластиковый сосуд, ополаскивая концентратор еще 10 мл гексана, и добавляют в него 10 мл 10 % раствора NaOH и 5 мл 0,1 % раствора $KMnO_4$. Смесь встряхивают 15 мин и затем центрифугируют 3—5 мин при 2 000 об./мин. Гексановый слой отделяют, фильтруют в сухую делительную воронку через слой безводного сульфата натрия, который затем промывают 5 мл гексана. Из гексана ацетохлор экстрагируют ацетонитрилом порциями 20, 20 и 10 мл. Объединяют ацетонитрильные экстракты и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 40 °С. Остаток растворяют в 2 мл гексана и вводят в хроматограф 5 мкл пробы.

*2.6.7. Масло подсолнечника, сои и рапса*

Навеску 20 г подсолнечного (соевого или рапсового) масла в стеклянной колбе растворяют в 50 мл гексана, добавляют 30 мл ацетонитрила и встряхивают смесь на встряхивателе 15 мин. После экстракции

смесь переносят в пластиковый сосуд, обмывая колбу 5 мл ацетонитрила, и центрифугируют при 2 000 об./мин в течение 3 мин. Затем аккуратно переносят смесь в делительную воронку и отделяют нижний (ацетонитрильный) слой в концентратор. Гексановый раствор еще дважды экстрагируют ацетонитрилом. Объединенные ацетонитрильные экстракты упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 40 °С. Маслянистый остаток растворяют в 5 мл гексана и помещают в колонку с силикагелем, подготовленную по п. 2.5.3.2. Пропускают через колонку 20 мл гексана, который отбрасывают. Ацетохлор элюируют с колонки 25 мл смеси гексан–этилацетат (5 : 1, по объему). Элюат упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 40 °С. К остатку в концентраторе добавляют 30 мл гексана, 20 мл 10 %-ного раствора NaOH и 5 мл 0,1 % раствора $KMnO_4$. Смесь встряхивают на встряхивателе 15 мин и затем переносят в делительную воронку. Нижний слой отделяют и отбрасывают, а верхний фильтруют в сухую делительную воронку через слой безводного сульфата натрия, который затем промывают 5 мл гексана. Из гексана ацетохлор экстрагируют ацетонитрилом порциями 30, 20 и 20 мл соответственно. Объединяют ацетонитрильные экстракты и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 40 °С. Остаток растворяют в 4 мл гексана, фильтруют через бумажный фильтр и вводят в хроматограф 5 мкл пробы.

*2.6.8. Условия хроматографирования*

Хроматограф газовый «Цвет-550» или аналогичный по параметрам, с детектором постоянной рекомбинации ионов или ЭЗД с пределом детектирования по линдану не выше $4 \times 10^{-14}$ г/см$^3$.

2.6.8.1. Клубни картофеля, почва, зеленая масса и зерно кукурузы и сои.

Колонка стеклянная длиной 1,5 м с внутренним диаметром 3 мм.

Неподвижная фаза: 5 % SE-30 на Хроматоне N-AW-DMCS с размером частиц 0,20—0,25 мм.

Температура (°С): термостата колонок – 200, испарителя – 225, детектора – 230.

Расход газа-носителя (мл/мин): через колонку – 40 , продувочную камеру детектора – 60.

Объем вводимой пробы 2—5 мкл.

Линейность детектирования сохраняется в пределах – 0,2—2,0 нг.

Рабочая шкала электрометра – $9 \times 10^{-11}$ А.

Скорость протяжки картограммы – 600 мм/ч.

Абсолютное время удерживания ацетохлора – 2 мин 15 с.

Альтернативная неподвижная фаза – 5 % ХЕ-60 на Хроматоне N-AW-DMCS с размером частиц 0,20—0,25 мм.

Абсолютное время удерживания ацетохлора при всех тех же условиях – 4 мин 24 с.

2.6.8.2. Вода, семена и масло масличных культур.

Колонка стеклянная спиральная длиной 3 м, внутренний диаметр 3 мм. Неподвижная фаза – 5 % OV-17 на Инертоне-супер.

Температура термостата колонки – 200 °С, детектора – 340 °С, испарителя – 250 °С.

Скорость газа-носителя (азот) – 45 мл/мин. Объем вводимой пробы – 5 мкл.

Показания электрометра (аттенюатора) – 32 или $16 \times 10^{10}$.

Скорость движения ленты самописца – 12 см/ч.

Абсолютное время удерживания ацетохлора – 8 мин 05 с.

Линейность детектирования сохраняется в пределах – от 0,5 до 5 нг.

Альтернативная фаза: 5 % ХЕ-60 на Хроматоне N-AW, длина 2 м.

Температура термостата колонки – 195 °С, детектора – 340 °С, испарителя – 250 °С.

Скорость газа-носителя (азот) – 60 мл/мин. Время удерживания – 2 мин 03 с.

Каждую анализируемую пробу вводят 3 раза и вычисляют среднюю высоту пика. Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 1 мкг/мл, разбавляют.

*2.6.9. Обработка результатов анализов*

Содержание ацетохлора рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1\ A\ V\ c}{100 - H_0\ m}\ P\ ,$$ где

$X$ – содержание гербицида в пробе, мг/кг (мг/л);

$H_o$ – высота пика стандарта, мм;

$H_1$ – высота пика образца, мм ;

$A$ – концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

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

$c$ – фактор разбавления, учитывающий взятие аликвот в ходе определения;

$m$ – масса или объем анализируемого образца, г или мл;

$P$ – содержание ацетохлора 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

Семена подсолнечника, рапса, масло подсолнечника, рапса и сои: Калинин В. А., профессор, к. с-х. н., Довгилевич Е. В., к. биол. н., Калинина Т. С., к. с-х. н., Довгилевич А. В. Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. 127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений. Телефон: 976-43-26.

Вода, почва, клубни картофеля зерно и зеленая масса кукурузы и сои: Пиленкова И. И., Юркова Р. Г., ВНИИТИГ.

**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