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 2
Часть 1
МУК 4.1.1213—4.1.1216—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 2
Часть 1
МУК 4.1.1213—4.1.1216—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.—52 с.—Вып. 2.—Ч. 1.

ISBN 5—7508—0478—X

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.); 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 1 июля 2003 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.23+51.21

Редакторы Акопова Н. Е., Кожока Н. В., Максакова Е. И.
Верстка Смирнов В. В.
Технический редактор Ломанова Е. В.

Подписано в печать 03.03.04

Формат 60x88/16 Печ. л. 3,25
Тираж 3000 экз. Заказ 22

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

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

Содержание

Определение остаточных количеств Азоксистробина (ICIA 5504) и его геометрического изомера (R-230310) в воде, почве, в плодах огурцов, томатов, ягодах винограда, в зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1213—03 4

Измерение остаточных количеств Азоксистробина (ICIA 5504) и его геометрического изомера (R-230310) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1214—03 26

Определение остаточных количеств Амидосульфурона в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур, зерне и зеленой массе кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1215—03 35

Измерение концентраций Амидосульфурона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1216—03 47

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
16 марта 2003 г.
Дата введения – 1 июля 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств Азоксистробина (ICI A 5504) и его геометрического изомера (R-230310) в воде, почве, в плодах огурцов, томатов, ягодах винограда, в зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1213—03

1. Вводная часть

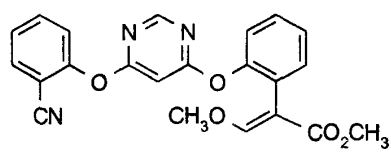
Фирма-производитель: Сингента АГ, Швейцария.

Торговое название: Амистар Ф, СК (250 г/л), ICIA 5504, AZ5504.

Название действующего вещества по ИСО: Азоксистробин.

Название действующего вещества по ИЮПАК: метил (Е)-2-{2-[6-(2-циано-фенокси)пиримидин-4-илокси]фенил}-3-метоксиакрилат.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{22}H_{17}N_{33}O_5$.

Молекулярная масса: 403,4.

Химически чистый Азоксистробин представляет собой бесцветное кристаллическое вещество без запаха.

Давление паров $1{,}1 \times 10^{-13}$.

Температура плавления 166 °С.

Коэффициент распределения н-октанол-вода: Ko/w = 440, lg P o/w = = 2,64.

Растворимость в воде зависит от кислотности среды и составляет *при 25 °С 6,2 (pH 5,2), 6,7 (pH 7,0), 5,9 (pH 9,2)* мг/л.

Растворимость в органических растворителях (г/л при 20 °С): ацетон – 86, ацетонитрил – 340, гексан – 0,057, дихлорметан – 400, метанол – 20, толуол – 55, этилацетат – 130, н-октанол – 1,40 г/л.

Азоксистробин стабилен в водных растворах при pH 3—10 при комнатной температуре, в т. ч. при концентрациях менее 1 мкг/кг.

Период полураспада в почве в полевых условиях от 3 до 39 дней. Основным путем разложения вещества в почве является фотолиз с образованием геометрического Z-изомера.

Краткая гигиеническая характеристика: Азоксистробин относится к мало опасным веществам по острой оральной ($ЛД_{50}$ /крысы/ свыше 5 000 мг/кг) и дермальной ($ЛД_{50}$ /крысы/ свыше 2 000 мг/кг) токсичности, но умеренно опасным по ингаляционной ($ЛД_{50}$ /крысы/ 0,698—0,962 мг/кг) токсичности. Не обладает побочными токсикологическими эффектами, может вызвать слабое раздражение при попадании на кожу и слизистую оболочку глаз.

В России для Азоксистробина установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД – 0,003 мг/кг массы тела человека;

ПДК в воде – 0,01 мг/л;

ОДК в почве – 0,4 мг/кг;

МДУ в винограде, огурцах и томатах – 0,2 мг/кг;

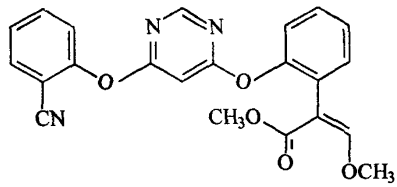
ВМДУ в зерне хлебных злаков – 0,2 мг/кг.

Область применения: Азоксистробин – фунгицид из группы стробилуринов системного и контактного действия с длительным защитным эффектом. Высокоэффективен против возбудителей ложной и мучнистой настоящей росы, в т. ч. против рас возбудителя, устойчивых к Металаксилу и производным триазола. Зарегистрирован в России и странах СНГ в качестве фунгицида на томатах и огурцах открытого и защищенного грунта с нормой расхода 25 % суспензионного концентрата 0,4—0,6 л/га, а также на виноградниках с нормой расхода 0,6—0,8 л/га при 1—2 кратной обработке. Проходит регистрационные испытания на зерновых колосовых культурах с нормой расхода при двукратной обработке посевов с нормой расхода до 1,0 л препарата на гектар.

R-230310 – Z-геометрический изомер Азоксистробина.

Название действующего вещества по ИСО: метил (Z)-2-{2-[6-(2-цианофенокси)-пиримидин-4-илокси]фенил}-3-метоксиакрилат.

Структурная формула:



R-230310 представляет собой кристаллический порошок желтого цвета.

Физико-химические свойства близки к таковым Азоксистробина.

Основной метаболит в процессе фотолиза основного вещества.

Данные по токсикологии вещества фирмой не представлены.

2. Методика определения Азоксистробина и его геометрического изомера в воде, почве, плодах огурцов и томатов, ягодах винограда, в зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении Азоксистробина и его геометрического изомера методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием ультрафиолетового детектора после их экстракции из образцов органическим растворителем, концентрирования экстракта упариванием в вакууме, переэкстракции и очистки на колонках с Флорисилом или концентрирующих патронах Диапак С, Диапак С8 и Диапак-Амин. Идентификация веществ проводится по времени удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1—4.

Таблица 1

Азоксистробин

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, %, $\pm$
Вода	0,005	0,005—0,05	94,4	2,5	5,23
Почва	0,01	0,01—0,1	86,1	2,05	4,28
Плоды огурцов	0,01	0,01—0,1	85,8	1,66	3,47
Плоды томатов	0,01	0,01—0,1	81,5	1,18	2,47
Ягоды винограда	0,01	0,01—0,1	77,0	1,86	3,89
Зерно	0,01	0,01—0,1	72,7	1,93	0,91
Солома	0,05	0,05—0,5	73,6	2,09	0,98

Таблица 2

Метаболит Азоксистробина R-230310

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, %, $\pm$
Вода	0,005	0,005—0,05	98,2	2,84	5,95
Почва	0,01	0,01—0,1	86,8	2,57	5,38
Плоды огурцов	0,01	0,01—0,1	98,7	1,86	3,90
Плоды томатов	0,01	0,01—0,1	85,0	1,86	3,90
Ягоды винограда	0,01	0,01—0,1	74,5	1,82	3,81
Зерно	0,01	0,01—0,1	74,0	2,66	1,25
Солома	0,05	0,05—0,5	73,8	2,34	1,10

Таблица 3

Полнота определения Азоксистробина в воде, почве, плодах огурцов и томатов, ягодах винограда, зерне и соломе зерновых колосовых культур (5 повторностей для каждой концентрации)

Среда	Добавлено Азоксистробина, мг/кг (мг/л)	Обнаружено Азоксистробина, мг/кг (мг/л)	Доверительный интервал, ±	Полнота определения, %
Вода	0,005	0,0046	0,0007	92,0
	0,01	0,009	0,0015	90,0
	0,02	0,0198	0,0031	99,0
	0,05	0,0482	0,0067	96,4
среднее				94,4
Почва	0,01	0,0086	0,001	86,0
	0,02	0,019	0,002	95,0
	0,05	0,0394	0,0040	78,8
	0,1	0,0846	0,0103	84,6
среднее				86,1
Плоды огурцов	0,01	0,0084	0,0014	84,0
	0,02	0,0166	0,0019	83,0
	0,05	0,043	0,0042	86,0
	0,1	0,09	0,0036	90,0
среднее				85,8
Плоды томатов	0,01	0,0086	0,0017	86,0
	0,02	0,0166	0,0021	83,0
	0,05	0,0386	0,0014	77,2
	0,1	0,0818	0,0064	81,8
среднее				81,5
Ягоды винограда	0, 01	0,0074	0,0007	74,0
	0,02	0,0164	0,003	82,0
	0,05	0,0364	0,0027	72,8
	0,1	0,079	0,0091	79,0
среднее				77,0
Зерно	0,01	0,0075	0,0003	75,0
	0,02	0,0145	0,0001	72,5
	0,05	0,0363	0,0003	72,6
	0,10	0,0706	0, 0005	70,6
среднее				72,7
Солома	0,05	0,0359	0,0011	71,8
	0,10	0,0732	0,0013	73,2
	0,20	0,1493	0,0030	74,7
	0,50	0,3789	0,0124	75,8
среднее				73,6

Таблица 4

Полнота определения R-230310 в воде, почве, плодах огурцов и томатов, ягодах винограда, зерне и соломе зерновых колосовых культур (5 повторностей для каждой концентрации)

Среда	Добавлено R-230310, мг/кг (мг/л)	Обнаружено R-230310, мг/кг (мг/л)	Доверительный интервал, ±	Полнота определения, %
Вода	0,005	0,0046	0,0007	92,0
	0,01	0,009	0,0009	90,0
	0,02	0,0214	0,0034	107,0
	0,05	0,0518	0,0056	103,6
среднее				98,2
Почва	0,01	0,0102	0,001	102,0
	0,02	0,0172	0,003	86,0
	0,05	0,0408	0,0020	81,6
	0,1	0,0774	0,0021	77,4
среднее				86,8
Плоды огурцов	0,01	0,0108	0,0018	108,0
	0,02	0,0184	0,0017	92,0
	0,05	0,0464	0,0029	92,8
	0,1	0,1018	0,0089	101,8
среднее				98,7
Плоды томатов	0,01	0,0098	0,001	98,0
	0,02	0,0176	0,0023	88,0
	0,05	0,0382	0,0010	76,4
	0,1	0,0774	0,0047	77,4
среднее				85,0
Ягоды винограда	0,01	0,0078	0,0010	78,0
	0,02	0,158	0,003	79,0
	0,05	0,0362	0,0031	72,4
	0,1	0,0684	0,0080	68,4
среднее				73,6
Зерно	0,01	0,0077	0,0002	77,0
	0,02	0,0148	0,0006	74,0
	0,05	0,0371	0,0011	74,2
	0,10	0,0710	0,0011	71,0
среднее				74,1
Солома	0,05	0,0359	0,0011	71,8
	0,10	0,0732	0,0024	73,2
	0,20	0,1466	0,0011	73,3
	0,50	0,3847	0,0053	76,9
среднее				73,8

2.1.3. Избирательность метода

В прилагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при выращивании огурцов и томатов, зерновых колосовых культур, а также при возделывании винограда.

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы

Азоксистробин ICIA 5504, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,7 %, фирма Зенека	
R-230310, аналитический стандарт с содержанием д.в. 96,0 %, фирма Зенека	
Ацетонитрил	ТУ 6-09-3534—87
Бумага индикаторная, универсальная	
Вода бидистиллированная*, деионизированная	ГОСТ 7602—72
Гексан, ч	ТУ 6-09-3375
Гелий, осч	
Калий марганцово-кислый, чда	ГОСТ 20490—75
Кислота соляная, концентрированная	ГОСТ 857—88
Кислота соляная, 0,1 М водный раствор	
Концентрирующие патроны Диапак-С 8 (0,6 г) АО БиоХимМак (117899, Москва, Воробьевы горы, МГУ)	ТУ 4215-002-05451931—94
Концентрирующие патроны Диапак-С (0,6 г) АО БиоХимМак (117899, Москва, Воробьевы горы, МГУ)	ТУ 4215-002-05451931—94
Концентрирующие патроны Диапак-Амин (0,6 г), АО БиоХимМак (117899, Москва, Воробьевы горы, МГУ)	ТУ 4215-002-05451931—94
Метилен хлористый	ГОСТ 19433—88
Натрий бикарбонат, хч	ГОСТ 4201—79
Натрия бикарбонат, 5 %-ный водный раствор	
Натрий серно-кислый, безводный, хч	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Подвижная фаза для ВЭЖХ (колонка Kromasil 100-5C8, анализ образцов воды, почвы, плодов огурца и томатов, ягод винограда):	
ацетонитрил – 400 мл;	
вода – 600 мл	

* Бидистиллят кипятят 6 ч с марганцово-кислым калием, добавленным из расчета 1 г/л, и затем перегоняют.

Смесь для растворения образцов перед хроматографированием: ацетонитрил – 250 мл; вода – 750 мл	
Подвижная фаза для ВЭЖХ (колонка Zorbax SB C-18, анализ образцов зерна и соломы, также возможно использование этой колонки для анализа образцов воды, почвы, плодов огурца и томатов, ягод винограда): ацетонитрил – 500 мл; вода – 500 мл	
Флорисил для колоночной хроматографии, 60—100 меш, фирма Мерк	
Фильтры бумажные, «красная лента»	ТУ 6-09-1678—86
Фильтры для очистки растворителей, диаметром 20 мм с отверстиями 20 мкм, фирма Уотерс	
Этиловый эфир уксусной кислоты**	ГОСТ 22300—76

2.2.2. Приборы и оборудование

Хроматограф жидкостный Уотерс 510 с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны и чувствительностью, не выше 0,0025 единиц адсорбции на шкалу, или другой аналогичного типа	
Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Kromasil 100-5C8, зернением 5 мкм	
Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, Zorbax SB C-18, зернением 5 мкм	
Алонж прямой с отводом для вакуума для работы с концентрирующими патронами	
Ванна ультразвуковая	
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 34104—80 Е
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г	ГОСТ 19491—74

** Этиловый эфир уксусной кислоты кипятят 1 ч с прокаленным сульфатом магния и затем перегоняют.

Воронки делительные на 250 и 500 мл	ГОСТ 25336—82Е
Воронки конические стеклянные, диаметром 30—33 мм	ГОСТ 25336—82Е
Встряхиватель механический или аналогичный	ТУ 64-673М
Колбы конические, плоскодонные на 250 и 500 мл	ГОСТ 9737—70
Колбы мерные на 25, 50 и 100 мл	ГОСТ 1770—74
Концентраторы грушевидные КТУ-100-14/19	ГОСТ 10394—75
Микрошприц для жидкостного хроматографа на 50—100 мкл	
Насос водоструйный	ГОСТ 10696—75
Пипетки мерные на 0,2; 1,0; 5,0; 10,0 и 25,0 мл	ГОСТ 20292—74
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или аналогичный	ТУ 25-11-917—74
Стаканы стеклянные на 100—500 мл	ГОСТ 25366—80Е

2.3. Подготовка к определению

2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонки для жидкостной хроматографии

Колонку Kromasil 100-5C8 устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре 30 °С и скорости потока соответствующей подвижной фазы 0,5—1 мл/мин в течение 3—4 ч.

Колонку Zorbax SB C-18 устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре 25 °С и скорости потока соответствующей подвижной фазы 1 мл/мин в течение 3—4 ч.

2.3.2. Приготовление стандартных растворов

Взвешивают 50 мг Азоксистробина в мерной колбе объемом 50 мл. Навеску растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом (стандартный раствор № 1, концентрация Азоксистробина – 1 мг/мл).

Взвешивают 50 мг геометрического изомера Азоксистробина R-230310 в мерной колбе объемом 50 мл, растворяют в ацетонитриле, доводят до метки ацетонитрилом (стандартный раствор № 2, концентрация геометрического изомера Азоксистробина R-230310 – 1 мг/мл). Стандартные растворы № 1 и 2 можно хранить в холодильнике в течение 6 месяцев.

В мерную колбу объемом 100 мл помещают по 1 мл стандартных растворов № 1 и 2, доводят до метки ацетонитрилом, в результате чего

получают объединенный стандартный раствор № 3 с концентрацией Азоксистробина и геометрического изомера R-230310 – 10 мкг/мл (каждого). Из объединенного стандартного раствора № 3 методом последовательного разведения готовят объединенные стандартные растворы Азоксистробина и геометрического изомера R-230310 в ацетонитриле (или в подвижной фазе ацетонитрил–вода в соотношении 25 : 75 для проведения анализов на колонке Kromasil 100-5C8) с концентрацией 1,0; 0,5; 0,2; 0,1 мкг/мл соответственно и используют эти растворы для хроматографического исследования, построения калибровочной кривой и внесения в контрольные образцы.

2.3.3. Приготовление растворов для жидкостной хроматографии

Для приготовления подвижной фазы при анализе образцов воды, почвы, плодов огурцов и томатов используют свежеперегнанные ацетонитрил и дистиллированную воду.

В плоскодонную колбу объемом 1 л помещают 400 мл ацетонитрила и 600 мл очищенной воды. Смесь тщательно перемешивают, затем пропускают через нее газообразный гелий со скоростью 20 мл/мин в течение 5 мин, после чего помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин для удаления растворенных газов. Полученный раствор используют в качестве подвижной фазы.

Для растворения сухого остатка после экстракции и очистки образцов воды, почвы, плодов огурцов и томатов применяют смесь ацетонитрила с водой в соотношении 25 : 75 по объему (для проведения анализов на колонке Kromasil 100-5C8). Для этого в плоскодонную колбу объемом 200 мл помещают 50 мл ацетонитрила и 150 мл воды, смесь тщательно перемешивают.

Для приготовления подвижной фазы при анализе образцов зерна и соломы также используют свежеперегнанные ацетонитрил и воду, очищенную перегонкой над перманганатом калия.

В плоскодонную колбу объемом 1 л помещают 500 мл ацетонитрила и 500 мл очищенной воды. Смесь тщательно перемешивают, затем пропускают через нее газообразный гелий со скоростью 20 мл/мин в течение 5 мин, после чего помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин для удаления растворенных газов. Полученный раствор используют в качестве подвижной фазы.

2.3.4. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика последовательно вводят в хроматограф 5 раз по 20 мкл каждого из полученных четырех растворов с концентрацией 1,0; 0,5; 0,2; 0,1 мкг/мл. Измеряют высоту или площадь

пиков, рассчитывают среднее значение высоты пика или его площади для каждой концентрации и строят график зависимости высоты пика или площади от концентрации Азоксистробина и его геометрического изомера (мкг/мл).

2.3.5. Подготовка колонки с Флорисилом для очистки экстракта

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм помещают 4 г дезактивированного Флорисила. Сверху на Флорисил насыпают 1 г безводного сульфата натрия. Колонку готовят непосредственно перед очисткой образца, предварительно промыв ее 20 мл гексана. Образец вносят на влажную колонку!

Примечание. Для дезактивации Флорисил выдерживают 4 ч в сушильном шкафу при температуре 120 °С. Затем к 95 г прокаленного Флорисила при постоянном перемешивании в стеклянной колбе с притертой пробкой добавляют постепенно 5 г очищенной воды.

2.3.6. Проверка хроматографического поведения Азоксистробина и его геометрического изомера на колонке с Флорисилом

В концентратор объемом 100 мл помещают 1 мл стандартного раствора с концентрацией Азоксистробина и геометрического изомера R-230310 – 1 мкг/мл (каждого) и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 2 мл смеси этилацетат–гексан в соотношении 2 : 8 и вносят на колонку с Флорисилом. Колонку промывают 20 мл смеси этилацетат–гексан в соотношении 2 : 8 и элюат отбрасывают. Азоксистробин и R-230310 элюируют с колонки последовательно шестью порциями по 5 мл смеси этилацетата с гексаном в соотношении 7 : 3, каждую порцию собирают отдельно в концентраторы и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток каждой фракции растворяют в 2 мл смеси ацетонитрил–вода (25 : 75) в ультразвуковой ванне и 20 мкл раствора вводят в хроматограф.

Затем фракции, содержащие Азоксистробин и R-230310, объединяют, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток вновь растворяют в 1 мл ацетонитрила или смеси ацетонитрил–вода в соотношении 25 : 75 и вводят в хроматограф 20 мкл пробы. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание. Хроматографическое поведение Азоксистробина или его метаболита на колонке обязательно проверяют при отработке методики, и каждый раз при использовании новой партии Флорисила.

2.3.7. Подготовка концентрирующего патрона Диапак-С8 (0,6 г) для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 2 мл/мин. Для проведения очистки используют очищенную воду, перегнанную над перманганатом калия.

Патрон Диапак-С8 устанавливают на аллонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 мл (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают последовательно 5 мл смеси ацетонитрил–вода в соотношении 1 : 1 и 10 мл воды. Элюат отбрасывают. Нельзя допускать высыхания поверхности картриджа!

2.3.7.1. Проверка хроматографического поведения Азоксистробина и его геометрического изомера на концентрирующем патроне Диапак С8.

Из стандартного раствора, содержащего по 1 мкг/мл Азоксистробина и его геометрического изомера в ацетонитриле, отбирают 1 мл, помещают в круглодонную колбу объемом 100 мл и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила, помещают на 30 с в ультразвуковую ванну и тщательно обмывают стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 9 мл воды, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на картридж. Пропускают раствор через картридж под вакуумом. Элюат упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила и хроматографируют для проверки возможного смыва анализируемого вещества.

Концентратор тщательно обмывают 10 мл смеси ацетонитрил–вода в соотношении 1 : 5 и смесь также вносят на картридж. Элюат собирают в концентратор, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила и хроматографируют. Описанную выше процедуру необходимо проводить, чтобы убедиться в отсутствии «проскока» анализируемых веществ при нанесении пробы на картридж.

Азоксистробин и его геометрический изомер элюируют с картриджа 15 мл смеси ацетонитрил–вода в соотношении 1 : 1 порциями по 5 мл, обмывая каждый раз колбу. Элюат после внесения каждой порции упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила и хроматографируют. Определяют фракции, содержащие Азоксистробин и

его геометрический изомер, и объединяют их. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюата.

2.3.8. Подготовка концентрирующего патрона Диапак-Амин (0,6 г) для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 2 мл/мин.

Патрон Диапак-Амин устанавливают на аллонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 мл (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 10 мл смеси гексан–этилацетат в соотношении 9 : 1. Элюат отбрасывают. Нельзя допускать высыхания поверхности картриджа!

2.3.8.1. Проверка хроматографического поведения Азоксистробина и его геометрического изомера на концентрирующем патроне Диапак-Амин.

Из стандартного раствора, содержащего по 1 мкг/мл Азоксистробина и его геометрического изомера в ацетонитриле, отбирают 1 мл, помещают в круглодонную колбу объемом 100 мл и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл этилацетата, помещают на 30 с в ультразвуковую ванну и тщательно обмывают стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 9 мл гексана, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на картридж. Пропускают раствор через картридж под вакуумом. Элюат упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила и хроматографируют для проверки возможного смыва анализируемого вещества.

Азоксистробин и его геометрический изомер элюируют с картриджа 15 мл смеси гексан–этилацетат в соотношении 1 : 3 порциями по 5 мл, элюат после внесения каждой порции упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила, помещают на 30 с в ультразвуковую ванну, тщательно обмывают стенки концентратора и хроматографируют. Определяют фракции, содержащие Азоксистробин и его геометрический изомер, и объединяют их. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюата.

2.3.9. Подготовка концентрирующего патрона Диапак-С (0,6 г) для очистки экстракта

Патрон Диапак С устанавливают на аллонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 мл (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 10 мл смеси гексан–этилацетат в соотношении 9 : 1. Элюат отбрасывают. Нельзя допускать высыхания поверхности картриджа!

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 2 мл/мин.

2.3.9.1. Проверка хроматографического поведения Азоксистробина и его геометрического изомера на концентрирующем патроне Диапак-С.

Из стандартного раствора, содержащего по 1 мкг/мл Азоксистробина и его геометрического изомера в ацетонитриле, отбирают 1 мл, помещают в круглодонную колбу объемом 100 мл и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл этилацетата, помещают на 30 с в ультразвуковую ванну и тщательно обмывают стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 9 мл гексана, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на картридж. Пропускают раствор через картридж под вакуумом. Элюат упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила и хроматографируют для проверки возможного смыва анализируемого вещества.

Азоксистробин и его геометрический изомер элюируют с картриджа 15 мл смеси гексан–этилацетат в соотношении 1 : 3 порциями по 5 мл, элюат после внесения каждой порции упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила, помещают на 30 с в ультразвуковую ванну, тщательно обмывают стенки концентратора и хроматографируют. Определяют фракции, содержащие Азоксистробин и его геометрический изомер, и объединяют их. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюата.

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 плодов огурца и томатов, а также ягод винограда анализируют в день отбора или замо-

раживают и хранят в морозильной камере при –18 °С до дня анализа. Для длительного хранения пробы почвы подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Отобранные пробы зерна и соломы подсушивают до стандартной влажности и хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре при комнатной температуре. Перед анализом зерно и солому измельчают на лабораторной мельнице.

2.5. Описание определения

2.5.1. Вода

Пробу воды объемом 100 мл помещают в делительную воронку емкостью 250 мл, добавляют 5 г хлорида натрия, интенсивно перемешивают до полного растворения соли. Азоксистробин и R-230310 трижды экстрагируют хлористым метиленом порциями по 30 мл, встряхивая каждый раз воронку в течение 1—2 мин. После разделения фаз в воронке нижний слой сливают в концентратор, пропуская его через безводный сульфат натрия. Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 5 мл смеси ацетонитрил–вода (25 : 75) в ультразвуковой ванне, после чего 20 мкл раствора вводят в хроматограф.

2.5.2. Почва

2.5.2.1. **Экстракция.** Образец почвы массой 20 г помещают в коническую колбу объемом 250 мл, добавляют 10 мл дистиллированной воды и дают выстояться 10 мин. Затем в колбу прибавляют 50 мл смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 и встряхивают колбу на механическом встряхивателе в течение 30 мин. Экстракт переносят в центрифужный стакан и центрифугируют при 2 500 об./мин 5 мин. Супернатант фильтруют в делительную воронку объемом 250 мл через фильтр «красная лента». Азоксистробин и метаболит Азоксистробина R-230310 экстрагируют еще раз, используя 50 мл смеси ацетонитрил–вода (9 : 1), встряхивая в течение 0,5 ч. Экстракты объединяют.

2.5.2.2. **Предварительная очистка.** К полученному экстракту в делительной воронке добавляют 5 г хлорида натрия, интенсивно встряхивают и оставляют на 10 мин. По истечению этого времени и после разделении слоев в делительной воронке, нижний водный слой с остатком нерастворившегося хлорида натрия отбрасывают. Верхний ацетонитрильный слой собирают в концентратор, пропуская его через 10 г безводного сульфата натрия, увлажненного 5 мл этилового эфира ук-

сусной кислоты. Затем осушитель обмывают 10 мл ацетонитрила, полученный экстракт упаривают при температуре не выше 30 °С досуха.

2.5.2.3. **Очистка экстракта на колонке.** Сухой остаток растворяют в 2 мл смеси этилацетат–гексан в соотношении 2 : 8 и вносят на колонку с Флорисилом. Затем ополаскивают концентратор 5 мл смеси этилацетат–гексан (2 : 8) и также вносят на колонку. После этого колонку промывают 15 мл смеси этилацетат–гексан (2 : 8) и элюат отбрасывают. Азоксистробин и R-230310 элюируют с колонки 20 мл смеси этилацетата с гексаном в соотношении 7 : 3. Элюат собирают в концентратор и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 2 мл смеси ацетонитрил–вода (25 : 75), помещают на 30 с в ультразвуковую ванну и 20 мкл раствора вводят в хроматограф.

2.5.3. Плоды огурцов и томатов

Навеску 20 г измельченных плодов огурцов и томатов помещают в плоскодонную стеклянную колбу на 250 мл, добавляют 50 мл ацетонитрила и встряхивают смесь в течение 0,5 ч. Затем пробу центрифугируют и экстракт (супернатант) фильтруют в делительную воронку. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя по 50 мл ацетонитрила. Экстракты объединяют в делительной воронке. Далее поступают, как описано в п.п. 2.5.2.2 и 2.5.2.3 «Очистка экстракта на колонке».

2.5.4. Ягоды винограда

Навеску 20 г измельченных ягод винограда помещают в плоскодонную стеклянную колбу на 250 мл, добавляют 50 мл смеси ацетонитрил–вода в соотношении 7 : 3 и встряхивают смесь в течение 0,5 ч. Экстракт фильтруют в делительную воронку 250 мл. Экстракцию повторяют еще дважды, используя по 50 мл смеси ацетонитрил–вода в соотношении 7 : 3 и встряхивая смесь каждый раз по 30 мин. Экстракты объединяют. К объединенному экстракту в делительной воронке добавляют 5 г хлорида натрия, интенсивно встряхивают и оставляют до полного разделения слоев. Нижний водный слой отбрасывают. К оставшемуся в делительной воронке экстракту прибавляют 20 мл гексана, интенсивно встряхивают и оставляют смесь до полного разделения слоев. Затем нижний ацетонитрильный слой собирают в концентратор через слой безводного сульфата натрия, осушитель обмывают 10 мл ацетонитрила. Полученный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 5 мл этилацетата, прибавляют в концентратор 50 мл гексана и помещают смесь с сухую делительную воронку. Азоксистробин и изомер R-230310 извлекают ацетонитрилом, используя 20, 20 и 10 мл растворителя и встряхивая делительную воронку по 2 мин. Нижний ацетонитрильный слой объединяют в концентраторе и упаривают досуха при температуре не выше 30 °С. Затем сухой остаток растворяют в 2 мл смеси этилацетат–гексан в соотношении 2 : 8 и проводят очистку на колонке с Флорисилом, как указано в пункте 2.5.2.3 «Очистка экстракта на колонке». После очистки на колонке, упаривания и растворения сухого остатка, 20 мкл экстракта вводят в хроматограф.

2.5.5. Зерно колосовых культур

2.5.5.1. **Экстракция и предварительная очистка.** Образец размолотого зерна массой 20 г помещают в коническую колбу объемом 250 мл и прибавляют 10—20 мл ацетонитрила и выдерживают 15 мин. После выдерживания прибавляют 75 мл смеси ацетонитрил–вода в соотношении 9 : 1 и экстрагируют 5 мин на ультразвуковой ванне и дополнительно 10 мин на механическом встряхивателе. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 50 мл смеси ацетонитрил–вода в соотношении 9 : 1 и экстрагируя 5 мин на ультразвуковой ванне и дополнительно 10 мин на механическом встряхивателе. Экстракты центрифугируют при 4 000 об./мин, фильтруют в плоскодонную колбу объемом 250 мл с 5 г поваренной соли через фильтр «красная лента». Объединенный экстракт тщательно перемешивают и оставляют на 10 мин при комнатной температуре. Затем переносят содержимое колбы в делительную воронку объемом 250 мл (не растворившуюся соль оставляют в колбе) и отбрасывают выделившийся водный слой (нижний).

К объединенному экстракту в делительной воронке добавляют 50 мл гексана и интенсивно встряхивают 2 мин. После полного разделения фаз отбрасывают верхний гексановый слой. Нижний ацетонитрильный слой собирают в химический стакан объемом 200 мл и возвращают в делительную воронку. Ацетонитрильный экстракт промывают еще раз 50 мл гексана. Гексан (верхний слой) отбрасывают, а ацетонитрильную фракцию фильтруют в концентратор объемом 250 мл через слой безводного сульфата натрия. Осушитель дополнительно обмывают 10 мл ацетонитрила, который переносят в концентратор. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

К сухому остатку в концентраторе добавляют 50 мл хлористого метилена последовательно порциями по 20, 20 и 10 мл, тщательно обмывают стенки концентратора и переносят экстракт в делительную воронку объемом 250 мл. Туда же добавляют 100 мл 5 %-ного раствора гидрокарбоната натрия и интенсивно встряхивают делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз нижний органический слой (хлористый метилен) собирают в химический стакан объемом 100 мл. К верхнему водному слою с образовавшейся эмульсией добавляют 30 мл хлористого метилена, перемешивают и выдерживают 5 мин при комнатной температуре. Нижний выделившийся слой хлористого метилена объединяют с основным экстрактом в химическом стакане и помещают объединенный экстракт в чистую делительную воронку. Верхний водный слой отбрасывают.

К объединенному экстракту в делительной воронке добавляют 50 мл 0,1 М раствора соляной кислоты и осторожно встряхивают делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз верхний водный слой отбрасывают. Нижний органический слой (хлористый метилен) фильтруют в концентратор объемом 250 мл через слой безводного сульфата натрия. В случае образования эмульсии к верхнему водному слою добавляют 30 мл хлористого метилена и встряхивают делительную воронку 1 мин, после полного разделения фаз нижний органический слой объединяют с экстрактом в концентраторе. Осушитель обмывают 10 мл хлористого метилена и объединяют с экстрактом. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

2.5.5.2. **Очистка экстракта на концентрирующем патроне Диапак С8.** Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила, помещают на 30 с в ультразвуковую ванну, и тщательно обмывают стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 9 мл воды, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на картридж. Элюат отбрасывают. Концентратор тщательно обмывают 10 мл смеси ацетонитрил–вода в соотношении 1 : 5 и смесь также вносят на картридж. Элюат отбрасывают.

В концентратор добавляют 10 мл смеси ацетонитрил–вода в соотношении 1 : 1, тщательно обмывают стенки концентратора и вносят раствор на картридж. Элюат, содержащий Азоксистробин и его геометрический изомер, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

2.5.5.3. **Очистка экстракта на концентрирующем патроне Диапак-Амин.** Сухой остаток растворяют в 1 мл этилацетата, помещают на

30 с в ультразвуковую ванну и тщательно обмывают стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 9 мл гексана, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на картридж. Элюат отбрасывают. Азоксистробин и его геометрический изомер элюируют с картриджа 10 мл смеси гексан–этилацетат в соотношении 1 : 3. Элюат упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 2 мл ацетонитрила и аликвоту 20 мкл вводят в хроматограф.

Примечание. Хроматографическое поведение Азоксистробина и его геометрического изомера на концентрирующих патронах обязательно проверяют при отработке методики и каждый раз при использовании новой партии патронов.

2.5.6. Солома зерновых колосовых культур

2.5.6.1. **Экстракция и предварительная очистка.** Образец соломы массой 5 г помещают в коническую колбу объемом 250 мл, прибавляют 20 мл ацетонитрила и выдерживают в течение 15 мин при комнатной температуре. Затем прибавляют 75 мл смеси ацетонитрил–вода в соотношении 9 : 1 и экстрагируют 5 мин на ультразвуковой ванне и дополнительно 10 мин на механическом встряхивателе. Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 75 мл смеси ацетонитрил–вода в соотношении 9 : 1 и экстрагируют 5 мин на ультразвуковой ванне и дополнительно 10 мин на механическом встряхивателе. Экстракт фильтруют в плоскодонную колбу объемом 250 мл с 5 г поваренной соли через фильтр «красная лента». Объединенный экстракт тщательно перемешивают и оставляют на 10 мин при комнатной температуре. Затем переносят содержимое колбы в делительную воронку объемом 250 мл (не растворившуюся соль оставляют в колбе) и отбрасывают выделившийся нижний водный слой.

К объединенному экстракту в делительной воронке добавляют 50 мл гексана и интенсивно встряхивают 2 мин. После полного разделения фаз нижний ацетонитрильный слой собирают в химический стакан объемом 500 мл и возвращают в делительную воронку, гексан отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт промывают еще раз 50 мл гексана, гексан отбрасывают. Ацетонитрильный экстракт фильтруют в концентратор через слой безводного сульфата натрия, осушитель обмывают 10 мл ацетонитрила и объединяют с экстрактом. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

К сухому остатку в концентраторе добавляют 50 мл хлористого метилена порциями по 20, 20 и 10 мл, тщательно обмывают стенки кон-

центратора и переносят экстракт в делительную воронку объемом 250 мл. Туда же добавляют 100 мл 5 %-ного раствора гидрокарбоната натрия и интенсивно встряхивают делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз нижний органический слой (хлористый метилен) собирают в химический стакан объемом 100 мл. К верхнему водному слою с образовавшейся эмульсией добавляют 30 мл хлористого метилена, перемешивают и выдерживают 5 мин при комнатной температуре. Нижний выделившийся слой хлористого метилена объединяют с основным экстрактом в химическом стакане и помещают объединенный экстракт в чистую делительную воронку. Верхний водный слой отбрасывают.

К объединенному экстракту в делительной воронке добавляют 50 мл 0,1 М раствора соляной кислоты и осторожно встряхивают делительную воронку 2 мин. После полного разделения фаз верхний водный слой отбрасывают. Нижний органический слой (хлористый метилен) фильтруют в концентратор объемом 250 мл через слой безводного сульфата натрия. В случае образования эмульсии к верхнему водному слою добавляют 30 мл хлористого метилена и встряхивают делительную воронку 1 мин, после полного разделения фаз нижний органический слой объединяют с экстрактом в концентраторе. Осушитель обмывают 10 мл хлористого метилена и объединяют с экстрактом. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С и далее очищают на концентрирующем патроне Диапак С.

2.5.6.2. **Очистка экстракта на концентрирующем патроне Диапак С.** Сухой остаток растворяют в 1 мл этилацетата, помещают на 30 с в ультразвуковую ванну и тщательно обмывают стенки концентратора. Затем в концентратор добавляют 9 мл гексана, смесь тщательно перемешивают и полученный раствор вносят на картридж. Элюат отбрасывают. Азоксистробин и его геометрический изомер элюируют с картриджа 10 мл смеси гексан–этилацетат в соотношении 1 : 3, элюат упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

2.5.6.3. **Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак С8 и Диапак-Амин.** Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила, (помещают на 20 с в ультразвуковую ванну), тщательно обмывая стенки концентратора, добавляют 9 мл очищенной воды и очищают на концентрирующем патроне Диапак С8, как указано в п. 2.5.5.2. После очистки элюат упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл этилацетата, тщательно обмывая стенки концентратора (помещают на

20 с в ультразвуковую ванну), добавляют 9 мл гексана и очищают на концентрирующем патроне Диапак-Амин, как указано в п. 2.5.5.3.

Элюат после очистки упаривают досуха, растворяют в 2,5 мл ацетонитрила и аликвоту 20 мкл вводят в хроматограф.

Примечание. При хроматографическом исследовании образцов соломы в случае обнаружения в образцах балластного пика, близкого по времени удерживания к пикам анализируемых веществ, можно проводить анализ при длине волны 220 нм. В этих условиях величины поглощения Азоксистробина и его геометрического изомера увеличиваются по сравнению с поглощением на длине волны 255 нм, а поглощение балластных пиков уменьшается.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов анализа

2.6.1. Условия хроматографирования

Хроматограф «Waters» или другой с аналогичными характеристиками с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны.

Колонка стальная Kromasil 100-5C8 25 × 2,1.

Температура колонки 35 °С.

Подвижная фаза ацетонитрил–вода (40 : 60) по объему.

Подвижная фаза для растворения образцов ацетонитрил–вода (25 : 75) по объему.

Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Рабочая длина волны 255 нм.

Чувствительность 0,0025 ед. оптической плотности на шкалу.

Объем вводимой пробы 20 мкл.

Время удерживания Азоксистробина – 8,65—9,17 мин; геометрического изомера R-230310 – 6,25—6,53 мин.

Линейный диапазон детектирования 2—20 нг.

Альтернативные условия

Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм.

Zorbax SB C-18, зернение 5 мкм.

Температура колонки 25 °С.

Подвижная фаза ацетонитрил–вода (50 : 50) по объему.

Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Рабочая длина волны 255 нм (220 нм).

Чувствительность 0,0025 ед. оптической плотности на шкалу.

Объем вводимой пробы 20 мкл.

Время удерживания Азоксистробина – 11,82—12,55 мин; геометрического изомера R-230310 – 8,97—9,52 мин.

Линейный диапазон детектирования 2—20 нг.

2.6.2. Обработка результатов анализа

Содержание Азоксистробина или R-230310 в пробе **рассчитывают по формуле:**

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

X – содержание Азоксистробина или R-230310 в пробе, мг/кг **или** мг/л;

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

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

A – концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m – масса анализируемого образца, г (мл);

P – содержание Азоксистробина или R-230310 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. 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

Калинин В. А., профессор, к. с-х. н., Довгилевич Е. В., к. б. н., Устименко Н. В., к. б. н., Довгилевич А. В., к. х. н.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. 127550, Москва, Тимирязевская ул., д. 53/1, УНКЦ «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов». Телефон/факс: 976-43-26.

gost.e-ecolog.ru