

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  
лямбда-Цигалотрина в воде, зерне, соломе  
и зеленой массе зерновых колосовых культур, зерне  
и зеленой массе кукурузы, капусте, зерне гороха,  
корнеплодах и ботве сахарной и кормовой свеклы,  
в семенах и масле рапса, сои и горчицы методом  
газожидкостной хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.1430—03**

---

**1. Вводная часть**

Фирма производитель: Сингента Кроп Протекшен АГ.

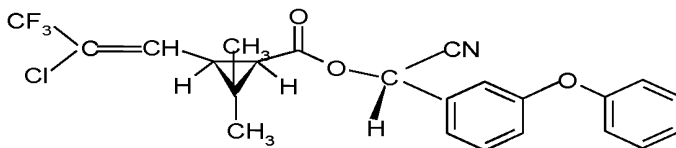
Торговое название: Карате.

Название действующего вещества по ИСО: лямбда-Цигалотрин.

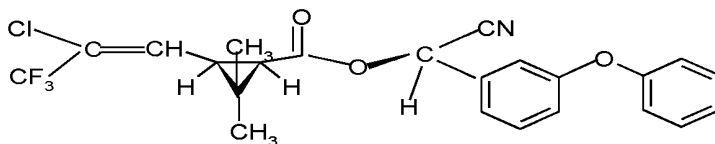
Название действующего вещества по ИЮПАК: (S,R)- $\alpha$ -циано-3-  
феноксibenзил (1R,1S)-дис3-(2-хлор-3,3,3-трифторпропенил)-2,2-  
диметилциклопропанкарбоксилат (1 : 1).

Структурная формула:

(S) (Z)-(1R)-cis-



(R) (Z)-(1S)-cis



Эмпирическая формула:  $_{23}\text{H}_{19}\text{ClF}_3\text{NO}_3$

М. м. 449,9

Физическое состояние химического материала – бесцветная паста.

Давление насыщенного пара  $2 \cdot 10^{-4}$  мПа. Температура плавления 49,2 °С; при температуре 20 °С. Плотность при 25 °С 1,33 г/мл.

Коэффициент перераспределения октанол/вода:  $K_{ow} \log P=7$  (20 °С).

Растворимость: в воде – 0,005 (рН 6,5), 0,004 (рН 5,0) мг/л; в ацетоне, гексане, метаноле, толуоле, этилацетате – 500 г/л.

Устойчив на свету. Стабилен при хранении в течение 6 месяцев при температуре 15—25 °С.

Период полураспада в почве –  $DT_{50} = 4—12$  недель.

*Краткая токсикологическая характеристика:* лямбда-Цигалотрин относится к веществам, опасным по острой пероральной ( $LD_{50}$  крысы – 56—79 мг/кг), малоопасным по дермальной ( $LD_{50}$  крысы – 1 293—1 507 мг/кг, кролики – более 2 000 мг/кг) и опасным по ингаляционной токсичности ( $LD_{50}$  крысы – 4 ч – более 0,06 мг/л). Отрицательные побочные эффекты не обнаружены.

В России установлены следующие гигиенические нормативы.

ДСД для человека	– 0,002 мг/кг/сут.
ПДК в воде водоема	– 0,001 мг/дм <sup>3</sup> .
ОДК в почве	– 0,05 мг/кг.
МДУ (мг/кг):	
зерно хлебных злаков	– 0,01;
картофель, кукуруза, капуста, томаты, горох	– 0,01;
яблоня, вишня	– 0,03;
рапс, соя, горчица (семена, масло)	– 0,1;
свекла сахарная	– 0,02;
персики	– 0,2;
хмель сухой	– 1,0.

Область применения препарата: лямбда-Цигалотрин – инсектицид контактного и кишечного действия из группы синтетических пиретроидов, обладающий слабым репеллентным эффектом. Он эффективно подавляет развитие вредителей из отрядов жесткокрылых, перепончатокрылых, прямокрылых, двукрылых и чешуекрылых (имаго и личинки), а также отдельных видов клещей в посевах зерновых и овощных культур, кукурузы, хлопчатника, на плантациях картофеля, технических, ягодных и плодовых культур при норме расхода 5—20 г д.в./га. Зарегистрирован в России и странах СНГ под торговым названием Каратэ, 5 %, к. э. для применения на зерновых и зернобобовых культурах, кукурузе, сое, сахарной свекле, картофеле, капусте, томатах, хмеле, льне-долгунце, многолетних бобовых травах, крестоцветных культурах, на плантациях винограда, плодовых, ягодных, лекарственных и декоративных культур с нормой расхода препарата от 0,1—0,8 л/га (до двух обработок за сезон).

## 2. Методика определения остаточных количеств лямбда-Цигалотрина в воде, зерне, соломе и зеленой массе зерновых колосовых культур, зерне и зеленой массе кукурузы, капусте, зерне гороха, корнеплодах и ботве сахарной и кормовой свеклы, в семенах и масле рапса, сои и горчицы методом газожидкостной хроматографии

### 2.1. Основные положения

#### 2.1.1. Принцип метода

Метод основан на определении лямбда-Цигалотрина в воде и растительном материале с помощью газожидкостной (капиллярные и набивные колонки) с использованием детектора по захвату электронов

после экстракции из проб органическим растворителем, очистки экстракта путем перераспределения вещества между органической и водной фазами и на колонке с Флорисилом. Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

### 2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при интенсивных технологиях производства сельскохозяйственной продукции. Избирательность метода в значительной степени увеличивается при использовании капиллярной колонки с программированием температуры термостата колонок.

### 2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Метрологические характеристики метода приведены в таб. 1—2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

Метрологические параметры, $p = 0,95$ , $n = 20$					
анализируемый объект	предел обнаружения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S	доверительный интервал среднего результата, % $\pm$
Вода	0,0005	0,0005	95,1	3,430	95,1 $\pm$ 1,64
Зерно зерновых	0,005	0,005—0,1	92,3	3,305	92,3 $\pm$ 1,55
Солома зерновых	0,01	0,01—0,1	85,3	3,673	85,3 $\pm$ 1,72
Зерно кукурузы	0,005	0,005—0,1	88,5	5,050	88,5 $\pm$ 2,36
Зеленая масса кукурузы, капуста	0,005	0,005—0,05	83,3	4,089	83,3 $\pm$ 1,91
Зерно гороха	0,005	0,005—0,1	79,8	5,020	79,8 $\pm$ 2,35
Корнеплоды сахарной и кормовой свеклы	0,005	0,005—0,1	91,9	4,626	91,9 $\pm$ 2,16
Ботва сахарной и кормовой свеклы	0,005	0,005—0,1	80,3	2,704	80,3 $\pm$ 1,27
Семена рапса, горчицы и сои	0,01	0,01—0,1	92,1	2,792	92,1 $\pm$ 1,31
Масло рапса, горчицы и сои	0,05	0,05—0,5	86,3	3,590	86,3 $\pm$ 1,68

Таблица 2

**Доверительный интервал и полнота определения лямбда-Цигалотрина  
в зерне, соломе и зеленой массе зерновых колосовых культур,  
зерне и зеленой массе кукурузы, капусте, зерне гороха, корнеплодах и ботве  
сахарной и кормовой свеклы, в семенах и масле рапса, сои и горчицы**

Среда	Добавлено лямбда- Цигалотрина, мг/кг	Обнаружено лямбда- Цигалотрина, мг/кг	Доверитель- ный интер- вал, $\pm$	Полнота определе- ния, %
1	2	3	4	5
Зерно зерновых	0,005	0,004	0,0002	87,6
	0,010	0,009	0,0002	93,4
	0,050	0,048	0,0004	95,3
	0,100	0,093	0,0010	92,8
Солома зерновых	0,010	0,008	0,0010	87,6
	0,020	0,017	0,0010	93,4
	0,050	0,045	0,0010	95,3
	0,100	0,084	0,0010	92,8
Зерно кукурузы	0,005	0,005	0,0003	92,0
	0,010	0,009	0,0010	89,2
	0,050	0,045	0,0030	89,0
	0,100	0,084	0,0040	83,8
Зеленая масса ку- курузы, капуста	0,005	0,004	0,0003	80,0
	0,010	0,010	0,0005	86,0
	0,025	0,020	0,0010	85,4
	0,050	0,040	0,0003	82,0
Зерно гороха	0,005	0,004	0,0002	86,4
	0,010	0,008	0,0003	77,4
	0,050	0,037	0,0010	74,8
	0,100	0,081	0,0030	80,6
Корнеплоды сахарной и кормовой свеклы	0,005	0,005	0,0004	90,0
	0,010	0,009	0,0010	90,2
	0,050	0,047	0,0020	94,7
	0,100	0,095	0,0010	94,8

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4	5
Ботва сахарной и кормовой свеклы	0,005	0,0040	0,0002	81,2
	0,010	0,0080	0,0002	77,4
	0,050	0,0400	0,0010	80,9
	0,100	0,0820	0,0020	81,8
Семена рапса, горчицы и сои	0,010	0,0089	0,0001	89,2
	0,025	0,0240	0,0009	94,6
	0,050	0,0470	0,0014	93,1
	0,100	0,0900	0,0010	90,4
Масло рапса, горчицы и сои	0,050	0,0420	0,0022	84,0
	0,100	0,0850	0,0047	84,7
	0,250	0,2200	0,0072	88,1
	0,500	0,4450	0,0167	89,1

## 2.2. Реактивы, материалы, приборы, оборудование

### 2.2.1. Реактивы и материалы

Аналитический стандарт лямбда-Цигалотрина  
с содержанием не менее 95 % д. в.

Азот особой чистоты

ГОСТ 9293—74

Ацетон

ТУ 6-09-3513—86

Гексан

ТУ 6-09-3375—78

Гелий очищенный марки «А»

ТУ-51-940—80

Натрий серно-кислый, безводный, хч

ГОСТ 4166—76

Натрия хлорид, хч

ГОСТ 4233—77

Натрия хлорид, насыщенный  
водный раствор

Ацетонитрил

ТУ 6-09-3534—87

Неподвижные фазы для газожидкостной  
хроматографии: OV-1, 3 % на Инертоне супер  
(0,125—0,160 мм)

Хлороформ, ч

ГОСТ 20015—74

### 2.2.2. Приборы и оборудование

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 $\pm 0,038$ г	ГОСТ 19491—74
Водоструйный насос	ГОСТ 10696—75
Воронки делительные 250, 500 мл	ГОСТ 25336—82Е
Воронки для фильтрования, стеклянные	ГОСТ 8613—75
Встряхиватель механический	ТУ 64-1-1081—73
Колбы конические плоскодонные на 100 и 250 мл	ГОСТ 10394—72
Колбы мерные на 25, 50 и 100 мл	ГОСТ 1770—74
Колонки стеклянные хроматографические, длиной 2 м с внутренним диаметром 3 мм (заполненные носителем)	
Концентраторы грушевидные (конические) 250 мл	ГОСТ 10394—72
Микрошприц для газового хроматографа на 1—10 мкл	
Пипетки мерные на 1; 2,0; 5,0; 10 мл	ГОСТ 20292—74
Ротационный испаритель МР-1М	ТУ 25-11-917—74
Фильтры бумажные «красная лента»	ТУ 6-09-2678—77
Хроматограф «Цвет» или другой марки, с набженный ДПР или ЭДЗ с приспособлениями для работы с набивными и/или капиллярным и колонками	
Центрифужные банки полипропиленовые с крышками объемом 250 мл, Nalgene, cat. № 3120—0250.	

### **2.3. Подготовка к определению**

#### **2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонки для газожидкостной хроматографии**

Готовую насадку (3 % OV-1 на Инертоне-супер) засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 280 °С в течение 8—10 ч.

Капиллярную колонку устанавливают в термостат хроматографа и кондиционируют не менее 3 ч при температуре на 20 °С ниже допусти-

мой, не подсоединяя к детектору. При установлении газовых потоков следует придерживаться инструкции, прилагаемой к колонке.

### *2.3.2. Приготовление стандартных растворов и построение градуировочного графика*

Взвешивают 50 мг лямбда-Цигалотрина в мерной колбе на 50 мл, растворяют навеску в ацетоне и доводят объем до метки ацетоном (стандартные растворы № 1, концентрация 1 мг/мл).

Стандартные растворы № 1 можно хранить в холодильнике в течение 6 месяцев. Методом последовательного разбавления готовят стандартные растворы в гексане с концентрациями 0,05; 0,025; 0,01 и 0,005 мкг/мл для построения калибровочного графика. Хроматографируют по 3 мкл каждого из полученных четырех растворов и строят график зависимости величины сигнала детектора от концентрации. Объем вводимой пробы при работе с капиллярными колонками — 1 мкл.

### *2.3.3. Подготовка колонки для очистки экстракта*

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм помещают примерно 4 г «Флорисила» с размером зерен 60—100 меш., и аккуратно постукивая по стенкам колонки, формируют слой адсорбента высотой 5 см. Сверху на «Флорисил» насыпают 1 г безводного сульфата натрия. Колонку промывают 15 мл ацетона и тщательно отжимают, затем промывают 10 мл гексана.

### *2.3.4. Проверка хроматографического поведения лямбда-Цигалотрина на колонке*

При отработке методики или поступлении новой партии «Флорисила» проводят изучение поведения лямбда-Цигалотрина на колонке.

В концентратор объемом 50 мл вносят 1 мл стандартного раствора лямбда-Цигалотрина в гексане с концентрацией 0,5 мкг/мл и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 25—30 °С. Сухой остаток растворяют в 5 мл гексана и полученную смесь наносят на подготовленную (пункт 2.3.3) колонку. Затем промывают колонку 20 мл гексана и 10 мл смеси гексан : ацетон в соотношении 10 : 1 и элюат отбрасывают. Лямбда-Цигалотрин элюируют с колонки последовательно тремя порциями объемом 5 мл каждая смеси гексан : ацетон в соотношении 4 : 1, каждую порцию собирают отдельно в концентраторы и упаривают досуха при температуре не выше 25—30 °С.



Сухой остаток каждой фракции растворяют в 1 мл гексана и 3 мкл пробы вводят в хроматограф.

Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и определяют необходимый 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 овощей и фруктов, зеленой массы кукурузы, гороха, капусты, а также корнеплодов и зеленой массы сахарной и кормовой свеклы хранятся в холодильнике при температуре не выше 5 °С не более 3 суток, а для длительного хранения замораживаются и хранятся при температуре –18 °С.

Отобранные пробы зерна подсушивают до стандартной влажности и хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре при комнатной температуре. Пробы соломы зерновых культур и почвы просушивают в затененном месте и хранят в сухом шкафу при комнатной температуре.

Перед анализом зерно и солому, предварительно нарезанную на части длиной 1—2 см, измельчают на лабораторной мельнице, почву измельчают и просеивают через сито с ячейками диаметром 0,1 мм. Зеленую массу измельчают ножницами или ножом.

#### **2.5. Описание определения**

##### **2.5.1. Вода**

Пробу воды (500 мл) помещают в делительную воронку и лямбда-Цигалотрин экстрагируют хлороформом трижды порциями по 50 мл. Фильтруют экстракт через слой безводного сульфата натрия в концентратор на 250 мл и упаривают досуха при температуре бани не выше 30 °С.

Остаток в концентраторе растворяют в 1 мл ацетона или гексана и хроматографируют 3 мкл (1 мкл для капиллярной колонки).

##### **2.5.2. Зерно и зеленая масса зерновых культур, кукурузы, капусты, гороха, а также корнеплоды и зеленая масса сахарной и кормовой свеклы**

###### **2.5.2.1. Экстракция и предварительная очистка.**

Навеску 10 г измельченного зерна, зеленой массы или корнеплодов помещают в коническую колбу емкостью 250 мл. Зерно смачивают 10 мл дистиллированной воды. Приливают в колбу 50 мл ацетонитрила и

лямбда-Цигалотрин экстрагируют, встряхивая смесь на механическом встряхивателе в течение 45 мин. Экстракт фильтруют через фильтр «красная лента» в концентратор на 250 мл методом декантации. Повторяют экстракцию еще дважды, используя по 30 мл ацетонитрила и встряхивая смесь каждый раз по 0,5 ч. Экстракты объединяют в концентрате и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 25—30 °С.

Сухой остаток в концентрате растворяют в 5 мл ацетонитрила, приливают в него 100 мл дистиллированной воды и хорошо перемешивают. Раствор переносят в делительную воронку на 250 мл и в ту же воронку добавляют 2 мл насыщенного раствора хлорида натрия и 30 мл гексана. Смесь в воронке интенсивно встряхивают в течение 1—2 мин. После разделения слоев нижний водный слой собирают в стакан, а верхний (гексановый) переносят в концентратор, пропуская через слой безводного сульфата натрия. Водную фракцию возвращают в делительную воронку и экстрагируют лямбда-Цигалотрин еще дважды, используя для этого каждый раз 30 мл гексана. Объединенные гексановые экстракты упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 25—30 °С.

#### 2.5.2.2. Очистка пробы на колонке с «Флорисилом».

Сухой остаток в концентрате растворяют в 5 мл гексана, обмывая стенки концентратора. Тщательно перемешивают содержимое концентратора и полученный раствор наносят на заранее подготовленную колонку (кондиционирование колонки описано в пункте 2.3.3). Колонку промывают 20 мл гексана и 10 мл смеси гексан : ацетон в соотношении 10 : 1, смывы отбрасывают. Далее лямбда-Цигалотрин элюируют с колонки 15 мл смеси гексан : ацетон в соотношении 4 : 1, элюат собирают в концентратор на 50 мл и упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 25—30 °С.

Сухой остаток растворяют в 10 мл гексана и 3 мкл (1 мкл для капиллярной колонки) вводят в хроматограф.

#### 2.5.3. Солома зерновых культур

Навеску 5 г измельченной соломы помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, добавляют 100 мл 70 %-ного раствора водного ацетона и встряхивают смесь на механическом встряхивателе в течение 60 мин. Экстракт фильтруют через фильтр «красная лента» в концентратор на 250 мл методом декантации. Повторяют экстракцию еще дважды, используя по 50 мл 70 %-ного раствора водного ацетона и встряхивая

смесь каждый раз по 0,5 ч. Объединённые экстракты упаривают до воды на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 25—30 °С. Осторожно! Кипит! Возможны выбросы жидкости!

Водный остаток переносят в делительную воронку на 250 мл, добавляют в воронку 100 мл дистиллированной воды, 2 мл насыщенного раствора хлорида натрия и 30 мл гексана, интенсивно встряхивают смесь в течение 1—2 мин. После разделения слоёв нижний (водный) слой собирают в стакан, а верхний (гексановый) собирают в концентратор, пропуская через слой безводного сульфата натрия. Водную фракцию возвращают в делительную воронку и экстрагируют лямбда-Цигалотрин ещё дважды, используя для этого каждый раз 30 мл гексана. Объединённые гексановые экстракты упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 25—30 °С. Далее проводят очистку пробы от коэкстрактивных веществ на колонке с «Флорисилом», как указано в пункте 2.5.2.2.

Сухой остаток растворяют в 10 мл гексана и 3 мкл (1 мкл для капиллярной колонки) вводят в хроматограф.

#### *2.5.4. Семена рапса, горчицы и сои*

Навеску 10 г измельченных семян помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, смачивают 10 мл дистиллированной воды, добавляют 100 мл ацетонитрила и встряхивают смесь на механическом встряхивателе в течение 45 мин. Экстракт через фильтр «красная лента» в концентратор на 250 мл методом декантации. Повторяют экстракцию ещё дважды, используя по 50 мл ацетонитрила и встряхивая смесь каждый раз по 0,5 ч. Объединённые экстракты упаривают до капель масла на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 25—30 °С.

К остатку масла в концентраторе добавляют 5 мл ацетонитрила и 100 мл дистиллированной воды и переносят в делительную воронку на 250 мл. В ту же делительную воронку добавляют 2 мл насыщенного раствора хлорида натрия и 30 мл гексана, интенсивно встряхивают смесь в течение 1—2 мин. После разделения слоев нижний (водный) слой собирают в стакан, а верхний (гексановый) собирают в концентратор, пропуская через слой безводного сульфата натрия. Водную фракцию возвращают в делительную воронку и экстрагируют лямбда-Цигалотрин ещё дважды, используя для этого каждый раз 30 мл гексана. Объединённые гексановые экстракты упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 25—30 °С.

Далее проводят очистку пробы от коэкстрактивных веществ на колонке с «Флорисилом», как указано в пункте 2.5.2.2.

Сухой остаток растворяют в 10 мл гексана и 3 мкл (1 мкл для капиллярной колонки) вводят в хроматограф.

#### *2.5.5. Масло рапса, горчицы и сои*

Навеску 5 г масла растворяют в 50 мл ацетонитрила, нагретом до 30 °С, и переносят в делительную воронку. Добавляют в делительную воронку 50 мл гексана и встряхивают смесь в течение 2 мин. После полного разделения слоев нижний (ацетонитрильный) слой собирают в концентратор. Лямбда-Цигалотрин экстрагируют из гексана еще два раза, используя для этого каждый раз 50 мл ацетонитрила. Из объединенного экстракта берут аликвоту 30 мл ( $1/5$  часть) и упаривают до капли масла в концентраторе на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не выше 25—30 °С.

Далее проводят очистку масла от коэкстрактивных веществ на колонке с «Флорисилом», как указано в пункте 2.5.2.2.

Сухой остаток растворяют в 10 мл гексана и 3 мкл (1 мкл для капиллярной колонки) вводят в хроматограф.

### **2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов**

#### *2.6.1. Условия хроматографирования*

Хроматограф «Цвет-600» с детектором постоянной скорости рекомбинации ионов с пределом детектирования по Линдану не выше  $4 \cdot 10^{-14}$  г/см<sup>3</sup>.

Рабочая шкала электрометра  $64 \cdot 10^{10}$ . Скорость движения ленты самописца 5 мм/мин.

Колонка стеклянная, спиральная, длина 2 м, внутренний диаметр 3 мм. Носитель Инертон супер, неподвижная фаза 3 % OV-1, размер частиц 0,125—0,160 мм.

Температура испарителя – 290 °С, термостата колонки – 275 °С, детектора – 340 °С.

Газовый режим: азот – 40 мл/мин.

Абсолютное время удерживания лямбда-Цигалотрина – 1 мин 36 с.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,015—0,300 нг.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией лямбда-Цигалотрина 0,1 мкг/мл соответственно, разбавляют.

#### 2.6.1.1. Альтернативные условия хроматографирования.

Хроматограф газовый HP 6890 Series GC System, ECD, с детектором по захвату электронов, ЭЗД, в модификации с электронным управлением пневматической системы (ЭУПС).

Капиллярная кварцевая колонка HP-1 Methyl Siloxane, длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,25 мкм.

Температура детектора – 300 °С, поток обдува анода (азот) – 6,0 мл/мин, суммарный поток – 60,0 мл/мин.

Температура инжектора – 270 °С, режим Split, тип газа гелий, давление 25,0 psi, деление потока 20 : 1, split поток 25,0 мл/мин.

Программированный нагрев колонки с 240 °С (выдержка 1 мин) по 2°/мин до 270 °С (выдержка 4 мин), средняя скорость 37 см/с.

Объем вводимой пробы – 1 мкл.

Абсолютное время удерживания лямбда-Цигалотрина – 9 мин 75 с.

Линейность детектирования сохраняется в пределах – 0,005—0,05 нг.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией лямбда-Цигалотрина 0,05 мкг/мл соответственно, разбавляют.

#### 2.6.2. Обработка результатов анализов

Содержание лямбда-Цигалотрина рассчитывают по формуле:

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

$X$  – содержание лямбда-Цигалотрина в пробе, мг/кг;

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

$S_{np}$  – высота (площадь) пика образца, мВ;

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

$V$  – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования,

мл;

$m$  – масса анализируемого образца, г;

$P$  – содержание лямбда-Цигалотрина в аналитическом стандарте,

%.

2.6.2.1. Альтернативная обработка результатов.

Для обработки результатов хроматографического анализа используется программное обеспечение химического анализа HP GC ChemStation Rev. A.06.03RUS.

### **3. Требования техники безопасности**

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

### **4. Разработчики**

Калинин В. А., профессор, канд. с-х. наук, Калинина Т. С., канд. с-х. наук, Рыбакова О. И.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева.

Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов». 127550, Москва, Тимирязевская ул., д. 53/1. Телефон: (095) 976-37-68, факс: (095) 976- 43-26.