

Государственное
санитарно-эпидемиологическ
нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ, СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Сборник методических указаний

МУК 4.1.1025—1026—01

МУК 4.1.1130—1152—02

МУК 4.1.1154—1165—02

Выпуск 1

МОСКВА
2004

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

Сборник методических указаний

**МУК 4.1.1025—1026—01;
МУК 4.1.1130—02—4.1.1152—02;
МУК 4.1.1154—02—4.1.1165—02**

Выпуск 1

ББК 51.23

О60

О60 Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2004.—352 с.

ISBN 5—7508—0491—7

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (чл.-корр. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. Довгилевич А. В.); Всероссийским НИИ фитопатологии (А. М. Макеев и др.); Всероссийским НИИ защиты растений (В. И. Долженко и др.); Санкт-Петербургским НИИ лесного хозяйства (Маслаков С. Е., Л. В. Григорьева и др.), при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов).

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Минздраве России.

3. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 5—7508—0491—7

© Минздрав России, 2004

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

Содержание

| | |
|---|-----|
| Измерение концентраций Ципродинила в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1025—01 | 5 |
| Определение остаточных количеств Ципродинила в воде, почве, яблоках, грушах и косточковых методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1026—01 | 13 |
| Определение остаточных количеств Ацетамиприда в воде, почве, огурцах, томатах, клубнях и ботве картофеля, зерне и соломе пшеницы и в кормовом разнотравье методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1130—02 | 22 |
| Измерение концентрации Ацетамиприда в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1131—02 | 36 |
| Определение остаточных количеств 2,4-Д в воде, зерне, соломе зерновых культур и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1132—02 | 42 |
| Определение остаточных количеств этилгексилового эфира 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1133—02 | 52 |
| Измерение концентраций этилгексилового эфира 2,4-Д в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1134—02 | 57 |
| Определение остаточных количеств карфентразон-этила в воде и его метаболита карфентразона в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1135—02 | 64 |
| Измерение концентраций карфентразон-этила методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1136—02 | 76 |
| Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила по его основному метаболиту квизалофоп-свободной кислоте в воде, почве, в семенах и масле льна, сои, подсолнечника и в соломе льна методом газожидкостной хроматографии МУК 4.1.1137—02 | 82 |
| Определение остаточных количеств Квизалофоп-П-тефурила и его метаболитов в клубнях картофеля, ботве и корнеплодах сахарной и столовой свеклы, моркови и луке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1138—02 | 100 |
| Измерение концентраций Квизалофоп-П-тефурила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1139—02 | 111 |
| Определение остаточных количеств Люфенулона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02 | 118 |
| Измерение концентраций Люфенулона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1141—02 | 128 |
| Определение остаточных количеств Тиаметоксама и его метаболита (ЦГА 322704) в воде, почве, картофеле, зерне и соломе зерновых колосовых культур, яблоках, огурцах, томатах, перце, баклажанах, горохе и сахарной свекле методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1142—02 | 134 |
| Измерение концентраций Тиаметоксама методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе: МУК 4.1.1143—02 | 148 |
| Определение остаточных количеств Трифлусульфурон-метила в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1144—02 | 155 |
| Измерение концентраций Трифлусульфурон-метила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1145—02 | 166 |

| | |
|--|-----|
| Определение остаточных количеств Фамоксадона в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе, соломе и зерне зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1146—02..... | 174 |
| Измерение концентраций Фамоксадона (ДРХ-ЖЕ 874) в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии МУК 4.1.1147—02..... | 186 |
| Определение остаточных количеств Флудиоксонила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне и соломе хлебных злаков, зерне кукурузы, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1148—02..... | 194 |
| Определение остаточных количеств Цимоксанила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, ягодах винограда, плодах огурца хроматографическими методами: МУК 4.1.1149—02..... | 212 |
| Измерение концентраций Цимоксанила методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1150—02..... | 225 |
| Определение остаточных количеств Циперметрина в шампиньонах методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1151—02..... | 232 |
| Измерение концентраций Этиоксилата изодесилового спирта (ТРЕНДА 90) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.1152—02..... | 238 |
| Газохроматографическое измерение массовой концентрации Ацетохлора в атмосферном воздухе: МУК 4.1.1154—02..... | 244 |
| Измерение концентраций Ацифлуорфена в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами: МУК 4.1.1155—02..... | 254 |
| Измерение концентраций бенсульфурон-метила в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе населенных мест методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1156—02..... | 267 |
| Измерение концентрации бета-цифлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1157—02..... | 275 |
| Измерение концентрации Бромоксинил октаноата в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1158—02..... | 282 |
| Измерение концентраций Бромуконазола в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1159—02..... | 289 |
| Измерение концентраций Диметипина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1160—02..... | 296 |
| Измерение массовой концентрации Карбендазима в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1161—02..... | 303 |
| Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1162—02..... | 316 |
| Измерение концентраций Метосулама в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1163—02..... | 326 |
| Измерение концентраций Прохлораза в воздухе рабочей зоны методами газожидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1164—02..... | 334 |
| Измерение массовой концентрации тетраконазола методом газожидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1165—02..... | 343 |

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здраво-
охранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

Дата введения: 1 января 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств Фамоксадона
в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе,
соломе и зерне зерновых колосовых культур методом
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

Методические указания

МУК 4.1.1146—02

1. Вводная часть

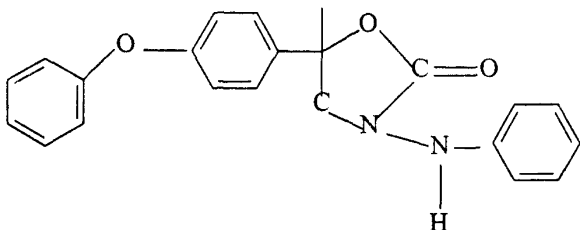
Фирма-производитель: Дюпон, США.

Торговое название: Танос.

Синонимы: JE-874.

Название действующего вещества по ИСО: Фамоксадон.

Название действующего вещества по IUPAC: 3-анилино-5-метил-5-(4-феноксифенил)-2,4-оксазолидиндион.



$C_{22}H_{18}N_2O_4$

М. м. 374,4

Химически чистый фамоксадон представляет собой светлый кремовый порошок.

Давление паров: $6,4 \times 10^{-7}$ Па ($4,8 \times 10^8$ мм Нq) при 20 °С.

Температура плавления: 140,3—141,8 °С.

Коэффициент распределения н-октанол-вода: 4,8 (рН 5); 4,65 (рН 7); 5,55 (рН 9).

Растворимость в воде зависит от кислотности среды и составляет 243×10^{-6} г/л при рН 5; 111×10^{-6} г/л при рН 7, при рН 9 вещество быстро гидролизруется. Растворимость в органических растворителях (г/л при 20 °С): ацетон – 274, ацетонитрил – 125, гексан – 0,0476, дихлорметан – 239, метанол – 10, толуол – 13,3, этилацетат – 124, н-октанол – 1,78.

Фамоксадон нестабилен в водных растворах. Гидролиз наблюдается в диапазоне рН 5—9, и время полураспада составляет 41 день, 2 дня и 93 минуты при рН 5,0; 7,0 и 9,0 соответственно. Период полураспада при фотолизе составляет 4,6 дней и 3,9 часов при рН 5 и 7,75 соответственно.

Краткая гигиеническая характеристика

Фамоксадон относится к малоопасным соединениям по острой (ЛД₅₀ для крыс – более 5 000 мг/кг) и дермальной токсичности (ЛД₅₀ для крыс – более 2 000 мг/кг) и умеренно опасным по ингаляционной (ЛК₅₀ (4 часа) 5 300 мг/м³) токсичности, не вызывает раздражения глаз и кожи.

В РФ установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД – 0,01 мг/кг массы человека;

ОДК в почве – 0,1 мг/кг;

ПДК в воде водоемов – 0,01 мг/дм³;

ВМДУ в картофеле – 0,05 мг/кг.

Область применения

Фамоксадон (JE-874) – фунгицид из группы оксазолидиндионов контактного действия с глубинным эффектом. Является ингибитором митохондриального дыхания, специфически связываясь с активным центром убихинол-цитохром С оксидоредуктазы. Используется в заводских смесях с цимоксанилом и флусилазолом в антирезистентных системах применения фунгицидов.

Высокоэффективен против возбудителей из класса оомицетов, в т. ч. против рас возбудителей, устойчивых к фениламидам. Зарегистрирован в России под названием Танос (DPX - КР 481), диспергируемые в воде гранулы, 50 % (25 % фамоксадона + 25 % цимоксанила) на картофеле с нормой расхода 0,6 кг/га, трехкратная обработка за сезон, проходил испытания на огурцах открытого и закрытого грунта.

2. Методика определения фамоксадона в воде, почве, клубнях картофеля, зеленой массе, соломе и зерне пшеницы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении фамоксадона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с использованием ультрафиолетового детектора после его экстракции из образцов органическим растворителем, концентрирования экстракта упариванием в вакууме и очистки на колонках с флоризилом. 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—2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

| 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 | 0,0002 | 0,0002—0,002 | 84,3 | 3,37 | 1,58 |
| Почва | 0,02 | 0,02—0,2 | 80,1 | 1,24 | 2,60 |
| Клубни картофеля | 0,02 | 0,02—0,2 | 82,3 | 6,420 | 3,00 |
| Пшеница (зеленая масса) | 0,05 | 0,05—0,5 | 83,0 | 2,46 | 1,15 |
| Пшеница (зерно) | 0,05 | 0,05—0,5 | 82,3 | 4,46 | 2,09 |
| Пшеница (солома) | 0,05 | 0,05—0,5 | 73,4 | 3,0 | 1,24 |

Таблица 2

Полнота определения фамоксодона в зеленой массе, соломе и зерне пшеницы (5 повторностей для каждой концентрации)

| Среда | Добавлено, мг/кг (мг/л) | Обнаружено, мг/кг (мг/л) | Доверительный интервал, \pm | Полнота опре- деления, % |
|--------------------------|----------------------------|-----------------------------|----------------------------------|-----------------------------|
| Вода | 0,0002 | 0,00164 | 0,0059 | 81,7 |
| | 0,0004 | 0,003392 | 0,0226 | 84,8 |
| | 0,001 | 0,008554 | 0,0309 | 85,5 |
| | 0,002 | 0,01699 | 0,0743 | 85,0 |
| среднее | | | | 84,3 |
| Почва | 0,02 | 0,0174 | 0,001 | 87,0 |
| | 0,04 | 0,0314 | 0,003 | 78,5 |
| | 0,1 | 0,0772 | 0,0020 | 77,2 |
| | 0,2 | 0,1556 | 0,0021 | 77,8 |
| | 0,1 | 0,0846 | 0,0103 | 84,6 |
| среднее | | | | 81,0 |
| клубни | 0,02 | 0,0166 | 0,0011 | 83,0 |
| картофеля | 0,04 | 0,0342 | 0,0043 | 85,5 |
| | 0,1 | 0,0762 | 0,0020 | 76,2 |
| | 0,2 | 0,1686 | 0,0121 | 84,8 |
| среднее | | | | 82,3 |
| Зеленая масса пшеницы | 0,05 | 0,04 | 0,001 | 84,4 |
| | 0,1 | 0,08 | 0,002 | 81,8 |
| | 0,2 | 0,16 | 0,002 | 80,3 |
| | 0,5 | 0,42 | 0,01 | 84,6 |
| среднее | | | | 83,0 |
| Зерно пшеницы | 0,05 | 0,04 | 0,003 | 74,0 |
| | 0,1 | 0,08 | 0,003 | 80,8 |
| | 0,2 | 0,17 | 0,005 | 86,1 |
| среднее | | | | 82,3 |
| Солома пше- ницы | 0,05 | 0,04 | 0,002 | 74,0 |
| | 0,1 | 0,07 | 0,002 | 73,2 |
| | 0,2 | 0,15 | 0,007 | 73,2 |
| | 0,4 | 0,29 | 0,008 | 71,8 |
| | 0,5 | 0,39 | 0,017 | 77,9 |
| среднее | | | | 73,4 |

2.1.3. Избирательность метода

В прилагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при выращивании пшеницы.

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы

Фамоксадон, аналитический стандарт с содержанием д. в. 99,6 %, фирма Дюпон

Ацетонитрил

ТУ 6-09-3534—87

Бумага индикаторная, универсальная

Вода бидистиллированная*, деионизированная н-Гексан, ч

ГОСТ 7602—72

ТУ 6-09-3375

Гелий, газообразный очищенный марки «А»

ТУ-51-940—80

Кислота ортофосфорная, хч

ГОСТ 6552—80

Калий марганцово-кислый, чда

ГОСТ 20490—75

Натрий серно-кислый, безводный, хч

ГОСТ 4166—76

Натрий хлористый, хч

Подвижная фаза для ВЭЖХ:

ацетонитрил – 650 мл + 3,1 мм
ортофосфорная кислота
(H_3PO_4) в воде – 350 мл

Флоризил 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 (этилацетат)

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 Zorbax SB C18, зернением 2 мкм

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

| | |
|---|-----------------|
| Ванна ультразвуковая | |
| Весы аналитические ВЛА-200 | ГОСТ 34104-80 Е |
| или аналогичные | |
| Весы лабораторные общего назначения, с | |
| наибольшим пределом взвешивания до 500 г | |
| и пределом допустимой погрешности $\pm 0,038$ г | ГОСТ 19491—74 |
| Воронки делительные на 250 и 500 мл | ГОСТ 25336—82Е |
| Воронки конические, стеклянные диаметром | |
| 30—33 мм | ГОСТ 25336—082Е |
| Встряхиватель механический | ТУ 64-673М |
| или аналогичный | |
| 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 | ТУ 25-11-917—74 |
| или аналогичный | |
| 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 Zorbax SB C18 устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при $t^{\circ} = 25^{\circ}\text{C}$ и скорости потока подвижной фазы 1 мл/мин в течение 3—4 часов.

2.3.2. Приготовление стандартных растворов

Взвешивают 50 мг фамоксадона в мерной колбе объемом 50 мл. Навеску растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом (стандартный раствор № 1, концентрация фамоксадона 1 мг/мл). Затем методом последовательного разведения ацетонитрилом готовят растворы, содержащие по 1,0; 0,5; 0,2; 0,1 мг/мл вещества, и используют эти растворы для построения калибровочного графика и фортификации образцов.

2.3.3. Приготовление растворов для жидкостной хроматографии

Для приготовления подвижной фазы используют свежеперегнанные ацетонитрил и дистиллированную воду.

В плоскодонную колбу объемом 1 л помещают 650 мл ацетонитрила и 350 мл 3,1 мМ H_3PO_4 в воде*. Смесь тщательно перемешивают, затем пропускают через нее газообразный гелий со скоростью 20 мл/мин в течение 5 минут, после чего помещают в ультразвуковую ванну для удаления растворенного гелия на 1 минуту. Полученный раствор используют в качестве подвижной фазы.

2.3.4. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика вводят в хроматограф последовательно по 5 раз по 20 мкл каждого из полученных четырех растворов, 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 фамоксадона мкг/мл.

2.3.5. Подготовка колонки для очистки экстракта

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм помещают 4 г флоризила, дезактивированного путем добавления 5 % очищенной воды. Сверху на флоризил насыпают 1 г безводного сульфата натрия. Перед использованием колонку промывают 10 мл смеси гексаноэтилацетат в соотношении 3 : 1, избыток растворителя с колонки удаляют путем продавливания воздуха. Затем колонку дополнительно промывают 10 мл гексана. Перед внесением образца колонку увлажняют 5 мл гексана.

Примечание. Для дезактивации вначале флоризил выдерживают в сушильном шкафу при температуре 120 °С в течение 4 часов, а затем при постоянном перемешивании в стеклянной колбе с притертой пробкой к 95 г флоризила (60—100 меш, Merck) добавляют постепенно 5 г очищенной воды.

2.3.6. Проверка хроматографического поведения фамоксадона на колонке

В круглодонную колбу объемом 50 мл вносят 1 мл стандартного раствора фамоксадона с концентрацией 1 мкг/мл и упаривают досуха при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл

* Для приготовления 3,1 мМ ортофосфорной кислоты прибавляют к 4 л воды 840 мкл концентрированной ортофосфорной кислоты.

этилацетата, затем добавляют в колбу 5 мл гексана и полученную смесь вносят на колонку. Затем промывают колонку 15 мл смеси гексан—этилацетат 10 : 1 и элюат отбрасывают. Фамоксадон элюируют с колонки последовательно 6-ю порциями объемом 5 мл смеси гексана с этилацетатом в соотношении 3 : 1, каждую порцию собирают отдельно в концентраторы и упаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток каждой фракции растворяют в 1 мл ацетонитрила и 20 мкл пробы вводят в хроматограф.

Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюата.

Примечание. Хроматографическое поведение фамоксадона на колонке обязательно проверяют при отработке методики и каждый раз при использовании новой партии флоризила.

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 зеленой массы пшеницы и клубней картофеля хранят в морозильной камере при температуре -18 °С. Для длительного хранения пробы почвы, соломы и зерна подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, зерно и солому размалывают на лабораторной мельнице.

2.5. Описание определения

2.5.1. Вода

2.5.1.1. Экстракция. Пробу воды объемом 500 мл помещают в делительную воронку емкостью 1 000 мл и трижды экстрагируют хлористым метиленом порциями по 50 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 досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

2.5.1.2. Очистка экстракта на колонке. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл этилацетата, обмывая стенки концентратора, затем в концентратор прибавляют 5 мл гексана, тщательно перемешивают и полученную

смесь вносят на колонку. Затем колонку промывают последовательно 15 мл смеси гексан—этилацетат в соотношении 10 : 1 и 10 мл смеси гексан—этилацетат в соотношении 3 : 1 и элюат отбрасывают. Фамоксадон элюируют с колонки 20 мл смеси гексан—этилацетат в соотношении 3 : 1, собирают в концентратор и упаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетонитрила и 20 мкл раствора вводят в хроматограф.

2.5.2. Почва

2.5.2.1. *Экстракция.* Образец почвы массой 10 г помещают в коническую колбу объемом 250 мл, добавляют 10 мл дистиллированной воды и дают выстояться в течение 10 минут. Затем в колбу прибавляют 30 мл смеси ацетонитрила с водой в соотношении 8 : 2 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». Фамоксадон экстрагируют еще 2 раза, используя по 30 мл смеси ацетонитрил—вода 8 : 2, встряхивая в течение 0,5 часа. Экстракты объединяют и переносят в делительную воронку объемом 250 мл.

2.5.2.2. *Предварительная очистка экстракта.* К полученному экстракту в делительной воронке добавляют 5 г хлорида натрия, интенсивно встряхивают и оставляют на 10 минут. По истечении этого времени и после разделения слоев в делительной воронке нижний водный слой с остатком не растворившегося хлорида натрия отбрасывают. К оставшемуся в делительной воронке ацетонитрильному экстракту прибавляют 40 мл гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения слоев нижнюю ацетонитрильную фракцию собирают в концентратор, пропуская через 10 г безводного сульфата натрия. Затем осушитель промывают 10 мл ацетонитрила. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 5 мл ацетонитрила, добавляют в концентратор 50 мл дистиллированной воды и полученную смесь переносят в делительную воронку. Фамоксадон экстрагируют хлористым метилом трижды, используя по 20 мл растворителя и интенсивно встряхивая смесь в течение 2 мин. Нижний метиленхлоридный слой объединяют в концентраторе, пропуская через 10 г безводного сульфата натрия. Эк-

тракт упаривают досуха на роторном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Затем проводят очистку образца на колонке с флоризилом, как указано в п. 2.5.1.2.

2.5.3. Картофель (клубни)

Навеску 10 г измельченных клубней картофеля помещают в плоскодонную стеклянную колбу на 250 мл, добавляют 30 мл ацетонитрила и встряхивают смесь в течение 0,5 часа. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя 30 мл и 10 мл ацетонитрила и встряхивая смесь 30 и 5 мин соответственно. Экстракт фильтруют и объединяют в делительную воронку. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя по 50 мл ацетонитрила. Экстракты объединяют в делительной воронке. Далее поступают, как описано в п. 2.5.2.2.

2.5.4. Зеленая масса пшеницы

Навеску 10 г измельченной зеленой массы пшеницы помещают в плоскодонную стеклянную колбу на 250 мл, добавляют 100 мл ацетонитрила и встряхивают смесь в течение 0,5 часа. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя по 50 мл ацетонитрила и встряхивая смесь каждый раз по 15 мин. Экстракты фильтруют и объединяют в делительной воронке.

К полученному экстракту в делительной воронке добавляют 5 г хлорида натрия, интенсивно встряхивают и оставляют на 10 минут. По истечении этого времени и после разделения слоев в делительной воронке нижний водный слой с остатком не растворившегося хлорида натрия отбрасывают. К оставшемуся в делительной воронке ацетонитрильному экстракту прибавляют 50 мл гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения слоев нижнюю ацетонитрильную фракцию собирают в концентратор, пропуская через 10 г безводного сульфата натрия. Затем осушитель промывают 10 мл ацетонитрила. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Далее проводят очистку экстракта на колонке, как указано в разделе 2.5.1.2.

2.5.5. Солома пшеницы

Навеску 5 г измельченной соломы помещают в плоскодонную стеклянную колбу на 250 мл, добавляют 100 мл ацетонитрила и встряхивают смесь в течение 0,5 часа. Экстракцию повторяют еще 2 раза, ис-

пользуя по 50 мл ацетонитрила и встряхивая смесь каждый раз по 15 мин. Экстракты фильтруют и объединяют в делительной воронке.

К полученному экстракту в делительной воронке добавляют 50 мл гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения слоев нижнюю ацетонитрильную фракцию собирают в концентратор, пропуская через 10 г безводного сульфата натрия. Затем осушитель промывают 10 мл ацетонитрила. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Затем проводят очистку образца на колонке с флоризилом, как указано в п. 2.5.1.2.

2.5.6. Зерно

Навеску 10 г измельченного зерна помещают в плоскодонную стеклянную колбу на 250 мл, добавляют 50 мл ацетонитрила и встряхивают смесь в течение 0,5 часа. Экстракцию повторяют еще 2 раза, используя по 50 мл ацетонитрила и встряхивая смесь каждый раз по 15 мин. Экстракты фильтруют и объединяют в делительной воронке.

К полученному экстракту в делительной воронке добавляют 50 мл гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения слоев нижнюю ацетонитрильную фракцию собирают в концентратор, пропуская через 10 г безводного сульфата натрия. Затем осушитель промывают 10 мл ацетонитрила. Объединенный экстракт упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30° С.

Затем проводят очистку образца на колонке с флоризилом, как указано в п. 2.5.1.2.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов

2.6.1. Условия хроматографирования

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

| | |
|--------------------------------|---|
| Колонка стальная Zorbax SB-C18 | 4,6 мм × 25 см |
| Температура колонки | 25 °С |
| Подвижная фаза | ацетонитрил-3,1 мМ Н ₃ РО ₄ в воде в соотношении 65 : 35 |
| 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 фамоксадона | 9,9 мин |
| Линейный диапазон детектирования | 2—20 нг |

2.6.2. Обработка результатов анализа

Содержание фамоксадона рассчитывают по формуле:

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

X – содержание фамоксадона в пробе, мг/кг или мг/л;

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

S_{np} – 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 фамоксадона в аналитическом стандарте, %.

3. Требования техники безопасности

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

4. Разработчики

Калинин В. А., профессор, к. с-х. н.; Калинина Т. С., к. с-х. н.; Довгилевич Е. В., к. биол. н.; Довгилевич А. В., к. хим. н.; Устименко Н. В., к. биол. н.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. 127550, Москва, Тимирязевский пр., 2, кафедра химических средств защиты растений. Телефон: 976-43-26.

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

**Сборник методических указаний
Выпуск 1**

Редакторы Акопова Н. Е., Кожока Н. В. Кучурова Л. С., Максакова Е. И.
Технические редакторы Климова Г. И., Ломанова Е. В.

Подписано в печать 29.01.04

Формат 60x88/16

Тираж 1500 экз.

Печ. л. 22.0

Заказ 6417

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

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

Отпечатано в филиале Государственного ордена Октябрьской Революции
ордена Трудового Красного Знамени Московского предприятия
«Первая Образцовая типография» Министерства Российской Федерации
по делам печати, телерадиовещания и средств массовых коммуникаций
113114, Москва, Шлюзовая наб., 10, тел.: 235-20-30