Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

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

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2048—4.1.2061—06

Издание официальное

Москва, 2009

ББК 51.21
О37

О37 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009 — 148с.

1. Сборник подготовлен Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); при участии специалистов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

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

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 9,25

Тираж 100 экз.

Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

Содержание

1. Методические указания по определению остаточных количеств сульфометурон-метила в воде и почве методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2048-06.....4
2. Методические указания по измерению концентраций глифосата в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2049-06.....17
3. Методические указания по измерению концентраций Карбосульфана в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2050-06.....28
4. Методические указания по измерению концентраций тефлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2051-06.....35
5. Определение остаточных количеств метальдегида в воде, почве, овощах (капуста, салат, Китайская капуста, шпинат, редис и др.), фруктах (яблоки, сливы и др.), ягодах (земляника, смородина и др.) и винограде методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2052-06.....44
6. Методические указания по определению остаточных количеств метамитрона в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2053-06.....58
7. Методические указания по определению остаточных количеств Прохлораза в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2054-06.....67
8. Методические указания по определению остаточных количеств флудиоксонила в зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2055-06.....80
9. Методические указания по определению остаточных количеств оксифлуорфена в семенах и масле подсолнечника методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2056-06.....91
10. Методические указания по определению остаточных количеств карбоксина в клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2057-06.....101
11. Методические указания по определению остаточных количеств флуазифоп-п-бутила в семенах и масле рапса, подсолнечника, зерне и масле сои, зерне гороха и луке по основному метаболиту флуазифоп-п кислоте методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2058-06.....109
12. Методические указания по определению остаточных количеств прометрина в семенах и масле подсолнечника и сои, зерне и масле кукурузы, зерне гороха, клубнях картофеля и корнеплодах моркови методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2059-06.....117
13. Методические указания по определению остаточных количеств никосульфурона в масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2060-06.....126
14. Методические указания по определению остаточных количеств абамектина в ягодах и соке винограда, перце и баклажанах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2061-06.....137

«УТВЕРЖДАЮ»
Руководитель Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главный Государственный санитарный врач РФ

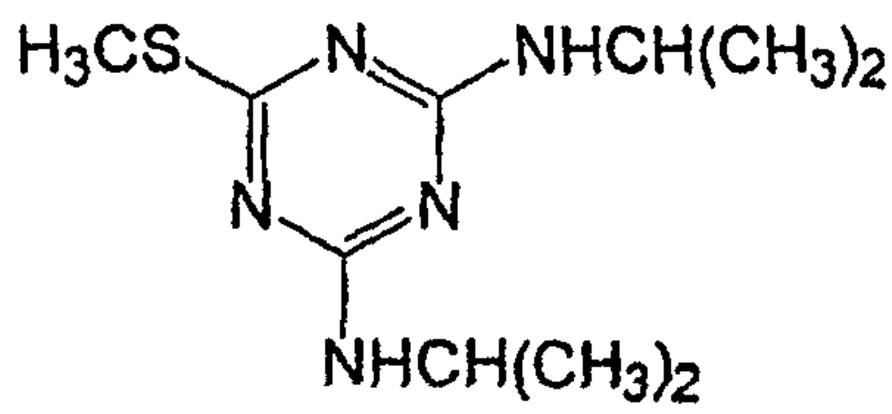
_____ Г.Г. Онищенко
«_10_» _____ 2005 г.

МУК 4.1.2054
Дата введения: с 1 мая 2005 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПРОМЕТРИНА В СЕМЕНАХ И МАСЛЕ ПОДСОЛНЕЧНИКА И СОИ, ЗЕРНЕ И МАСЛЕ КУКУРУЗЫ, ЗЕРНЕ ГОРОХА, КЛУБНЯХ КАРТОФЕЛЯ И КОРНЕПЛОДАХ МОРКОВИ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

1. Вводная часть

Торговое наименование: Кратер, Прометрин.
Фирма производитель: ООО НПП Агрусхим, Агротрейд Лтд.
Действующее вещество: прометрин.
Структурная формула:



*N*², *N*⁴ –диизопропил-6-метилтио-1,3,5-триазин-2,4-диамин (IUPAC).
N, *N'* –бис(1-метилэтил)-6-(метилтио)-1,3,5-триазин-2,4-диамин (CA).
Брутто формула: $C_{10}H_{19}N_5S$. Мол. масса: 241.4. Белый порошок. Температура плавления: 118–120°С. Давление паров: 0.165 мРа (25°С). Коэффициент распределения в системе н-октанол–вода K_{ow} lgP=3.1 (25°С, деионизированная).
Растворимость (г/л) при 25°С: в воде – 0.033; этаноле – 140; н-октаноле – 110; толуоле – 200; н-гексане – 6.3; ацетоне – 300.
Стабилен к гидролизу при 20°С в нейтральной, слегка кислой и слегка щелочной среде. Гидролизуется в тёплых щелочных и кислых растворах. Разлагается под воздействием УФ света.
Острая пероральная токсичность LD_{50} для крыс более 2000 мг/кг. Острая дермальная токсичность LD_{50} для крыс – более 3100 мг/кг, для кроликов – более 2020 мг/кг. Острая ингаляционная токсичность LC_{50} (4 часа) для крыс – более 5170 мг/м³.Не токсичен для пчёл.
Группа токсичности по EPA – III, ВОЗ – III.
Область применения: Прометрин – селективный системный гербицид. Адсорбируется листьями и корнями, передаётся через ксилему и аккумулируется в апикальных меристемах. Ингибитор транспорта электронов в процессе фотосинтеза, а также окислительного

фосфорилирования. Может использоваться для защиты хлопка, подсолнечника, орехов, картофеля, моркови, гороха и бобов.

Гигиенические нормативы: ПДК в почве – 0.5 мг/кг, ПДК в воде водоемов – 0.002 мг/дм^3, ПДК в воздухе рабочей зоны – 5.0 мг/м^3. МДУ для прометрина: подсолнечник (семена, масло), соя (семена, масло), кукуруза, горох 0.1 мг/кг; морковь, картофель – 0.02 мг/кг.

Методика определения прометрина в семенах и масле подсолнечника, сои, зерне и масле кукурузы, зерне гороха, клубнях картофеля и корнеплодах моркови методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении прометрина методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов водно-ацетоновой смесью или ацетонитрилом с последующей очисткой перераспределением между двумя несмешивающимися растворителями и на колонке с силикагелем.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

Объект анализа	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, % (для каждого объекта n=24)	Относительное стандартное отклонение S, %	Доверительный интервал среднего, n=24, P=0.95
Семена сои	0.01	0.01–0.1	84.8	6.8	6.0
Масло сои	0.01	0.01–0.1	83.0	6.8	6.0
Зерно кукурузы	0.01	0.01–0.1	81.7	6.6	5.8
Масло кукурузы	0.01	0.01–0.1	82.6	6.2	5.4
Семена подсолнечника	0.01	0.01–0.1	82.9	6.6	5.8
Масло подсолнечника	0.01	0.01–0.1	82.6	6.7	5.9
Картофель	0.01	0.01–0.1	86.8	6.5	5.7
Зерно гороха	0.01	0.01–0.1	84.0	6.3	5.5
Морковь	0.01	0.01–0.1	84.0	6.7	5.9

Таблица 2

Полнота определения прометрина в семенах и масле сои, кукурузы и подсолнечника, клубнях картофеля, плодах яблони и корнеплодах моркови (n = 6)

Среда	Внесено, мг/кг	Найдено, мг/кг	Стандартное отклонение, ±	Полнота определения, %
1	2	3	4	5
Семена сои	0.01	0.00823	0.00073	82.3
	0.02	0.01660	0.00126	83.0
	0.05	0.0421	0.00352	84.2
	0.1	0.0855	0.00648	85.5
Среднее				**84.8**
Масло сои	0.01	0.00831	0.00071	83.1
	0.02	0.01634	0.00130	81.7
	0.05	0.0423	0.00333	84.6
	0.1	0.0825	0.00692	82.5
Среднее				**83.0**
Зерно кукурузы	0.01	0.00820	0.00068	82.0
	0.02	0.01626	0.00134	81.3
	0.05	0.0411	0.00340	82.2
	0.1	0.0811	0.00602	81.1
Среднее				**81.7**
Масло кукурузы	0.01	0.00812	0.00065	81.2
	0.02	0.01631	0.00112	81.6
	0.05	0.0425	0.00320	85.0
	0.1	0.0824	0.00625	82.4
Среднее				**82.6**
Семена подсолнечника	0.01	0.00811	0.00067	81.1
	0.02	0.01670	0.00124	83.5
	0.05	0.0422	0.00355	84.4
	0.1	0.0827	0.00635	82.7
Среднее				**82.9**
Масло подсолнечника	0.01	0.00824	0.00070	82.4
	0.02	0.01651	0.00122	82.6
	0.05	0.0410	0.00341	82.0
	0.1	0.0833	0.00677	83.3
Среднее				**82.6**
Клубни картофеля	0.01	0.00859	0.00065	85.9
	0.02	0.01740	0.00142	87.0
	0.05	0.0431	0.00328	86.2
	0.1	0.0879	0.00593	87.9
Среднее				**86.8**
Зерно гороха	0.01	0.00844	0.00072	84.4
	0.02	0.01738	0.00134	86.9
	0.05	0.0412	0.00275	82.4
	0.1	0.0824	0.00593	82.4
Среднее				**84.0**

Морковь	0.01	0.00838	0.00071	83.8
	0.02	0.01652	0.00138	82.6
	0.05	0.0432	0.00365	86.4
	0.1	0.0833	0.00555	83.3
Среднее				84.0

2.1.3. Избирательность метода

Присутствие других пестицидов, близких по химическому строению и области применения, определению не мешает.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, осч, ТУ 6-09-3513-86.
Ацетонитрил для ВЭЖХ, "В-230НМ".
Бумажные фильтры "красная лента", ТУ 6.091678-86.
Вода бидистиллированная, деионизированная, ГОСТ 6709-79.
Прометрин, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,9% (Sigma–Aldrich).
Калий углекислый, х.ч., ГОСТ 4221-76.
Калия перманганат, ГОСТ 20490-75.
Кальция хлорид, х.ч., ГОСТ 4161–77.
Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77.
Натрий двууглекислый, ГОСТ 83–79.
Натрий сернокислый безводный, ч., ГОСТ 4166-76, свежепрокаленный.
Натрия гидроксид, хч., ГОСТ 4328-77.
н-Гексан, х.ч., ТУ 2631-003-05807999-98, свежеперегнанный.
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил – вода (50:50, по объему).
Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0.040–0.063 mm) (Merck, Германия).
Стекловата.
Элюент №1 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (95:5, по объему).
Элюент №2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (55:45, по объему).
Этиловый эфир уксусной кислоты, ч.д.а., ГОСТ 22300-76.

2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы "Waters" с УФ детектором (Waters 2487) дегазатором и автоматическим пробоотборником или аналогичный.
Колонка Symmetry C–18, (250x4.6) мм, 5 мкм (Waters) и предколонка Waters Symmetry C–18.
Весы аналитические ВЛА-200, ГОСТ 34104-80Е или аналогичные.
Гомогенизатор, МРТУ 42-1505-63.
Установка ультразвуковая «Серьга», ТУ 3.836.008.
Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая ЛМЗ, ТУ 1-01-0593-79.
Ротационный испаритель вакуумный "Büchi R205" (Швейцария) или аналогичный.
Бидистиллятор.
pH-метр универсальный ЭВ-74, ГОСТ 22261-76.
Насос водоструйный, МРТУ 42 861-64.
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС, ГОСТ 10384-72.
Колбы круглодонные на шлифах КШ10 и КШ250 29-32 ТС, ГОСТ 10384-72.
Воронки лабораторные В-75-110, ГОСТ 25 336-82.
Воронки делительные ВД-3-500, ГОСТ 8613-75.

Цилиндры мерные вместимостью 50, 100, 500 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1770-74.
Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100 и 1000 $см^3$, ГОСТ 1770-74.
Пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$, ГОСТ 20292-74.
Колонки стеклянные (25×1) см.

2.4. Отбор проб

Отбор проб семян и масла сои и подсолнечника проводят в соответствии с ГОСТ 10852-86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб», кукурузы – по ГОСТ 13634-90 «Кукуруза. Требования при заготовке и поставке», гороха – по ГОСТ 28674-90 «Горох. Требования при заготовке и поставке», картофеля – по ГОСТ 7194-81 «Картофель свежий. Правила приемки и методы определения качества», моркови – по ГОСТ 1721-85 «Морковь столовая свежая заготовляемая и поставляемая».

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 мл растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре 40^0С до объема 1 мл и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками. Гексан встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до прекращения окрашивания свежей порции кислоты, затем промывают водой, 2%-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют. Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 л ацетона 10 г $KMnO_4$ и 2 г K_2CO_3). Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием. Этилацетат промывают равным объёмом 5%-ного раствора двууглекислого натрия, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

2.5.2. Кондиционирование колонки

Перед началом анализа колонку (Symmetry C-18) кондиционируют в потоке подвижной фазы (1 мл/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1–2 часов.

2.5.3. Приготовление растворов

Для получения 50%-го водного ацетона в колбе емкостью 1 л смешивают 500 мл ацетона с 500 мл дистиллированной воды, используя мерные цилиндры. Для получения 75%-го водного ацетона в колбе емкостью 1 л смешивают 750 мл ацетона и 250 мл дистиллированной воды, используя мерные цилиндры. Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с водой в соотношении 50:50 по объему, используя мерные цилиндры. Для приготовления элюента №1 в колбе на 1000 мл смешивают 950 мл н-гексана и 50 мл этилацетата. Для приготовления элюента №2 в колбе на 1000 мл смешивают 550 мл н-гексана и 450 мл этилацетата.

Приготовление стандартного и градуировочных растворов

Берут точную навеску прометрина (50 мг), переносят в мерную колбу на 100 мл, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки. (Стандартный раствор с

концентрацией 0.5 мг/мл). Градуировочные растворы с концентрациями 0.1, 0.2, 0.5, 1.0 и 2.0 мкг/мл готовят методом последовательного разбавления по объему, используя раствор подвижной фазы [смесь ацетонитрил: вода (50:50, по объему)].

Стандартный раствор можно хранить в холодильнике при температуре 0–4°С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

При изучении полноты извлечения прометрина из проб семян подсолнечника и сои, зерна кукурузы и гороха, клубней картофеля и корнеплодов моркови используют ацетонитрильные растворы вещества. Растворы внесения с концентрациями 0.1 и 1.0 мкг/мл готовят из стандартного раствора с концентрацией 0.5 мг/мл методом последовательного разбавления по объему ацетонитрилом. При изучении полноты извлечения прометрина из проб масла используют растворы вещества в изопропиловом спирте. Растворы внесения с концентрациями 0.1 и 1.0 мкг/мл готовят из стандартного раствора с концентрацией 0.5 мг/мл методом последовательного разбавления по объему изопропанолом.

2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация прометрина в растворе) в хроматограф вводят по 50 мкл градуировочных растворов (не менее 3-х параллельных измерений для каждой концентрации, не менее 4-х точек по диапазону измеряемых концентраций), измеряют площади пиков и строят график зависимости среднего значения площади пика от концентрации прометрина в градуировочном растворе (мкг/мл).

2.5.5. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1 см помещают тампон из стекловаты, закрывают кран и вносят суспензию 5 г силикагеля в 30 мл смеси гексан – этилацетат (95:5, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Колонку последовательно промывают 30 мл элюента №2 и 30 мл элюента №1 со скоростью 1–2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.6. Проверка хроматографического поведения прометрина на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора прометрина с концентрацией 10 мкг/мл. Отдувают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40°С), остаток растворяют в 5 мл элюента №1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 мл элюента №1 и также вносят на колонку. Промывают колонку 25 мл элюента №1, которые отбрасывают, затем 80 мл элюента №2 со скоростью 1–2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 мл каждая, упаривают, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.3.) и анализируют на содержание прометрина по п. 2.6.5.

Фракции, содержащие прометрин, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют по п. 2.6.5. Рассчитывают содержание прометрина в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

Примечание: параметры удерживания прометрина и сопутствующих экстрактивных веществ могут меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

2.5.7. Подготовка приборов и средств измерения

Установка и подготовка всех приборов и средств измерения проводится в соответствии с требованиями технической документации.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Извлечение прометрина из семян подсолнечника, зерна сои, кукурузы и гороха

Навеску размолотых на лабораторной мельнице семян или зерна подсолнечника, сои, кукурузы, гороха массой 20 г помещают в коническую колбу ёмкостью 250 мл, приливают 50 мл ацетонитрила и экстрагируют в течение 15 мин на ультразвуковой ванне. Суспензию фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр "красная лента". Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу и экстракцию повторяют дважды с 50 мл ацетонитрила. Объединенные экстракты помещают в делительную воронку объёмом 500 мл, добавляют 50 мл дистиллированной воды и промывают трижды гексаном порциями по 30 мл, встряхивая смесь каждый раз в течение 2–3 мин и отбрасывая верхний гексановый слой. Экстракт выпаривают до водного остатка (~45–50 мл) на роторном испарителе при температуре не выше 40°С. Водный остаток фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр "красная лента". Раствор помещают в делительную воронку объёмом 250 мл и экстрагируют прометрин гексаном трижды порциями по 30 мл, встряхивая смесь каждый раз в течение 2–3 мин и собирая верхний гексановый слой. Объединённый экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10–15 мл гексана. После этого экстракт выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.4.

2.6.2. Извлечение прометрина из проб масла сои, кукурузы и подсолнечника

Образец масла сои, кукурузы или подсолнечника массой 20 г растворяют в 50 мл гексана, помещают в делительную воронку емкостью 250 мл и экстрагируют прометрин ацетонитрилом трижды порциями по 50 мл, встряхивая смесь каждый раз в течение 2–3 мин и собирая нижний ацетонитрильный слой. Объединенные экстракты помещают в делительную воронку объёмом 500 мл, добавляют 50 мл дистиллированной воды и промывают трижды гексаном порциями по 30 мл, встряхивая смесь каждый раз в течение 2–3 мин и отбрасывая верхний гексановый слой. Экстракт фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр "красная лента". Экстракт выпаривают до водного остатка (~45–50 мл) на роторном испарителе при температуре не выше 40°С. Водный остаток фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр "красная лента". Раствор помещают в делительную воронку объёмом 250 мл и экстрагируют прометрин гексаном трижды порциями по 30 мл, встряхивая смесь каждый раз в течение 2–3 мин и собирая верхний гексановый слой. Объединённый экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10–15 мл гексана. После этого экстракт выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.4.

2.6.3. Извлечение прометрина из проб клубней картофеля и корнеплодов моркови.

Гомогенизированные пробы корнеплодов моркови или клубней картофеля массой 20 г помещают в коническую колбу емкостью 250 мл и экстрагируют прометрин 50 мл 50%-

ного водного ацетона на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр "красная лента". Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу. Экстракцию проводят ещё дважды. Объединенный экстракт выпаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40°С до полного удаления ацетона. Объём экстракта доводят до 75 мл и фильтруют через бумажный фильтр "красная лента". Раствор помещают в делительную воронку объёмом 250 мл и экстрагируют прометрин гексаном трижды порциями по 30 мл, встряхивая смесь каждый раз в течение 2-3 мин и собирая верхний гексановый слой. Объединённый экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10–15 мл гексана. После этого экстракт выпаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°С Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.4.

Внимание! Отделение водного слоя следует производить только после полного расслоения жидкостей в делительной воронке.

В случае образования сравнительно стойких эмульсий для сокращения времени расслоения можно добавить в делительную воронку на стадии переэкстракции из водного раствора в гексан – насыщенный раствор хлорида натрия (15–20 мл).

2.6.4. Очистка на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при выпаривании очищенных по п.2.6.1-2.6.3 экстрактов растительных материалов и масла количественно переносят двумя 5-мл порциями смеси гексан – этилацетат (95:5, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п.2.5.5.). Промывают колонку 25 мл элюента №1. Элюат отбрасывают. Прометрин элюируют 75 мл элюента №2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 250 мл. Раствор упаривают досуха на вакуумном ротационном испарителе при температуре не выше 40°С Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и 50 мкл раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.5. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы Waters с УФ детектором (Waters 2487) или другой с аналогичными характеристиками.
Рабочая длина волны 260 нм. Предколонка Waters Symmetry C-18 для защиты аналитической колонки. Колонка Symmetry C-18 (250 x 4.6) мм, 5 мкм (Waters, USA).
Подвижная фаза: ацетонитрил – вода в соотношении 50:50. Скорость потока 1 мл/мин
Время удерживания прометрина 10.7±0.2 мин. Объем вводимой пробы 50 мкл.
Линейный диапазон детектирования 0.1 – 2.0 мкг/мл.

2.6.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной градуировки. содержание прометрина в анализируемых образцах (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{S_2 \cdot C \cdot V}{S_1 \cdot P},$$

где S_1- площадь пика прометрина в стандартном растворе, мм^2;
S_2- площадь пика прометрина в анализируемой пробе, мм^2;
V - объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, мл;

Р - навеска анализируемого образца, г;
С - концентрация стандартного раствора прометрина, мкг/мл.
Содержание остаточных количеств прометрина в анализируемом образце вычисляют как среднее из 3-х параллельных определений.
Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор прометрина 2мкг/мл, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

3. Требования техники безопасности

При проведении работы необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе в химических лабораториях, а также инструкции по эксплуатации жидкостного хроматографа и других используемых приборов.

4. Контроль погрешности измерений.

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости результатов измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1-6. 2002 "Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений".

5. *Разработчики*

Цибульская И.А., Долженко В.И., Юзихин О.С., Черменская Т.Д. (ВНИИ защиты растений).