

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 Люфенурона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02 | 118 |
| Измерение концентраций Люфенурона 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 Этоксилата изодецилового 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 Флудиоксонила в воде, почве, зеленой массе растений, клубнях картофеля, зерне и соломе хлебных злаков, зерне кукурузы, семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Методические указания МУК 4.1.1148—02

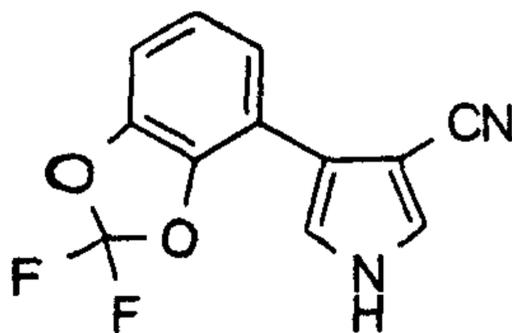
1. Вводная часть

Фирма производитель: Сингента (Швейцария).

Торговое название: МАКСИМ, ЦЕЛЕСТ.

Действующее вещество: флудиоксонил.

4-(2,2-дифтор-1,3-бензодиоксил-4-ил)-1Н-пиролл-3-карбонитрил.



$C_{12}H_6F_2N_2O_2$

М. м. 248,2

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха.

Температура плавления: 199,8 °С.

Хорошо растворим в ацетоне, этаноле, метаноле, н-октаноле, плохо растворим в гексане; растворимость в воде: 1,5—1,8 мг/л.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) мыши, крысы – более 5 000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) крысы – более

2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (ЛК₅₀) крысы – более 2600 мг/м³.

Гигиенические нормативы

ПДК в воде водоемов – 0,1 мг/дм³ (органолепт.)

ОДК в почве – 0,2 мг/кг

МДУ в зерне хлебных злаков и кукурузы – 0,02 мг/кг

ВМДУ в картофеле – 0,02 мг/кг (целест)

МДУ в картофеле – 0,05 мг/кг (максим)

ВМДУ в семенах и масле подсолнечника – 0,05 мг/кг (максим)

Область применения препарата

Флудиоксонил – контактный фунгицид широкого спектра действия с продолжительной активностью, рекомендуемый для предпосевной обработки семян озимой и яровой пшеницы, озимой ржи, кукурузы, подсолнечника и гороха против болезней всходов, а также клубней картофеля против комплекса болезней при хранении. В качестве протравителя семян выпускается в виде 2,5 %-ного концентрата суспензии.

2. Методика определения 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

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на определении флудиоксонила с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором после экстракции из воды – дихлорметаном, из увлажненной почвы – метиловым спиртом, из картофеля – смесью метилового спирта с ацетоном (4 : 1), из зерна, соломы и зеленой массы – водным ацетоном, из семян и масла подсолнечника – ацетонитрилом, очистки экстракта перераспределением в системе растворителей и на колонке с нейтральным оксидом алюминия при анализе проб почвы, подсолнечника и картофеля, а также силикагелем или флорисилом при анализе проб зерна, соломы и зеленой массы хлебных злаков или кукурузы.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых в интенсивной технологии выращивания зерновых культур, подсолнечника и картофеля (хлор- и фосфорорганические пестициды, симм-триазины, фенилмочевины, тио- и дитиокарбаматы).

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Таблица 1

Метрологические параметры метода*

| Анализируемый объект | Метрологические параметры, $P = 0,95, n = 24$ | | | | |
|-----------------------------|---|---|------------------------------------|---------------------------------|--|
| | Предел обнаружения, ** мг/дм ³ , мг/кг | Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (дм ³) | Среднее значение определения, % | Стандартное отклонение, S, % | Доверительный интервал среднего результата, % |
| Вода | (0,005) | (0,005—0,1) | 95,0 | 2,0 | ± 4,40 |
| Почва | (0,2) | (0,2—4,0) | 75,0 | 1,7 | ± 4,70 |
| Картофель | (0,02) | (0,02—4,0) | 83,0 | 3,1 | ± 8,60 |
| Зерно хлебных злаков | 0,01 (0,02) | 0,01—0,1 (0,02—0,4) | 83,3 | 5,02 | ± 2,34 |
| Солома | 0,01 (0,05) | 0,01—0,1 (0,05—1,0) | 84,1 | 4,45 | ± 2,07 |
| Зерно кукурузы | 0,01 (0,02) | 0,01—0,1 (0,02—0,4) | 83,0 | 6,02 | ± 3,57 |
| Зеленая масса кукурузы | 0,01 (0,02) | 0,01—0,1 (0,02—0,4) | 83,6 | 4,98 | ± 3,23 |
| Зеленая масса подсолнечника | 0,02 | 0,02—0,2 | 82,0 | 3,7 | ± 3,8 |
| Семена подсолнечника | 0,02 | 0,02—0,2 | 83,1 | 4,9 | ± 4,6 |
| Масло подсолнечника | 0,02 | 0,02—0,2 | 84,0 | 6,3 | ± 5,8 |

* В скобках указаны показатели для хроматографа типа Милихром.
 ** Предел обнаружения в хроматографируемом объеме – 0,5 нг (хроматограф Perkin-Elmer), 2,5 нг (хроматограф Altex) и 5 нг (хроматограф Милихром).

2.2. Реактивы, растворы и материалы

Флудиоксонил с содержанием д. в. 99,8 %

Алюминия оксид для хроматографии,

II степени активности по Брокману,

нейтральный

Ацетон, чда

ГОСТ 2603—79

| | |
|--|-------------------|
| Ацетонитрил для хроматографии, хч | ТУ 6-09-4326—76 |
| Вода бидистиллированная, деионизованная или перегнанная над KMnO_4 | |
| n-Гексан, ч | ТУ 6-09-3375—78 |
| Дихлорметан, хч | ТУ 6-09-2662—77 |
| Железо серно-кислое, хч | ГСТ 4148—78 |
| Калия перманганат | ГОСТ 20490—75 |
| Калий углекислый, хч | ГОСТ 4221—76 |
| Кальция хлорид, хч | ГОСТ 4161—77 |
| Кислота серная, хч | ГОСТ 4204—77 |
| Натрия гидроксид, хч | ГОСТ 4328—77 |
| Натрия сульфат безводный, хч, предвари- тельно прокаленный в муфельной печи при 600 °С в течение 4 часов | ГОСТ 4166—76 |
| Натрий углекислый | ГОСТ 83—63 |
| Натрия хлорид, хч | ГОСТ 4233—77 |
| Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан—ацетон, 95 : 5, по объему | |
| Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь гексан—ацетон, 90 : 10, по объему | |
| Элюент № 3 для колоночной хроматографии, смесь гексан—этилацетат, 90 : 10, по объему | |
| Силикагель для колоночной хроматографии, L 100—160 меш, Хемапол (Чехия), или аналогичный | |
| Смесь n-гексана и диэтилового эфира в объемном соотношении 4 : 1 | |
| Смесь ацетонитрила и воды в объемном соотношении 3 : 7 | |
| Спирт изопропиловый, хч | ТУ 6-09-402 |
| Спирт метиловый | ГОСТ 6995—77 |
| Спирт этиловый, 96 % | ТУ 6-09-1710—77 |
| Стекловата | |
| Флорисил для колоночной хроматографии, 100—200 меш, Флука (Швейцария), или аналогичный | |
| Фильтры бумажные «белая лента», «синяя лента», обеззоленные | ТУ 6-09-2678—77 |
| Фосфора пентоксид, ч | МРТУ 6-09-5759—69 |

МУК 4.1.1148—02

Хлороформ (Фармакопея, СССР)

Эфир диэтиловый

Этилацетат

ГОСТ 6265—74

ГОСТ 22300—76

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны

Perkin-Elmer (США) или аналогичный

Хроматографическая колонка стальная, длиной 25 см, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Hipersil ODS, зернением 5 мкм

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Altex(США) или аналогичный

Хроматографическая колонка стальная, длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Кромасил 100А-С18, зернением 5 мкм

Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа

Жидкостный хроматограф Милихром с ультрафиолетовым детектором

Колонка стальная (80 × 2 мм), содержащая Сепарон CGN-CN, зернением 5 мкм

Колонка стальная (64 × 2 мм), содержащая Силасорб 600, зернением 5 мкм

Аппарат для встряхивания или аналогичный ТУ 64-1-1081—73

Баня ультразвуковая, модель D-50, Branson Instr. Co., США или аналогичная

Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные

ГОСТ 34104—80Е

Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности ± 0,038 г

ГОСТ 19491—74

Гомогенизатор

МРТУ 42-1505—63

Мельница электрическая лабораторная или аналогичная

ТУ 46-22-236—79

Насос водоструйный

ГОСТ 10696—75

Печь муфельная

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М ТУ 25-11-917—74

или аналогичный

Шкаф сушильный

ТУ 64-1-1411—76

| | |
|---|-----------------|
| Воронки делительные на 100, 250, 500 и 1 000 мл | ГОСТ 25336—82Е |
| Воронки конические диаметром 30—37, 60 и 100—120 мм | ГОСТ 25336—082Е |
| Воронки Бюхнера РФ-3, вместимостью 120 мл | ГОСТ 9147—73 |
| Колбы Бунзена, вместимостью 250—300 мл | ГОСТ 9737—70 |
| Колбы плоскодонные на 50, 250 и 500 мл | ГОСТ 9737—70 |
| Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1 000 мл | ГОСТ 1770—74 |
| Колбы круглодонные на шлифе на 10, 50, 100, 250 и 500 мл | ГОСТ 9737—70 |
| Колонка стеклянная, внутренним диаметром 10 мм, высотой 5 или 25 см | |
| Пипетки мерные на 0,1; 1,0; 2,0; 5,0 и 10 мл | ГОСТ 20292—74 |
| Пробирки градуированные с притертыми пробками на 5, 10 и 25 мл | ГОСТ 10515—75 |
| Стаканы химические на 100, 500 и 1 000 мл | ГОСТ 10394—72 |
| Стеклянные палочки | |
| Цилиндры мерные на 10, 25, 50, 100, 200, 500 и 1 000 мл | ГОСТ 1770—74Е |

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).

Отобранные пробы воды, почвы и картофеля хранят в стеклянной таре в сухом и защищенном от света месте не более 2 суток. Если пробы хранятся в холодильнике, то при подготовке к анализу следует выдерживать их не менее часа при комнатной температуре.

Образцы зерна и соломы хлебных злаков, а также зерна и зеленой массы кукурузы и семян подсолнечника можно хранить в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике при температуре не выше 4 °С в течение месяца. Пробы зеленой массы подсолнечника хранят при температуре 0—4 °С в течение суток. Для более длительного хранения зеленую массу кукурузы и подсолнечника замораживают (лучше жидким азотом) и хранят в морозильной камере при температуре –18 °С в течение 3 месяцев.

Перед анализом зерно и семена измельчают на мельнице, солому и зеленую массу кукурузы и подсолнечника режут ножом или ножницами на кусочки не более 0,5 см, картофель натирают на крупной терке, воду

(при наличии взвеси) фильтруют через неплотный бумажный фильтр, сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 0,5—1 мм.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей

Органические растворители перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан встряхивают с небольшими порциями концентрированной серной кислоты до тех пор, пока свежая порция кислоты не перестанет окрашиваться. Затем гексан последовательно промывают водой, 2 %-ным раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего сушат над гидроксидом натрия и перегоняют.

Этилацетат промывают равным объемом 5 %-ного раствора углекислого натрия, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

Диэтиловый эфир (1 л) предварительно встряхивают с 20 мл свежеприготовленного раствора железного купороса (30 г сульфата железа в 55 мл воды с добавлением 1,54 г концентрированной серной кислоты), затем эфир последовательно промывают 0,5 %-ным раствором перманганата калия, 5 %-ным раствором гидроксида натрия и водой, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

Ацетонитрил сушат над пентоксидом фосфора и перегоняют; отогнанный растворитель повторно перегоняют над углекислым калием.

Оксид алюминия V степени активности по Брокману получают добавлением 12 % воды к навеске оксида алюминия II степени активности.

2.5.2. Подготовка подвижной фазы № 1 для ВЭЖХ (для анализа по п.п. 2.7.1 и 2.7.4)

Отмеряют 500 мл ацетонитрила, прозрачного при 260—280 нм, переносят в колбу на 1 000 мл, добавляют 500 мл бидистиллированной воды, фильтруют, дегазируют.

2.5.3. Кондиционирование колонки Hipersil ODS и Кромасил 100А-С18

Промыть колонку для ВЭЖХ подвижной фазой № 1 в течение 30 мин при скорости подачи растворителя 1 мл/мин. Включить детектор и подождать стабилизацию базовой линии (5—15 мин).

2.5.4. Подготовка подвижной фазы № 2 для ВЭЖХ (для анализа по п. 2.7.2)

В мерную колбу на 100 мл наливают 50—70 мл хлороформа, вносят 0,5 мл метанола и доводят хлороформом до метки, фильтруют.

2.5.5. Кондиционирование колонки Силасорб 600

Промыть колонку для ВЭЖХ подвижной фазой № 2 при скорости подачи растворителя 200 мкл/мин до получения стабильной базовой линии.

2.5.6. Подготовка подвижной фазы № 3 для ВЭЖХ (для анализа по п. 2.7.3)

В мерную колбу на 100 мл наливают по 4 мл изопропанола и метанола, доводят объем раствора в колбе до метки гексаном, фильтруют.

2.5.7. Кондиционирование колонки Сепарон CGN-CN

Промыть колонку для ВЭЖХ подвижной фазой № 3 при скорости подачи растворителя 200 мкл/мин до получения стабильной базовой линии.

2.5.8. Приготовление стандартных растворов

2.5.8.1. *Серия № 1* (для измерения согласно пп. 2.7.1 и 2.7.4). Стандартный раствор флудиоксонала с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в ацетонитриле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранится в холодильнике в течение 30 дней.

Рабочие стандартные растворы с концентрацией 0,025; 0,05; 0,1; 0,25 и 0,5 мкг/мл готовят из раствора, содержащего 100 мкг/мл флудиоксонала, соответствующим последовательным разбавлением подвижной фазой № 1 для ВЭЖХ (п. 2.5.1). Растворы хранятся в холодильнике в течение 3 дней.

2.5.8.2. *Серия № 2* (для измерения согласно п. 2.7.2). Стандартный раствор флудиоксонала с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в подвижной фазе № 2 для ВЭЖХ (п. 2.5.3) в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранится в холодильнике в течение 30 дней.

Рабочие стандартные растворы с концентрацией 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10 мкг/мл готовят из раствора, содержащего 100 мкг/мл соответствующим последовательным разбавлением подвижной фазой № 2 для ВЭЖХ. Растворы хранятся в холодильнике в течение 10 дней.

2.5.8.3. *Серия № 3* (для измерения согласно п. 2.7.3). Стандартный раствор флудиоксонала с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в 96 %-ном этиловом спирте в мерной колбе на 100 мл. Раствор можно хранить в холодильнике 3 месяца.

Рабочие стандартные растворы с концентрацией 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; и 10 мкг/мл готовят из раствора, содержащего 100 мкг/мл соответствующим последовательным разбавлением 96 %-ным этиловым спиртом. Рабочие растворы можно хранить в холодильнике 1 месяц.

2.5.9. Построение градуировочного графика

2.5.9.1. *Градуировочный график № 1* (измерение по п. 2.7.1). Для построения градуировочного графика № 1 в инжектор хроматографа вводят по 20 мкл рабочего стандартного раствора флудиоксонала с концентрацией 0,025; 0,05; 0,1; 0,25 мкг/мл.

2.5.9.2. *Градуировочный график №№ 2 и 3* (измерение по п. 2.7.2 и п. 2.7.3). В инжектор хроматографа вводят по 10 мкл рабочего стандартного раствора флудиоксонала с концентрацией 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 и 10 мкг/мл (серия № 2 или № 3).

2.5.9.3. *Градуировочный график № 4* (измерение по п. 2.7.4). В инжектор хроматографа вводят по 50 мкл рабочего стандартного раствора флудиоксонала с концентрацией 0,05; 0,1; 0,25 и 0,5 мкг/мл.

Осуществляют не менее 5 параллельных измерений. Находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации.

Строят градуировочный (№ 1, № 2, № 3 или № 4) график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации флудиоксонала в растворе в мкг/мл.

2.5.10. Подготовка колонок с оксидом алюминия, силикагелем и флорисилом для очистки экстракта

2.5.10.1. *Заполнение колонки А оксидом алюминия*. При анализе клубней картофеля используют стеклянную колонку высотой 5 см, внутренним диаметром 10 мм, с пористым фильтром, которую заполняют слоем оксида алюминия II степени активности по Брокману, нейтральным, высотой 2 см и промывают метиловым спиртом (5 мл).

При анализе зеленой массы, семян и масла подсолнечника используют стеклянную колонку длиной 25 см и внутренним диаметром 10 мм. В нижнюю часть этой колонки вставляют тампон из стекловаты и медленно выливают в нее (при открытом кране) суспензию 10 г оксида алюминия V степени активности по Брокману в гексане. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 20 мл смеси гексан—этилацетат (90 : 10, по объему) со скоростью 1—2 кап./с, после чего она готова для работы.

2.5.10.2. *Заполнение колонки Б силикагелем*. Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 8—10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 2 г силикагеля в 20—25 мл гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 0,5 см. Колонку промывают 20 мл

элюента № 1 состава (по объему) гексан-ацетон, 95 : 5, затем 20 мл гексана со скоростью 1—2 кап./с. После этого колонка готова к работе.

2. 5.10.3. *Заполнение колонки В флорисилом.* Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см, внутренним диаметром 8—10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, насыпают в нее 5 г флорисила, промывают 30 мл ацетона, сушат сорбент потоком воздуха, используя разрежение, создаваемое водоструйным насосом. Затем колонку смачивают, пропуская через нее 30 мл гексана со скоростью 1—2 кап./с (для удаления пузырьков воздуха постукивают о стенки колонки стеклянной палочкой). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. После этого колонка готова к работе.

2.5—11. Проверка хроматографического поведения флудиоксонила на колонке с оксидом алюминия

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора флудиоксонила с концентрацией 100 мкг/мл, отдувают растворитель током теплого воздуха, остаток растворяют в 3 мл элюента № 3 и наносят на подготовленную колонку А. Промывают колонку 70 мл элюента № 3 со скоростью 1—2 кап./с. Отбирают фракции по 5 мл каждая, упаривают досуха, остаток растворяют в 5 мл подвижной фазы № 1 для ВЭЖХ и анализируют на содержание флудиоксонила по п. 2.7.4.

Фракции, содержащие флудиоксонил, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 20 мл подвижной фазы № 1 и вновь анализируют по п. 2.7.4. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

2.5—12. Проверка хроматографического поведения флудиоксонила на колонках с силикагелем и флорисилом

В круглодонную колбу на 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора флудиоксонила серии № 2 с концентрацией 100 мкг/мл (колонка Б) или 10 мкг/мл (колонка В), отдувают растворитель потоком теплого воздуха, остаток растворяют в 2—3 мл элюента № 1 (колонка Б) или № 2 (колонка В) и наносят на колонку. Промывают колонку 70 мл элюента № 1 (колонка Б) или № 2 (колонка В) со скоростью 1—2 кап./с. Отбирают фракции по 5 мл каждая, упаривают, остаток растворяют в 10 мл подвижной фазы № 1 или 1 мл подвижной фазы № 2 и анализируют на содержание флудиоксонила соответственно по п. 2.7.1 или п. 2.7.2.

Фракции, содержащие флудиоксонил, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 10 или 1 мл подвижной фазы № 1 или № 2 и анализируют соответственно по п. 2.7.1 или п. 2.7.2. Рассчитывают содержание вещества в элюате, определяют полноту смывания с колонки и необходимый для очистки объем элюента.

Примечание. Профиль вымывания может измениться при использовании новой партии сорбентов и растворителей.

2.6. Описание определения

2.6.1. Вода

100 мл отобранного образца воды помещают в делительную воронку вместимостью 500 мл, добавляют в нее 10 мл насыщенного раствора хлорида натрия, 25 мл дихлорметана и встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 30 мин.

После разделения смеси, отделяют нижний органический слой и пропускают его через химическую воронку диаметром 30—37 мм (отверстие прикрывают тампоном ваты), содержащую безводный сульфат натрия, собирая экстракт в грушевидную колбу вместимостью 100 мл.

Оставшийся в делительной воронке водный слой подвергают повторной автоматической экстракции новой порцией дихлорметана объемом 25 мл и повторный экстракт после сушки над безводным сульфатом натрия присоединяют к ранее полученному. Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе до объема 5 мл, а затем количественно переносят его в грушевидную колбу вместимостью 10 мл и упаривают досуха. Остаток растворяют в 1 мл дихлорметана и анализируют на содержание флудиоксанила по п. 2.7.3.

2.6.2. Почва

2.6.2.1. *Экстракция.* К 25 г отобранного образца почвы, помещенного в коническую колбу вместимостью 300 мл, добавляют 15 мл воды и 100 мл метанола и помещают на аппарат для встряхивания на 1 час.

Затем полученную массу фильтруют через воронку Бюхнера, снабженную бумажным фильтром «синяя лента», промывают остаток на фильтре 25 мл чистого метанола.

Фильтрат из колбы Бунзена количественно переносят в делительную воронку вместимостью 1 л и подвергают очистке по п. 2.6.2.2.

2.6.2.2. *Очистка экстракта.* К раствору в делительной воронке добавляют 50 мл насыщенного раствора хлорида натрия, 450 мл воды и подвергают экстракции 75 мл дихлорметана в течение 5 минут.

После разделения смеси отделяют нижний органический слой, собирая его в коническую колбу вместимостью 500 мл. Водную фазу подвергают экстракции дихлорметаном порциями по 75 мл еще дважды.

Объединенный экстракт, осушенный безводным сульфатом натрия, упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха, остаток растворяют в 5 мл метанола, раствор количественно переносят в грушевидную колбу вместимостью 10 мл и упаривают до объема 1 мл.

Сконцентрированный метанольный раствор наносят с помощью пипетки на приготовленную очистительную колонку А с оксидом алюминия, колонку промывают 2 мл метанола и собранный элюат упаривают досуха в грушевидной колбе. Остаток растворяют в 1 мл дихлорметана и анализируют на содержание флудиоксона по п. 2.7.3.

2.6.3. Картофель

25 г измельченного образца семенного материала помещают в коническую колбу вместимостью 200 мл, добавляют к нему 100 мл смеси метанола и ацетона (4 : 1) и встряхивают в течение 1 часа.

Дают раствору отстояться и осторожно декантируют через химическую воронку диаметром 60 мм, снабженную бумажным фильтром «синяя лента» в коническую колбу вместимостью 300—500 мл. Пробу картофеля подвергают экстракции еще дважды метанолом порциями по 50 мл. Отстоявшийся метанольный раствор также декантируют через химическую воронку в колбу с ранее полученным экстрактом.

Оставшуюся в колбе для экстракции массу фильтруют через воронку Бюхнера, снабженную бумажным фильтром «синяя лента», промывая остаток на фильтре 25 мл метанола.

Объединенный метанольный экстракт и промывку количественно переносят в делительную воронку вместимостью 1 л, далее проводят процедуру очистки экстракта в соответствии с п. 2.6.2.2.

2.6.4. Зерно и солома хлебных злаков, зерно и зеленая масса кукурузы

2.6.4.1. *Экстракция.* Навеску 25 г измельченного зерна хлебных злаков или кукурузы, зеленой массы кукурузы (10 г соломы) помещают в коническую колбу на 250 мл, смачивают 30 мл воды и тщательно перемешивают. Добавляют в колбу 75 мл (для соломы 100 мл) ацетона и встряхивают 1 час. Отстоявшийся раствор сливают через бумажный фильтр в круглодонную колбу на 500 мл. Процедуру экстракции повторяют еще дважды, используя по 50 мл ацетона для зерна и зеленой массы кукурузы, 100 и 75 мл ацетона для соломы. Объединенный экстракт концентрируют на ротационном вакуумном испарителе до водного ос-

татка (30—40 мл). К оставшемуся водному раствору добавляют примерно равный объем ацетона и помещают в морозильную камеру бытового холодильника на 1 час. Отфильтровывают выпавший осадок через бумажный фильтр, промывая его 20 мл охлажденной смеси ацетон—вода (1 : 1, по объему). Раствор сливают в круглодонную колбу на 250 мл упаривают до объема 30—40 мл. К оставшемуся водному раствору добавляют 50 мл дистиллированной воды, 10 мл насыщенного раствора NaCl, переносят в делительную воронку на 250 мл и экстрагируют трижды по 20 мл смеси гексан—эфир (4 : 1). Объединенную органическую фазу упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха.

Остаток растворяют в 5 мл ацетона, добавляют 70 мл воды и 10 мл насыщенного раствора NaCl. Раствор переносят в делительную воронку на 250 мл и экстрагируют трижды по 20 мл хлороформа. Хлороформный экстракт сливают через слой безводного сульфата натрия в круглодонную колбу на 100 мл и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха.

Далее проводят очистку экстрактов на колонке Б с силикагелем по п. 2.6.4.2 или на колонке В с флорисилом по п. 2.6.4.3. Очистка на колонке с флорисилом является более эффективной.

2.6.4.2. Очистка на колонке Б с силикагелем. Остаток в колбе, полученный по п. 2.6.4.1 с помощью 3—5 мл элюента № 1 количественно переносят пипеткой в колонку Б, дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Промывают колонку 30 мл гексана, который отбрасывают, затем 35 мл основного элюента № 1. Первые 10 мл основного элюента отбрасывают, оставшиеся 25 мл собирают в круглодонную колбу на 50—100 мл и упаривают досуха. Остаток экстракта зерна и зеленой массы кукурузы растворяют в 10 мл, соломы — в 4-х мл подвижной фазы № 1 или в 1 мл подвижной фазы № 2 (для всех растительных объектов) и анализируют на содержание флудиоксонала соответственно по п. 2.7.1 или 2.7.2.

2.6.4.3. Очистка на колонке В с флорисилом. Остаток в колбе по п. 2.6.4.2 с помощью 3—5 мл элюента № 1 количественно переносят пипеткой в колонку В, дают растворителю стечь до верхнего края сорбента. Промывают колонку 20 мл гексана, 30 мл элюента № 1, затем 50 мл основного элюента № 2. Гексан, элюат № 1, а также 20 мл основного элюата № 2 отбрасывают, остальные 30 мл собирают в круглодонную колбу на 50—100 мл и упаривают досуха. Остаток экстракта зерна и зеленой массы кукурузы растворяют в 10 мл, соломы — в 4-х мл подвижной фазы № 1 или в 1 мл подвижной фазы № 2 (для всех раститель-

ных объектов) и анализируют на содержание флудиоксонила соответственно по п. 2.7.1 или 2.7.2.

2.6.5. Зеленая масса, семена и масло подсолнечника

2.6.5.1. *Экстракция.* Навеску (25 г) измельченной зеленой массы заливают 100 мл ацетонитрила и гомогенизируют в течение 5 минут при 8 000 об./мин. Гомогенат фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Остаток на фильтре промывают 50 мл ацетонитрила. Из объединенного экстракта отбирают аликвоту (около 30 мл), эквивалентную 5 г растительного материала.

Навеску (10 г) размолотых семян помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 100 мл ацетонитрила и помещают в ультразвуковую баню на 5 минут. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр и остаток на фильтре промывают 30 мл ацетонитрила. Из полученного экстракта отбирают аликвоту раствора (около 60 мл), эквивалентную 5 г семян.

К навеске (5 г) масла добавляют 20 мл гексана и переносят в делительную воронку, приливают 30 мл ацетонитрила и смесь встряхивают в течение 1 минуты. Собирают ацетонитрильную фазу, а гексановый раствор масла повторно экстрагируют 20 мл ацетонитрила. Ацетонитрильные фракции объединяют.

2.6.5.2. *Очистка экстрактов.* Аликвоты экстрактов зеленой массы, и семян, и ацетонитрильный экстракт масла переносят в делительную воронку емкостью 100 мл, добавляют 20 мл гексана и смесь встряхивают в течение 1 минуты. Гексановый слой отбрасывают, а ацетонитрильную фазу упаривают на роторном вакуумном испарителе досуха при температуре 40 °С. Сухой остаток дважды обрабатывают 10 мл порциями смеси ацетонитрил–вода (3 : 7, по объему) и полученный раствор переносят в делительную воронку емкостью 100 мл. Добавляют 30 мл смеси гексан–диэтиловый эфир (4 : 1, по объему) и встряхивают в течение 1 минуты. Собирают верхний слой (фаза гексан–эфир), содержащий флудиоксонил, и ацетонитрильный слой повторно обрабатывают 20 мл смеси гексан–диэтиловый эфир. Объединенный гексан-эфирный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по п. 2.6.5.3.

2.6.5.3. *Очистка на колонке с оксидом алюминия.* Остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п. 2.6.5.2 экстрактов зеленой массы, семян и масла, количественно переносят тремя 1-мл порция-

ми элюента № 3 в подготовленную для анализа подсолнечника хроматографическую колонку А. Флудиоксонил элюируют 50 мл смеси гексан-этилацетат (90 : 10, по объему), отбрасывая первые 15 мл элюента и собирая последующие 35 мл в грушевидную колбу емкостью 50 мл. Полученный раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы № 1 для ВЭЖХ и анализируют на содержание флудиоксонала по п. 2.7.4.

2.7. Условия хроматографирования

2.7.1. Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Perkin-Elmer (США)

Колонка стальная длиной 25 см, внутренним диаметром 4,6 мм, содержащая Hipersil ODS, зернением 5 мкм

| | |
|----------------------------------|-------------------------------------|
| Температура колонки | комнатная |
| Подвижная фаза | ацетонитрил–вода (1 : 1, по объему) |
| Скорость потока элюента | 1 мл/мин |
| Рабочая длина волны | 268 нм |
| Чувствительность | 0,005 ед. абсорбции на шкалу |
| Объем вводимой пробы | 20 мкл |
| Время выхода флудиоксонала | 8—8,5 мин |
| Линейный диапазон детектирования | 0,5—5 нг |

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,25 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой № 1 для ВЭЖХ.

2.7.2. Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Милхром (Россия)

Колонка стальная, длиной 64 мм, внутренним диаметром 2 мм, содержащая Силасорб 600, зернением 5 мкм

| | |
|----------------------------------|---|
| Температура колонки | комнатная |
| Подвижная фаза | хлороформ–метанол (95,5 : 0,5, по объему) |
| Скорость потока элюента | 100 мкл/мин |
| Рабочая длина волны | 268 нм |
| Чувствительность | 0,02 ед. абсорбции на шкалу |
| Объем вводимой пробы | 10 мкл |
| Время выхода флудиоксонала | около 6 мин |
| Линейный диапазон детектирования | 5—100 нг |

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 10 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой № 2 для ВЭЖХ.

2.7.3. Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Милхром (Россия)

Колонка стальная, длиной 80 мм, внутренним диаметром 2 мм, содержащая Сепарон CGN-CN, зернением 5 мкм

| | |
|----------------------------------|--|
| Температура колонки | комнатная |
| Подвижная фаза | н-гексан–метанол–изопропанол (92 : 4 : 4, по объему) |
| Скорость потока элюента | 100 мкл/мин |
| Рабочая длина волны | 268 нм |
| Чувствительность | 0,02 ед. абсорбции на шкалу |
| Объем вводимой пробы | 10 мкл |
| Время выхода флудиоксонала | 6,7 мин |
| Линейный диапазон детектирования | 5—100 нг |

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 10 мкг/мл, разбавляют дихлорметаном.

2.7.4. Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором фирмы Altex (США)

Колонка стальная длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Кромасил 100А-С18, зернением 5 мкм

| | |
|----------------------------------|---------------------------------------|
| Температура колонки | комнатная |
| Подвижная фаза | ацетонитрил–вода (50 : 50, по объему) |
| Скорость потока элюента | 0,7 мл/мин |
| Рабочая длина волны | 268 нм |
| Чувствительность | 0,02 ед. абсорбции на шкалу |
| Объем вводимой пробы | 50 мкл |
| Время удерживания флудиоксонала | около 9 мин |
| Линейный диапазон детектирования | 2,5—25 нг |

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,5 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой № 1 для ВЭЖХ.

2.8. Обработка результатов анализа

Содержание флудиоксонала рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{C V}{m}, \text{ где}$$

X – содержание флудиоксонала в пробе, мг/кг; мг/л;

C – концентрация флудиоксонала в хроматографируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m – масса (или объем) анализируемого образца, г (мл).

3. Требования техники безопасности

При выполнении измерений концентраций флудиоксонала следует соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях в соответствии с «Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемиологического режима и личной гигиены при работе в лечебных и санитарно-эпидемиологических учреждениях системы МЗ СССР» (№ 2455-81 от 20.10.81), а также требования, изложенные в документации на прибор.

4. Разработчики

Ракитский В. Н., член-кор. РАМН, проф.; Юдина Т. В., д. б. н.; Федорова Н. Е., д. б. н.; Ларькина М. В., к. б. н. (зерно и солома хлебных злаков, зерно и зеленая масса кукурузы).

Федеральный научный центр гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (ФНЦГ им. Ф. Ф. Эрисмана).

141000, г. Мытищи Московской обл., ул. Семашко, д. 2, лаборатория аналитических методов контроля.

Телефон: (095) 586-1276.

Новицкий В. Ф., Марусич Н. И., Капуцкая В. К., Гинько Г. В. (вода, почва, картофель).

Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт. 220012, г. Минск, ул. Ф. Скорины, 8/47, тел. 394-375.

Талалакина Т. Н., Макеев А. М., к. б. н. (зеленая масса, семена и масло подсолнечника)

Всероссийский научно-исследовательский институт фитопатологии. 143050, Московская обл., п/о Большие Вяземы, тел. 592-92-20.

Таблица 2

Полнота определения Флудиоксонила в воде, почве, картофеле, зерне и соломе пшеницы, зерне и зеленой массе кукурузы
(6 повторностей для каждой концентрации)

| Среда | Внесено флудиоксонила, мг/кг (дм ³) | Обнаружено флудиоксонила, мг/кг | Полнота определения, % |
|------------------------|---|---------------------------------|------------------------|
| Вода | 0,005 | 0,0049 ± 0,0002 | 98,0 |
| | 0,01 | 0,0089 ± 0,0005 | 89,0 |
| | 0,02 | 0,0196 ± 0,0010 | 98,0 |
| | 0,05 | 0,0500 ± 0,0100 | 100,0 |
| Почва | 0,5 | 0,295 ± 0,015 | 59,0 |
| | 1,0 | 0,700 ± 0,036 | 70,0 |
| | 2,0 | 1,480 ± 0,077 | 74,0 |
| | 4,0 | 3,840 ± 0,200 | 96,0 |
| Картофель | 0,02 | 0,0016 ± 0,0002 | 80,0 |
| | 0,04 | 0,0328 ± 0,0033 | 82,0 |
| | 0,08 | 0,0660 ± 0,0067 | 82,5 |
| | 0,2 | 0,1500 ± 0,0140 | 75,0 |
| Зерно пшеницы | 0,01 | 0,0079 ± 0,0003 | 79,0 |
| | 0,02 | 0,0170 ± 0,0009 | 85,0 |
| | 0,04 | 0,0351 ± 0,0012 | 87,8 |
| | 0,1 | 0,0812 ± 0,0042 | 81,2 |
| Солома пшеницы | 0,01 | 0,0089 ± 0,0004 | 88,7 |
| | 0,02 | 0,0168 ± 0,0006 | 84,0 |
| | 0,04 | 0,0320 ± 0,0011 | 80,1 |
| | 0,1 | 0,0834 ± 0,0026 | 83,4 |
| Зерно кукурузы | 0,01 | 0,0086 ± 0,0009 | 86,3 |
| | 0,02 | 0,0168 ± 0,0010 | 83,9 |
| | 0,04 | 0,0322 ± 0,0019 | 80,4 |
| | 0,1 | 0,0816 ± 0,0054 | 81,6 |
| Зеленая масса кукурузы | 0,01 | 0,0083 ± 0,0006 | 83,0 |
| | 0,02 | 0,0169 ± 0,0010 | 84,5 |
| | 0,04 | 0,0335 ± 0,0029 | 85,2 |
| | 0,1 | 0,0829 ± 0,0056 | 82,5 |

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

Сборник методических указаний

Выпуск I

Редакторы Аколова 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