

**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**

**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 сульфометuron-метила в воде и почве методом высокозэффективной 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 тифлутрина 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 высокозэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2054-06.....	67
8. Методические указания по определению остаточных количеств флудиоксонила в зерне и масле сои методом высокозэффективной 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 высокозэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2057-06.....	101
11. Методические указания по определению остаточных количеств флуазифоп- <i>p</i> -бутила в семенах и масле рапса, подсолнечника, зерне и масле сои, зерне гороха и луке по основному метаболиту флуазифоп- <i>p</i> 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 высокозэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2059-06.....	117
13. Методические указания по определению остаточных количеств никосульфурана в масле кукурузы методом высокозэффективной 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 высокозэффективной 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  
Российской Федерации  
Г.И. Грищенко  
МУК 4.1.2055-06  
«10» декабрь 2006 г.

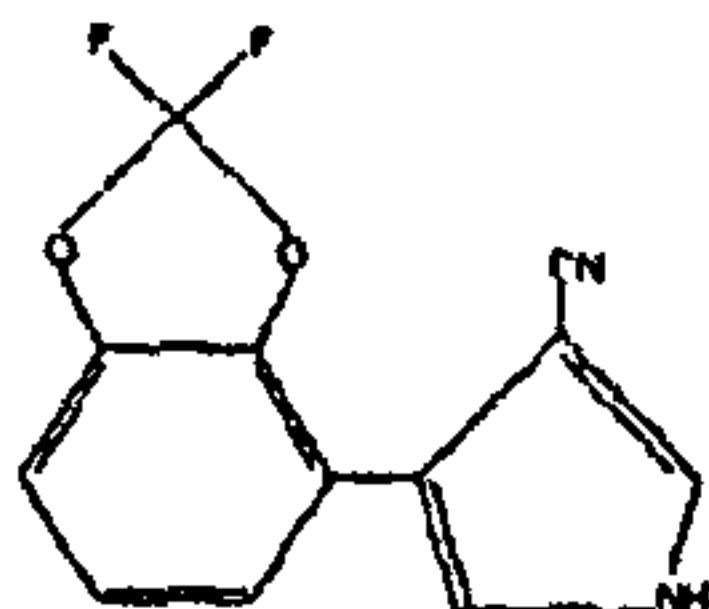
Дата введения: с 1 марта 2006г.

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ФЛУДИОКСОНИЛА  
В ЗЕРНЕ И МАСЛЕ СОИ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ  
ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоеффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации флудиоксонила в зерне и масле сои в диапазоне 0,02-0,2 мг/кг.

Флудиоксонил – действующее веществоfungицида Максим, КС (25 г/л), фирма производитель Сингента Кроп Протекши АГ (Швейцария)

4-(2,2-дифтор-1,3-бензодиоксол-4-ил)-пиррол-3-карбонитрил (ПУРАС)



$C_{12}H_6F_2N_2O_2$

Мол. масса: 248,2

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха. Температура плавления: 199,8°C. Давление паров при 25°C:  $3,9 \times 10^{-4}$  мПа. Коэффициент распределения н-октанол/вода:  $K_{ow} \log P = 4,12$ . Растворимость (г/дм<sup>3</sup>) при 25°C: ацетон - 190, этанол - 44, н-октанол - 20, толуол - 2,7, гексан - 0,008, вода - 0,0018.

В биологически активных почвах в аэробных условиях флудиоксонил быстро разлагается или переходит в прочносвязанное состояние:  $DT_{50} = 10-25$  дней.

#### *Краткая токсикологическая характеристика*

Острая пероральная токсичность ( $LD_{50}$ ) для крыс и мышей - > 5000 мг/кг; острая дермальная токсичность ( $LD_{50}$ ) для крыс - > 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность ( $LC_{50}$ ) для крыс - > 2600 мг/м<sup>3</sup> воздуха. Флудиоксонил не оказывает раздражающего действия на слизистые оболочки глаз и кожу кроликов и не обладает тератогенным, мутагенным и онкогенным эффектами. Фунгицид практически нетоксичен для птиц, рыб, пчел, диких животных, дождевых червей, дафний и водорослей.

Рекомендуемый норматив для флудиоксонила в зерне и масле сои – 0,02 мг/кг.

#### *Область применения препарата*

Флудиоксонил – контактный фунгицид широкого спектра действия с продолжительной активностью. Высокоэффективен против снежной плесени, твердой головни, гельминтоспориозной и фузариозной корневых гнилей на зерновых злаках, а также ризоктониоза, склеротиниоза, серой гнили и альтернариоза на винограде, косточковых плодовых, овощных и декоративных культурах.

Зарегистрирован в России под торговым названием Максим, КС (25 г/л) в качестве фунгицида для предпосевного проправливания семян зерновых культур, гороха, а также для обработки клубней картофеля перед закладкой на хранение. В настоящее время проходит регистрационные испытания в качестве проправителя семян сои.

#### **1. Метрологические характеристики метода**

Метрологические характеристики метода представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

#### **Метрологические параметры**

Анализируемый объект	Метрологические параметры, Р = 0,95, n = 20					
	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Относительное отклонение DS, %	Доверительный интервал среднего, %
Зерно	0,02	0,02 - 0,2	82,5	3,8	1,7	± 3,5
Масло	0,02	0,02 - 0,2	82,7	3,6	1,6	± 3,4

Таблица 2

Полнота определения флудиоксонила в модельных матрицах (n = 5)

Матрица	Внесено флудиоксонила, мг/кг	Открыто флудиоксонила, %	Доверительный интервал среднего, %
Зерно	0,02	80,0	4,5
	0,04	81,6	3,7
	0,10	83,6	3,5
	0,20	84,7	3,1
Масло	0,02	80,3	±4,1
	0,04	82,0	±3,9
	0,10	83,7	±3,5
	0,20	85,0	±2,1

## 2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором. Контроль флудиоксонила в матрицах осуществляется по содержанию вещества после экстракции его из зерна и масла ацетонитрилом, очистки экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей, а также на колонке с оксидом алюминия.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства,

реактивы и материалы

### 3.1. Средства измерений

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым Номер Госреестра

детектором с переменной длиной волны (фирмы

Клауэр, Германия)

Весы аналитические ВЛА-200

ГОСТ 24104

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим

ГОСТ 7328

пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой

погрешности +/- 0,036 г

Колбы мерные вместимостью 2-100-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой вместимостью 5 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770
Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50, 100, 500 и 1000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770
Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.	

### *3.2. Реактивы*

Флудиоксонил, аналитический стандарт с содержанием  
д.в. 99,8% (Сингента, Швейцария)

Ацетонитрил, хч	ТУ 6-09-3534-87
Вода бидистиллированная	ГОСТ 6702
и-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166
Этиловый эфир уксусной кислоты, ч	ГОСТ 22300
Эфир диэтиловый	ГОСТ 6265-74

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или  
более высокой квалификацией.

### *3.3. Вспомогательные устройства, материалы*

Ванна ультразвуковая, модель D-50, фирма Branson Instr. Co. (США)

Воронка Бюхнера

ГОСТ 0147

Воронки делительные вместимостью 100 см<sup>3</sup>

ГОСТ 25336

Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм

ГОСТ 25336

Дефлегматор елочный

ГОСТ 9737

Колба Бунзена

ГОСТ 5614

Колбы плоскодонные вместимостью 250 см<sup>3</sup>

ГОСТ 9737

Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 25 и 150 см<sup>3</sup>

ГОСТ 9737

Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см

ГОСТ 9737

Мельница электрическая лабораторная

ТУ 46-22-236

Оксид алюминия нейтральный (Вельм, Германия) 1 степени

активности для колоночной хроматографии

**Стаканы химические вместимостью 100 и 500 см<sup>3</sup>**

**Стекловата**

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или **ТУ 25-11-917**

ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi (Швейцария)

**Установка для перегонки растворителей**

Хроматографическая колонка стальная, длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Кромасил 100-C18 (5 мкм)

Шприц для ввода образцов в жидкостной хроматограф вместимостью 50 - 100 мкм<sup>3</sup> (Hamilton, США)

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими характеристиками.

#### **4. Требования безопасности**

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реагентами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в технической документации на жидкостной хроматограф.

4.2. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004.

#### **5. Требования к квалификации операторов**

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя с опытом работы на жидкостном хроматографе.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

#### **6. Условия измерений**

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20±5)<sup>0</sup>С и относительной влажности не более 80%.
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## **7. Подготовка к выполнению измерений**

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с оксидом алюминия.

### **7.1. Очистка органических растворителей**

#### **7.1.1. Очистка *n*-гексана**

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты до прекращения ее окрашивания в желтый цвет, затем водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

#### **7.1.2. Очистка этилацетата**

Этилацетат промывают последовательно 5%-ным водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют.

#### **7.1.3. Очистка диэтилового эфира**

Растворитель предварительно встряхивают со свежеприготовленным раствором железного купороса, а затем последовательно промывают 0,5%-ным раствором перманганата калия, 5%-ным раствором гидроксида натрия и водой, после чего сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

### **7.2. Подготовка колонки с оксидом алюминия для очистки экстракта**

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 8-10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 10 г оксида алюминия V степени активности в 20 см<sup>3</sup> гексана (оксид алюминия V степени активности по Брокману получают добавлением 15% воды к оксиду алюминия I степени активности). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 20 см<sup>3</sup> смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек., после чего она готова к работе.

### **7.3. Проверка хроматографического поведения флуоресцина на колонке с оксидом алюминия**

В круглодонную колбу вместимостью 10 см<sup>3</sup> помещают 0,5 см<sup>3</sup> градуировочного раствора № 1 флуоресцина с концентрацией 10 мкг/см<sup>3</sup> в ацетонитриле (п. 7.6.2), раствор упаривают досуха, остаток растворяют в 0,6 см<sup>3</sup> этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., добавляют 2,4 см<sup>3</sup> гексана, перемешивают, вновь

помещают в ультразвуковую баню на 1 мин. Раствор наносят на колонку, подготовленную по п.7.2. Промывают колонку 50 см<sup>3</sup> смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек. Фракционно (по 5 см<sup>3</sup>) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 см<sup>3</sup> ацетонитрила, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., вносят 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы, подготовленной по п. 7.4., перемешивают и анализируют на содержание флудиоксонила по п.9.4.

#### *7.4. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ*

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 500 см<sup>3</sup> ацетонитрила, 500 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, перемешивают, фильтруют через мембранный фильтр.

#### *7.5. Кондиционирование хроматографической колонки*

Промывают колонку подвижной фазой (приготовленной по п. 7.4.) при скорости подачи растворителя 1 см<sup>3</sup>/мин не менее 2-х часов до установления стабильной базовой линии.

#### *7.6. Приготовление градуировочных растворов*

*7.6.1. Исходный раствор флудиоксонила для градуировки (концентрация 100 мкг/см<sup>3</sup>).* В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,010 г флудиоксонила, растворяют в 40-50 см<sup>3</sup> ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в морозильной камере при температуре не выше -18<sup>0</sup>С в течение 3-х месяцев.

*7.6.2. Раствор флудиоксонила №1 для градуировки (концентрация 10 мкг/см<sup>3</sup>).*

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 10 см<sup>3</sup> исходного раствора флудиоксонила с концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup> (п.7.6.1.), разбавляют ацетонитрилом до метки. Этот раствор используют для приготовления рабочих градуировочных растворов №№ 2-5.

Для приготовления проб зерна и масла с внесением при оценке полноты извлечения флудиоксонила из исследуемых образцов используют ацетоновый раствор флудиоксонила с концентрацией 10 мкг/см<sup>3</sup>.

Градуировочный раствор № 1 и ацетоновый раствор флудиоксонила хранят в морозильной камере при температуре не выше -18<sup>0</sup>С в течение месяца.

*7.6.3. Рабочие растворы №№ 2-5 флудиоксонила для градуировки (концентрация 0,05-0,5 мкг/см<sup>3</sup>).*

В 4 мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,5, 1,0, 2,5 и 5,0 см<sup>3</sup> градуировочного раствора № 1 флудиоксонила с концентрацией 10 мкг/см<sup>3</sup> (п.7.6.2),

доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.4., тщательно перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2-5 с концентрацией флуидоксонила 0.05, 0.1, 0.25 и 0.5 мкг/см<sup>3</sup>, соответственно.

Растворы готовят непосредственно перед использованием.

### 7.7. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика (мм) от концентрации флуидоксонила в растворе (мкг/см<sup>3</sup>), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора (п.7.6.3) и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.4. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

## 8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТом 10852-86 «Семена масличные. Правила приемки и методы отбора проб».

Пробы зерна высушивают до стандартной влажности и хранят в холодильнике при температуре не выше 4°С. Масло хранят в стеклянной или полистироловой таре в холодильнике при температуре не выше 4°С. В некоторых случаях масло получают из зерна сои экстракцией органическими неполярными растворителями (петролейный и дизелиловый эфиры) непосредственно перед проведением анализа.

## 9. Выполнение определения

### 9.1. Экстракция флуидоксонила

9.1.1. Зерно. Образец размолотого зерна массой 10 г помещают в плоскодонную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 100 см<sup>3</sup> ацетонитрила и помещают в ультразвуковую ванну на 5 мин. Раствор (с осадком) фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр в колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Осадок на фильтре промывают 25 см<sup>3</sup> ацетонитрила. Экстракт и промывную жидкость, объединенные в мерном цилиндре, перемешивают, измеряют объем раствора и ¼ его часть (эквивалентную 5 г образца) переносят в круглодонную колбу. Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.

9.1.2. Масло. Образец масла массой 5 г вносят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> гексана, перемешивают. В воронку вносят 30 см<sup>3</sup> ацетонитрила, интенсивно встряхивают воронку в течение 2-х мин. После полного разделения фаз нижний ацетонитрильный слой отделяют и собирают в химический стакан вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Операцию экстракции масляной фазы повторяют еще

дважды, используя по 20 см<sup>3</sup> ацетонитрила. Дальнейшую очистку объединенного ацетонитрильного экстракта проводят по п. 9.2.

### ***9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей***

Экстракты, полученные по пп. 9.1.1. и 9.1.2., переносят в делительную воронку вместимостью 200 см<sup>3</sup>, прибавляют 20 см<sup>3</sup> гексана и воронку интенсивно встряхивают в течение 2-х мин. После разделения фаз нижний ацетонитрильный слой переносят в круглодонную колбу и упаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре 40°C. Остаток в круглодонной колбе растворяют в 20 см<sup>3</sup> смеси ацетонитрил-вода (3:7, по объему) и переносят в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>. В воронку вносят 20 см<sup>3</sup> смеси гексан-диэтиловый эфир (4:1, по объему), интенсивно встряхивают воронку в течение 2-х мин. После разделения фаз верхний органический слой отделяют, фильтруют через слой безводного сульфата натрия, помещенный на бумажный фильтр в конусной воронке, в круглодонную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Операцию экстракции водно-ацетонитрильной фазы повторяют еще дважды, используя по 15 см<sup>3</sup> смеси гексан-диэтиловый эфир (4:1, по объему). Объединенную органическую фазу, пропущенную через слой сульфата натрия, упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30°C.

### ***9.3. Очистка экстракта на колонке с оксидом алюминия***

Сухой остаток в круглодонной колбе, полученный по п.9.2., растворяют в 0,6 см<sup>3</sup> этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., добавляют 2,4 см<sup>3</sup> гексана, перемешивают, вновь помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку, подготовленную по п. 7.2. Колбу обмывают 3 см<sup>3</sup> смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему), которые также наносят на колонку. Промывают колонку 35 см<sup>3</sup> смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек., отбрасывают первые 10 см<sup>3</sup> элюата и собирают последующие 25 см<sup>3</sup> в круглодонную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 40°C. Остаток в колбе растворяют в 1 см<sup>3</sup> ацетонитрила, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., вносят 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы, подготовленной по п. 7.4., перемешивают и анализируют на содержание флуоресцина по п. 9.4.

### ***9.4. Условия хроматографирования***

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором (фирмы Knauf, Германия)

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

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил-вода (50:50, по объему)

Скорость потока элюента: 0,8 см<sup>3</sup>/мин

Рабочая длина волны: 268 нм

Чувствительность: 0,005 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 20 мм<sup>3</sup>

Ориентировочное время выхода флудиоксонила: 10,5 - 11 мин.

Линейный диапазон детектирования: 1 - 10 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,5 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют подвижной фазой, приготовленной по п. 7.4.

Альтернативная подвижная фаза: Диасорб 130-С16

Ориентировочное время выхода флудиоксонила: 9,6 - 10,3 мин.

#### 10. Обработка результатов анализа

Содержание флудиоксонила рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \times A \times V}{H_0 \times m}$$

X - содержание флудиоксонила в пробе, мг/кг;

H<sub>1</sub> - высота пика образца, мм;

H<sub>0</sub> - высота пика стандарта, мм;

A - концентрация стандартного раствора флудиоксонила, мкг/см<sup>3</sup>;

V - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см<sup>3</sup>;

m - масса анализируемой части образца (г) / для зерна и масла - 5 г/.

#### 11. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1-6.2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

**12. Разработчики**

Талалакина Т.Н., науч. сотр.; Макеев А.М., зав. лаб., канд. биол. наук

ВНИИ фитопатологии, 143050 Московская обл., п/о Большие Вяземы

592-92-20

Подпись руки Талалакиной Т.Н. и Макеева А.М. заверяю

Зав. канцелярией ВНИИФ

Баскаков (Башаров Г.Г.)

