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 4.1.2076—4.1.2088—06

Издание официальное

Москва, 2009

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

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

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2076—4.1.2088—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 — 188с.

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. 11,75

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 глюфосинат аммония и его метаболита в зерне гороха газохроматографическом методом. МУК 4.1.2076-06.....4
2. Методические указания по измерению концентраций дикамбы в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2077-06.....22
3. Методические указания по определению остаточных количеств квинклорака в зерне риса методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2078-06.....35
4. Методические указания по определению остаточных количеств квинклорака в зерне риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2079-06.....49
5. Методические указания по определению остаточных количеств люфенурона в томатах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2080-06.....62
6. Методические указания по определению остаточных количеств метамитрона в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной, столовой и кормовой свеклы методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2081-06.....72
7. Методические указания по определению остаточных количеств Трибенурон-метила в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2082-06.....87
8. Методические указания по определению остаточных количеств тиаметоксама в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2083-06.....106
9. Методические указания по определению остаточных количеств тебуконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2084-06.....120
10. Методические указания по измерению концентраций тринексапак-этила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2085-06.....132
11. Методические указания по определению остаточных количеств тринексапак-этила и его основного метаболита тринексапака-кислоты в воде, тринексапак-этила по метаболиту тринексапаку-кислоте в почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2086-06.....142
12. Методические указания по определению остаточных количеств Альфа-циперметрина в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2087-06.....162
13. Методические указания по измерению концентраций эсфенвалерата в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2088-06.....176

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный врач
Российской федерации

Г.Г. Онищенко

«20» июля 2006г.

Дата введения: 21 сентября 2006 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ЛЮФЕНУРОНА В ТОМАТАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

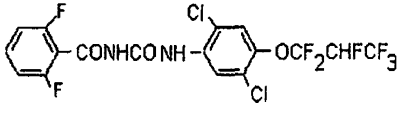
МУК 4.1.2080-06

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации люфенурона в томатах в диапазоне 0,02-0,2 мг/кг.

Люфенурон – действующее вещество инсектицида Матч, КЭ (50 г/л), фирма производитель Сингента Кроп Протекшн АГ (Швейцария).

(RS)-1-/2,5-дихлор-4-(1,1,2,3,3.3-гексафторпропокси)фенил/-3-(2,6-дифторбензоил)мочевина (ИЮПАК)

N-///2,5-дихлор-4-(1,1,2,3,3.3-гексафторпропокси)фенил/амино/карбонил/-2,6-дифторбензамид (С.А.).



$C_{17}H_8Cl_2F_8N_2O_3$

Мол. масса: 511,2

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха, Температура плавления: 168,7-169,4^{0}С. Давление паров при 25^{0}С: 4x10^{-6} Па. Коэффициент распределения н-октанол-

вода: K_{ow} log P = 5,12. Растворимость (г/дм^3) при 20^{0}C: ацетон – 460, толуол – 72, этанол – 41, гексан – 0,13; растворимость в воде – 0,00006.

Вещество стабильно на воздухе и на свету, медленно гидролизуется в водных растворах при pH 5-9 (DT_{50} = 160 дней (pH 5), 70 дней (pH7) и 32 дня (pH9).

В биологически активных почвах в аэробных условиях люфенурон быстро разлагается почвенными микроорганизмами: DT_{50} = 13-20 дней.

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс и мышей – более 2000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс - более 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LD_{50}) для крыс – более 2350 мг/м^3 воздуха. Люфенурон не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз кролика. LC_{50} для рыб 30-70 мг/дм^3 (96 час.). Инсектицид нетоксичен для диких животных, птиц, пчел, земляных червей, почвенных микроорганизмов и токсичен для дафний.

Рекомендуемый норматив для люфенурона в томатах – 0,1 мг/кг.

Область применения препарата

Люфенурон – инсектоакарицид из группы ингибиторов синтеза хитина, эффективно уничтожает листогрызущие личинки чешуекрылых и жесткокрылых, эриофиидных клещей на хлопчатнике, овощных и декоративных культурах, винограде, семечковых плодовых, картофеле и кукурузе в течение вегетационного периода.

Зарегистрирован в России под торговым названием Матч, КЭ (50 г/л) в качестве инсектицида для обработки яблоневых садов, посадок картофеля и томатов при норме расхода препарата 0,3-1,0 л/га и одно- или двукратной обработке.

1. Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P=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 %
Томаты	0,02	0,02-0,2	84,2	3,6	1,6	+/-3,4

Таблица 2

Полнота определения люфенурона в модельной матрице (n = 5)

Матрица	Внесено мг/кг	Открыто %	Доверительный интервал среднего результата, %
	0,02	81,2	+/- 3,6
Томаты	0,04	84,1	+/- 3,3
	0,1	85,0	+/- 2,7
	0,2	86,5	+/- 2,8

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором. Контроль люфенурона в матрице осуществляется по содержанию вещества после экстракции его из плодов метанолом, очистки экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей, а также на колонке с силикагелем и концентрирующем патроне Диапак С8.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1 Средства измерений

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирма Knauer, Германия)	Номер Госреестра № 16848-03
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 2104
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности +/- 0,038 г	ГОСТ 7328
Колбы мерные вместимостью 2-100-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0;2,045,0;10,0 см^3	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой вместимостью 5 см^3	ГОСТ 1770

Цилиндры мерные 2-го класса точности ГОСТ 1770
вместимостью 25, 50, 100, 500 и 1000 см^3

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Люфенурон, аналитический стандарт с содержанием
д.в. 99,7% (Сингента, Швейцария)

Ацетонитрил для хроматографии, хч	ТУ 6-09-3534-87
Вода бидистиллированная или деионизованная	ГОСТ 6702
н-Гексан, хч	ТУ 6-09-3375
Метилен хлористый (дихлорметан), хч	ГОСТ 12794
Метиловый спирт (метанол), хч	ГОСТ 6995
Натрий сернокислый, безводный, хч	ГОСТ 4166
Этиловый эфир уксусной кислоты, ч	ГОСТ 22300

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 250 см^3	ГОСТ 25336
Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм	ГОСТ 25336
Гомогенизатор	МРТУ 42-1505
Дефлегматор елочный	ГОСТ 9737
Колба Бунзена вместимостью 500 см^3	ГОСТ 5614
Колбы круглодонные на шлифе вместимостью 50 и 100 см^3	ГОСТ 9737

Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см и
внутренним диаметром 8-10 мм

Колонка хроматографическая, стальная, длиной 15 см, внутренним
диаметром 4,0 мм, содержащая Диасфер 110-С18 (5 мкм)

Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или	ТУ 25-11-917

ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi (Швейцария)

Стаканы химические вместимостью 100 и 500 см^3	ГОСТ 25336

Стекловата

Установка для перегонки растворителей

Фильтры бумажные «красная лента», обеззоленные ТУ 6-09-2678

или фильтры из хроматографической бумаги Ватман 3ММ

Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа

вместимостью 20-100 мм^3

Шприц медицинский с разъемом Льюера вместимостью 10 см^3 ГОСТ 22090

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 реактивами 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)^{0}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 силикагелем и концентрирующих патронов Диапак С8.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора не менее 1 часа, после чего перегоняют. Перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом натрия.

7.1.2. Очистка н-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.

7.1.3. Очистка этилацетата

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

7.2. Подготовка колонки с силикагелем 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 5 г силикагеля в 20 $см^3$ гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 20 $см^3$ этилацетата со скоростью 1-2 капли в сек., затем 30 $см^3$ смеси гексан-этилацетат (9:1, по объему). После этого колонка готова к работе.

7.3. Проверка хроматографического поведения люфенурона на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу вместимостью 10 $см^3$ помещают 1 $см^3$ градуировочного раствора № 1 люфенурона с концентрацией 1 мкг/$см^3$ в ацетонитриле (п. 7.6.2) и отдувают растворитель током азота. Остаток растворяют в 0,3 $см^3$ этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., добавляют 2,7 $см^3$ гексана, перемешивают и вновь помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку с силикагелем, подготовленную по п.7.2. Промывают колонку 50 $см^3$ смеси гексан-этилацетат (9:1, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек., элюат отбрасывают. Затем колонку промывают 60 $см^3$ смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему). Фракционно (по 10 $см^3$) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 $см^3$ ацетонитрила, помещая

в ультразвуковую ванну на 1 мин., вносят 1 см^3 подвижной фазы, подготовленной по п. 7.5., перемешивают и анализируют на содержание люфенурона по п. 9.5.

7.4. Подготовка концентрирующего патрона Диапак С8

Концентрирующий патрон Диапак С8 промывают с помощью медицинского шприца 5 см^3 ацетонитрила со скоростью прохождения растворителя через патрон 1-2 капли в сек., затем 5 см^3 бидистиллированной воды. Патрон готовят непосредственно перед использованием для очистки экстракта.

7.5. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 700 см^3 ацетонитрила, 300 см^3 деионизованной воды, перемешивают, фильтруют через мембранный фильтр.

7.6. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку для ВЭЖХ подвижной фазой, приготовленной по п. 7.5., при скорости подачи растворителя 1 см^3/мин. не менее 2-х часов до установления стабильной базовой линии.

7.7. Приготовление градуировочных растворов

7.7.1. Исходный раствор люфенурона для градуировки (концентрация 100 мкг/см^3). В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 0,010 г люфенурона, растворяют в 40-50 см^3 ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в морозильной камере при температуре –18^{0}С в течение 3-х месяцев.

7.7.2. Раствор люфенурона № 1 для градуировки (концентрация 10 мкг/см^3).

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 10 см^3 исходного раствора люфенурона с концентрацией 100 мкг/см^3 (п.7.7.1.), разбавляют ацетонитрилом до метки. Этот раствор используют для приготовления рабочих градуировочных растворов №№ 2-5, а также проб плодов томата с внесением при оценке полноты извлечения люфенурона из исследуемых образцов.

Градуировочный раствор № 1 хранят в морозильной камере при температуре не выше –18^{0}С в течение месяца.

7.7.3. Рабочие растворы №№ 2-5 люфенурона для градуировки (концентрация 0,05 – 0,5 мкг/см^3). В 4 мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают 0,5 . 1,0 , 2,5 и 5,0 см^3 градуировочного раствора № 1 люфенурона с концентрацией 10 мкг/см^3 (п. 7.7.2.), доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.5., тщательно

перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2-5 с концентрацией люфенурона 0,05 , 0,1 , 0,25 и 0,5 мкг/см^3, соответственно.

Растворы готовят непосредственно перед употреблением.

7.8. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика (мм) от концентрации люфенурона в растворе (мкг/см^3), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм^3 каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.5.

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТом 1725-85 «Томаты свежие». Пробы плодов томата хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более 1 дня; для длительного хранения пробы замораживают и хранят при температуре –18^{0}С. Перед анализом плоды томата измельчают ножом.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция люфенурона

Образец плодов томата массой 25 г помещают в гомогенизатор, добавляют 100 мл метанола и гомогенизируют 3 минуты при 10000 об/мин. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Остаток на фильтре промывают 50 мл метанола. Экстракт и промывную жидкость переносят в химический стакан вместимостью 500 см^3, перемешивают, измеряют объем раствора, 1/5 его часть (эквивалентна 5 г образца) переносят в делительную воронку вместимостью 250 см^3. Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К экстракту, полученному по п. 9.1. и помещенному в делительную воронку, прибавляют 60 см^3 деионизованной воды, перемешивают. В воронку вносят 30 см^3 хлористого метилена, интенсивно встряхивают воронку в течение 2 минут. После полного разделения фаз нижний дихлорметановый слой отделяют, фильтруют через слой безводного сульфата натрия в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3. Операцию экстракции водометанольной фазы повторяют еще дважды, используя по 20 см^3 хлористого метилена. Объединенный дихлорметановый экстракт упаривают

досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 30^{0}С и подвергают дополнительной очистке на колонке по п.9.3.

9.3. Очистка экстракта на колонке с силикагелем

Сухой остаток в круглодонной колбе, полученный по п.9.2., растворяют в 0,5 см^3 этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., добавляют 2,5 см^3 гексана, перемешивают, вновь помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку, подготовленную по п.7.2. Колбу обмывают 3 см^3 смеси гексан-этилацетат (9:1, по объему), которые также наносят на колонку. Промывают колонку 50 см^3 смеси гексан-этилацетат (9:1, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек., элюат отбрасывают. Люфенурон элюируют с колонки 50 см^3 смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему), собирая элюат непосредственно в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3. Раствор упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40^{0}С, и остаток подвергают дополнительной очистке на концентрирующем патроне Диапак С8 по п. 9.4.

9.4. Очистка экстракта на концентрирующем патроне Диапак С8

Сухой остаток в круглодонной колбе, полученный по п. 9.3., растворяют в 0,8 см^3 ацетонитрила, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., добавляют 1,2 см^3 деионизованной воды, перемешивают, вновь помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор вносят с помощью медицинского шприца на концентрирующий патрон Диапак С8, подготовленный по п. 7.4., со скоростью 1-2 капли в сек. Колбу обмывают 1 см^3 смеси ацетонитрил-вода (4:6, по объему), которые также вносят на патрон. После нанесения пробы патрон промывают 6 см^3 смеси ацетонитрил-вода (4:6, по объему), элюат отбрасывают. Люфенурон элюируют с патрона 17 см^3 смеси ацетонитрил-вода (5:5, по объему), отбрасывая первые 6 см^3 элюата и собирая последующие 11 см^3 элюата в круглодонную колбу вместимостью 50 см^3. Раствор упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40^{0}С. Остаток в колбе растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., вносят 1 см^3 подвижной фазы, подготовленной по п. 7.5., перемешивают и анализируют на содержание люфенурона по п.9.5.

9.5. Условия хроматографирования

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором (фирмы Knauer, Германия)

Колонка стальная длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, заполненная Диасфером 110-С18 (5 мкм)

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил - вода (7:3, по объему)

Скорость потока элюента: 0,7 $см^3$/мин

Рабочая длина волны: 254 нм

Чувствительность детектора: 0,005 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 20 $мм^3$

Время удерживания люфенурона: 12,5 мин.

Линейный диапазон детектирования: 1 – 10 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,5 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой, приготовленной по п. 7.5.

Альтернативная неподвижная фаза: Диасорб 130-С16 (5 мкм)

Время удерживания люфенурона: около 12 минут

10. Обработка результатов анализа

Содержание люфенурона рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

X – содержание люфенурона в пробе, мг/кг;

H_1 – высота пика образца, мм;

H_0 - высота пика стандарта, мм;

A - концентрация стандартного раствора люфенурона, мкг/$см^3$;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, $см^3$;

m – масса анализируемой части образца, г (для плодов – 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.

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

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

Зав. канцелярией ВНИИФ (Банюлис Г.Г)