

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 4.1.1833—4.1.1838—04, МУК 4.1.1848—4.1.1864—04,
МУК 4.1.1872—4.1.1875—04

Выпуск 6

Издание официальное

Москва, 2009

«УТВЕРЖДАЮ»

Первый зам. Министра здравоохранения РФ,
Главный Государственный санитарный врач РФ
Г.Г. Онищенко

« 5 » *октября*

2004 г.

МУК 4.1. 1850-04

Дата введения: 1 июля 2004 г.

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ АЦЕТАМИПРИДА
В ВОДЕ, ПОЧВЕ, БОТВЕ И КЛУБНЯХ КАРТОФЕЛЯ, ЗЕРНЕ И
СОЛОМЕ ЗЕРНОВЫХ КОЛОСОВЫХ КУЛЬТУР.**

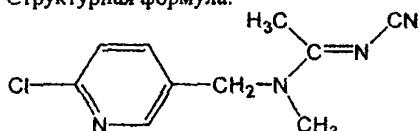
1. Вводная часть

Торговое наименование: Снейк.

Фирма производитель: Агротрейд.

Действующее вещество: Ацетамиприд.

Структурная формула:



(E)-N¹-[(6-хлор-3-пиридинил)метил] -N²-циано- N¹- метилацетамидин (IUPAC).

(E)-N-[(6-хлор-3-пиридинил)метил] -N'-циано- N- метилэтанимидамид (СА).

Брутто формула: C₁₀H₁₁ClN₄.

Мол. масса: 222,7.

Химически чистый ацетамиприд представляет собой бесцветные кристаллы.

Температура плавления 98,9°C.

Давление паров: <1 x 10⁻³ мPa (25°C).

Коэффициент распределения в системе n-октанол-вода K_{ow} lgP=0.80 (25°C).

Растворимость при 25°C в воде – 4.25 г/л. Растворим в ацетоне (>200 г/л), метаноле, этаноле, дихлорметане, хлороформе (>200 г/л), ацетонитриле (>200 г/л) и тетрагидрофуране.

Стабилен в буферных растворах при pH 4, 5, 7. Медленно разлагается при pH 9 (период полураспада 420 дней). Устойчив к воздействию солнечного света. pKa 0.7.

Медленно деградирует на (или в) растениях с образованием 5 идентифицированных метаболитов.

Острая пероральная токсичность LD₅₀ для крыс: самцы – 217 мг/кг; самки – 146 мг/кг. Острая дермальная токсичность LD₅₀ (14 дней) для крыс обоих полов – более 2000 мг/кг. Не ирритант для глаз и кожи (кролики). Острая ингаляционная токсичность LC₅₀ (4 часа) для крыс обоих полов – более 0,29 мг/л. LC₅₀ (24–96 часов): для карпа – более 100 мг/л; для дафнии – более 200 мг/л.

Агонист никотин ацетилхолиновых рецепторов, действующий на синапсы в ЦНС насекомых. Ацетамиприд – системный инсектицид, обладающий трансляминарной активностью, контактного и желудочного действия. Используется для контроля тли,

Hemiptera, Thysanoptera и Lepidoptera путем обработки почвы и зеленой массы растений, на широком диапазоне культур, особенно на овощных, плодовых и чае.

Гигиенические нормативы для ацетамиприда в России

ОДК в почве – 0.06 мг/кг, ПДК в воде водоемов – 0.02 мг/дм³, ОБУВ в воздухе рабочей зоны – 0.2 мг/м³. МДУ для ацетамиприда в огурцах и томатах – 0.03 мг/кг, в картофеле и пшенице – 0.5 мг/кг.

Методика определения ацетамиприда в воде, почве, ботве и клубнях картофеля, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом ВЭЖХ

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении ацетамиприда методом ВЭЖХ с использованием УФ детектора после его извлечения из образцов водно-ацетоновой смесью 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 |
|---------------------------|---------------------------|---|--|---|---|
| Вода | 0.002 | 0.002–0.02 | 88.7 | 6.9 | 6.0 |
| Почва | 0.01 | 0.01–0.1 | 83.8 | 6.9 | 6.0 |
| Ботва картофеля | 0.02 | 0.02–0.2 | 85.1 | 6.7 | 5.9 |
| Клубни картофеля | 0.01 | 0.01–0.1 | 86.8 | 6.7 | 5.9 |
| Солома зерновых колосовых | 0.04 | 0.04–0.4 | 82.9 | 6.4 | 5.6 |
| Зерно зерновых колосовых | 0.01 | 0.01–0.1 | 83.0 | 6.5 | 5.7 |

Таблица 2

Полнота определения ацетамиприда в воде, почве, ботве и клубнях картофеля, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом ВЭЖХ
(n = 6 для каждой концентрации)

| Среда | Внесено, мг/кг | Найдено, мг/кг | Стандартное отклонение, ± | Полнота определения, % |
|---------------------------|----------------|----------------|---------------------------|------------------------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Вода | 0.002 | 0.00182 | 0.00013 | 91.0 |
| | 0.004 | 0.00361 | 0.00028 | 90.3 |
| | 0.01 | 0.00861 | 0.00077 | 86.1 |
| | 0.02 | 0.0175 | 0.0013 | 87.5 |
| Среднее | | | | 88.7 |
| Почва | 0.01 | 0.00852 | 0.0008 | 85.2 |
| | 0.02 | 0.0169 | 0.0014 | 84.5 |
| | 0.05 | 0.0417 | 0.0029 | 83.3 |
| | 0.1 | 0.0821 | 0.0069 | 82.1 |
| Среднее | | | | 83.8 |
| Ботва картофеля | 0.02 | 0.0167 | 0.0013 | 83.6 |
| | 0.04 | 0.0343 | 0.0031 | 85.8 |
| | 0.1 | 0.0850 | 0.0052 | 85.0 |
| | 0.2 | 0.1716 | 0.0154 | 85.8 |
| Среднее | | | | 85.1 |
| Клубни картофеля | 0.01 | 0.00859 | 0.0007 | 85.9 |
| | 0.02 | 0.0174 | 0.0015 | 87.0 |
| | 0.05 | 0.043 | 0.0032 | 86.2 |
| | 0.1 | 0.0879 | 0.0059 | 87.9 |
| Среднее | | | | 86.8 |
| Солома зерновых колосовых | 0.04 | 0.0323 | 0.0030 | 80.8 |
| | 0.08 | 0.0681 | 0.0051 | 85.1 |
| | 0.2 | 0.163 | 0.011 | 81.4 |
| | 0.4 | 0.338 | 0.025 | 84.4 |
| Среднее | | | | 82.9 |
| Зерно зерновых колосовых | 0.01 | 0.00811 | 0.0007 | 81.1 |
| | 0.02 | 0.0167 | 0.0013 | 83.7 |
| | 0.05 | 0.0422 | 0.0036 | 84.4 |
| | 0.1 | 0.0827 | 0.0051 | 82.7 |
| Среднее | | | | 83.0 |

2.1.3. Избирательность метода

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

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, оч, ТУ 6-09-3513-86.

Ацетонитрил для ВЭЖХ, "В-230НМ" или х.ч., ТУ 6-09-3534-87.

Бумажные фильтры "красная лента", ТУ 6.091678-86.
Вода бидистиллированная, деионизированная, ГОСТ 6709-79.
Дихлорметан, х.ч., ТУ 6-09-3716-80.
Ацетамиприд, аналитический стандарт с содержанием д.в. 100% (Nippon Soda Co., Ltd).
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 (25:75, по объему).
Силикагель для колоночной хроматографии 60 (0.040–0.063 mm) (Merck, Германия).
Стекловата.
Фосфора пентоксид, ч., МРТУ 6-09-5759-69.
Элюент №1 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (50:50, по объему).
Элюент №2 для колоночной хроматографии: смесь гексан – этилацетат (10:90, 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) с дегазатором и автоматическим пробоотборником или аналогичный.
Колонка Symmetry C-18, (250x4.6) мм, 5 мкм (Waters).
Предколонка Waters Symmetry C-18.
Весы аналитические ВЛА-200, ГОСТ 34104-80Е или аналогичные.
Гомогенизатор, МРТУ 42-1505-63.
Установка ультразвуковая «Серыга», ТУ 3.836.008.
Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая ЛМЗ, ТУ 1-01-0593-79.
Ротационный испаритель вакуумный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74 или аналогичный.
Бидистиллятор.
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 см³, ГОСТ 1770-74.
Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100 и 1000 см³, ГОСТ 1770-74.
Пипетки мерные вместимостью 1, 2, 5, 10 см³, ГОСТ 20292-74.
Колонки стеклянные (25x1) см.

2.4. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051-79 от 21.08.79). Пробы зерна и соломы для определения остатков в урожае хранят в бумажной или тканевой упаковке при комнатной температуре. Для длительного хранения пробы почвы подсушиваются при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы

могут храниться в течение года. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, зерно (семена) и солому измельчают на лабораторной мельнице. Пробы ботвы и клубней картофеля хранят до анализа в морозильной камере при температуре не выше -18°C в течение месяца. Перед анализом их гомогенизируют.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Подготовка и очистка реагентов и растворителей

Органические растворители перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан и хлористый метилен 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 поташем (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 0,05M раствора K_2CO_3 6,9г карбоната калия помещают в мерную колбу ёмкостью 1000 см³, растворяют при перемешивании в 600 см³ дистиллированной воды и доводят объём раствора до метки.

Для приготовления 1M раствора $NaOH$ 40г едкого натра помещают в мерную колбу ёмкостью 1000 см³, растворяют при перемешивании в 600 см³ дистиллированной воды и доводят объём раствора до метки.

Для приготовления 0,02M раствора $NaOH$ 20мл 1M раствора едкого натра помещают в мерную колбу ёмкостью 1000 см³ и доводят объём раствора до метки дистиллированной водой.

Для приготовления подвижной фазы смешивают ацетонитрил с водой в соотношении 25:75 по объему, используя мерные цилиндры.

Для приготовления элюента №1 в колбе на 1000 мл смешивают 500 мл н-гексана и 500 мл этилацетата. Для приготовления элюента №2 в колбе на 1000 мл смешивают 100 мл н-гексана и 900 мл этилацетата.

Приготовление стандартного и градуировочных растворов

Берут точную навеску ацетамиприда (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 (20:80, по объему).

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

При изучении полноты открытия ацетамиприда 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.

2.5.4. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация ацетамиприда в растворе) в хроматограф вводят по 20 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 ацетамиприда 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 (50:50, 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 ацетамиприда на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора ацетамиприда с концентрацией 10 мкг/мл. Отдывают растворитель током теплого воздуха (температура не выше 40°C), 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 100 мл элюента №1, которые отбрасывают, затем 100 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 ацетамиприда по п. 2.6.7.

Фракции, содержащие ацетамиприд, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют по п. 2.6.7. Рассчитывают содержание ацетамиприда в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для этого объем элюента.

Примечание: параметры удерживания ацетамиприда 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 стандартов и технической документации.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Определение ацетамиприда в пробах воды

Образец предварительно отфильтрованной воды объемом 100 мл помещают в делительную воронку ёмкостью 250 мл и промывают дважды гексаном порциями по 20 мл, встряхивая каждый раз в течение 2-3 мин. Верхний гексановый слой отбрасывают, водную фазу экстрагируют трижды хлористым метиленом порциями по 30 мл, встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 2-3 мин и собирая нижний органический слой. Объединённый метиленхлоридный раствор промывают в делительной воронке дважды 0,05M раствором K_2CO_3 порциями по 30 мл, пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10-15 мл хлористого метилена. После этого экстракт упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°C. При необходимости проводят дополнительную очистку экстракта на колонке с силикагелем по пункту 2.6.6. Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и 50 мкл раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.2. Извлечение ацетамиприда из проб почвы

Образец воздушно-сухой почвы массой 20 г помещают в коническую колбу ёмкостью 250 мл с притертой пробкой, добавляют 100 мл 50%-го водного ацетона и экстрагируют в течение 15 мин на ультразвуковой бани. Суспензию фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр "красная лента". Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу и экстракцию повторяют с 50 мл 50%-ного водного ацетона. Объединенные экстракты упаривают до водного остатка (70-75 мл) на роторном испарителе при температуре не выше 40°C.

Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.5.

2.6.3. Извлечение ацетамиприда из проб зерна и соломы зерновых колосовых и ботвы картофеля.

Навеску измельченной на ножевой мельнице соломы (5 г) или пастбищных трав (10 г), размолотого на лабораторной мельнице зерна (20 г) или гомогенизированной ботвы картофеля (10 г) помещают в коническую колбу ёмкостью 250 мл, приливают 100 мл смеси ацетон-вода (1:1, по объёму) и экстрагируют в течение 15 мин на ультразвуковой бани. Суспензию фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр "красная лента". Осадок с фильтра количественно переносят назад в колбу и экстракцию повторяют с 50 мл 50%-ного водного ацетона. Объединенные экстракты упаривают до водного остатка (75-80 мл) на роторном испарителе при температуре не выше 40°C. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.5.

2.6.4. Извлечение ацетамиприда из клубней картофеля.

Гомогенизированную пробу клубней картофеля, массой 20 г помещают в коническую колбу ёмкостью 250 мл и экстрагируют ацетамиприд 50 мл 75%-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 упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40°C до полного удаления ацетона (объем 80-90 мл). Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.5.

2.6.5. Очистка экстрактов

Полученные по п.п. 2.6.2. – 2.6.4. водные экстракты промывают в делительной воронке, объёмом 250 мл трижды гексаном порциями по 30 мл (верхний органический слой отбрасывают), встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 1–2 минут. Водную фазу экстрагируют трижды хлористым метиленом порциями по 30 мл, встряхивая делительную воронку каждый раз в течение 2-3 мин и собирая нижний органический слой.* Объединённый метиленхлоридный раствор промывают в делительной воронке дважды 0,02M раствором NaOH порциями по 30мл, пропускают через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10-15 мл хлористого метиленса. После этого экстракт упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40°C. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.6.**

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 промывки экстрактов гексаном – небольшое количество (до 5 мл) этилового спирта, а на стадии перезэкстракции – насыщенный раствор хлорида натрия (15–20 мл).

** В случаях, когда очистка экстрактов контрольных проб (п.2.6.4.) дает удовлетворительные результаты дополнительную очистку на колонке с силикагелем можно исключить.

2.6.6. Очистка на колонке с силикагелем

Сухой остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п.2.6.5. экстрактов почвы и растительных материалов количественно переносят двумя 5-мл порциями смеси гексан – этилацетат (50:50, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п.2.5.5.). Промывают колонку 100 мл элюента №1. Элюат отбрасывают. Ацетамиприд 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°C. Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и 50 мкл раствора вводят в жидкостный хроматограф.

2.6.7. Условия хроматографирования

Жидкостный хроматограф "Альянс" фирмы Waters с УФ детектором (Waters 2487).

Рабочая длина волны 244 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 25:75.

Скорость потока 1 мл/мин.

Время удерживания ацетамиприда 9.3±0.1 мин.

Объем вводимой пробы 50 мкл.

Линейный диапазон детектирования 0.1 – 2.0 мкг/мл.

2.6.8. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной градуировки, содержание ацетамиприда в образцах воды, почвы или растительных материалов (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

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

где S_1 - площадь пика ацетамиприда в стандартном растворе, мм;

S_2 - площадь пика ацетамиприда в анализируемой пробе, мм;

V - объём пробы, подготовленной для хроматографического анализа, мл;

P - навеска анализируемого образца, г, (для воды - объем, мл);

C - концентрация стандартного раствора ацетамиприда, мкг/мл.

Содержание остаточных количеств ацетамиприда в анализируемом образце вычисляют как среднее из 3-х параллельных определений.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор ацетамиприда 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 рекомендациями МИ 2335-95. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

5. Разработчики

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