

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 Люфенулона в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1140—02 .....	118
Измерение концентраций Люфенулона 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 высокoeffективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1146—02.....	174
Измерение концентраций Фамоксадона (ДРХ-ЖЕ 874) в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе методом высокoeffективной 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 высокoeffективной 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 Этиоксилата изодесилового 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 высокoeffективной 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 высокoeffективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1161—02.....	303
Измерение массовой концентрации Карбофурана в воздухе рабочей зоны методом высокoeffективной 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 высокoeffективной 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 Люфенурана в воде,  
почве, яблоках и клубнях картофеля методом  
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

Методические указания

МУК 4.1.1140—02

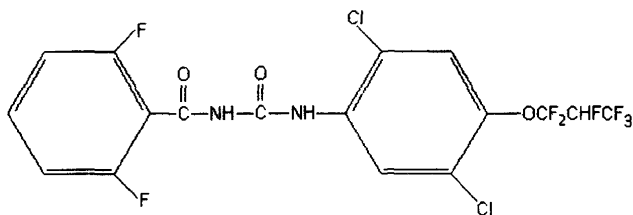
**1. Вводная часть**

Фирма производитель: Сингента (Швейцария).

Торговое название: МАТЧ.

Действующее вещество: люфенуран (ЦГА 184699).

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



М. м. 511,2

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха.

Температура плавления: 168,7—169,4 °С.

Давление паров при 25 °С:  $4 \times 10^{-6}$  Па.

Коэффициент распределения н-октанол-вода:  $K_{ow}$ ,  $\log P = 5,12$ .

Хорошо растворим в ацетоне (460 г/л), толуоле (72 г/л), этаноле (41 г/л); плохо растворим в гексане (0,13 г/л) и практически не растворим в воде (0,06 мг/л).

Стабильность к гидролизу при 20 °C:  $DT_{50} = 160$  дней (рН 5), 70 дней (рН 7) и 32 дня (рН 9).

Стабилен на воздухе и на свету.

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

#### *Краткая токсикологическая характеристика*

Острая пероральная токсичность ( $LD_{50}$ ) для мышей и крыс – более 2000 мг/кг; острая дермальная токсичность ( $LD_{50}$ ) для крыс – более 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность ( $LC_{50}$ ) для крыс – более 2,35 мг/л воздуха. Люфенурон не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз кролика.  $LC_{50}$  для рыб 30—70 мг/л (96 ч).

Инсектицид нетоксичен для диких животных, птиц, пчел, земляных червей, почвенных микроорганизмов и токсичен для дафний.

Гигиенические нормативы для люфенурана в России: ОДК в почве – 0,1 мг/кг; ПДК в воде водоемов – 0,005 мг/дм<sup>3</sup>; МДУ для яблок и картофеля – 0,04 мг/кг.

#### *Область применения препарата*

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

## **2. Методика определения остаточных количеств Люфенурана в воде, почве, яблоках и клубнях картофеля методом высокoeffективной жидкостной хроматографии**

### **2.1. Основные положения**

#### **2.1.1. Принцип метода**

Метод основан на определении люфенурана с помощью высокoeffективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенной фазе с ультрафиолетовым детектором после экстракции его из воды смесью гексан-диэтиловый эфир (9 : 1), из почвы водным метанолом, из растительного материала метанолом, очистки экстракта перераспределением

в системе несмешивающихся растворителей, а также на колонке с силикагелем и концентрирующем патроне Диапак.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

### 2.1.2. Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии пестицидов, применяемых при возделывании яблоневых садов и картофеля.

### 2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Таблица 1

Метрологические параметры метода

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95, n = 20$					
	предел обнаружения, мг/дм <sup>3</sup> , мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/дм <sup>3</sup> , мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, S, %	относительное стандартное отклонение, DS, %	доверительный интервал среднего, %
Вода	0,0004	0,0004—0,004	92,0	4,6	2,0	± 4,2
Почва	0,01	0,01—0,1	89,7	5,1	2,3	± 4,7
Яблоки	0,02	0,02—0,2	90,1	6,1	2,7	± 5,6
Клубни картофеля	0,02	0,02—0,2	86,0	8,4	3,8	± 7,9

### 2.2. Реактивы, растворы, материалы

Люфенурон с содержанием д. в. 99,7 %

Ацетонитрил, ч

Вода бидистиллированная

Гексан, ч

Натрий серно-кислый, безводный, хч

Натрий хлористый, хч

Спирт метиловый, хч

Этилацетат

Эфир диэтиловый

Элюент № 1 для колоночной хроматографии:

смесь гексан-этилацетат, 90 : 10, по объему

Элюент № 2 для колоночной хроматографии:

смесь гексан-этилацетат, 80 : 20, по объему

Элюент № 1 для Диапака: смесь

ацетонитрил-вода, 40 : 60, по объему

ТУ 6-09-3534—82

ГОСТ 7602—72

ТУ 6-09-3375—78

ГОСТ 4166—76

ГОСТ 4233—77

ГОСТ 6995—77

ГОСТ 22300—76

ГОСТ 6265—74



Элюент № 2 для Диапака: смесь  
ацетонитрил–вода, 50 : 50, по объему  
Концентрирующий патрон Диапак С8  
(АО БиоХимМак, РФ)

Силикагель для адсорбционной  
хроматографии (Вельм, Германия) I степени  
активности или силикагель КСК (60—100 меш)

Стекловата

Целит 535 (2—15 мкм) /Серва, Германия/ или  
аналогичный

Фильтры бумажные «синяя лента»

ТУ 6-09-1678

### **2.3. Приборы, аппаратура, посуда**

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

Хроматографическая колонка стальная,  
длиной 25 см, внутренним диаметром 4 мм,  
заполненная Диасорбом 130-С16Т

(АО БиоХимМак, РФ; 119899, Москва,  
Ленинские горы)

Шприц для ввода образца в жидкостный  
хроматограф

Медицинский шприц с разъемом типа

Люер для ввода образцов в концентрирующий  
патрон Диапак

Весы аналитические типа ВЛР-200

ГОСТ 19401—74

Водоструйный насос

ГОСТ 10696—75

Встряхиватель механический

ТУ 64-1-1081—73

Гомогенизатор

МРТУ 42-1505—63

Прибор для перегонки при атмосферном  
давлении

Ротационный испаритель тип ИР-1М

ТУ 25-11-917—76

Сито с диаметром отверстий 1 мм

Баня водяная

ТУ 46-22-603—75

Воронка Бюхнера

ГОСТ 0147—73

Воронки делительные вместимостью 100,  
250 и 500 мл

ГОСТ 25336—82

Воронки для фильтрования, стеклянные

ГОСТ 8613—75

Колба Бунзена	ГОСТ 5614—75
Колбы круглодонные на шлифе, вместимостью 100, 250 и 500 мл	ГОСТ 9737—70
Колбы конические с притертыми пробками, вместимостью 250 мл	ГОСТ 25336—82
Колбы мерные, вместимостью 25, 50, 100 и 1 000 мл	ГОСТ 1770—74
Колбы грушевидные, вместимостью 100, 250 и 500 мл	ГОСТ 25336—82
Пипетки мерные, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл	ГОСТ 20292—74Е
Пробирки градуированные с притертыми пробками, вместимостью 5 и 10 мл	ГОСТ 10515—75
Цилиндры мерные, вместимостью 50, 100, 250 и 500 мл	ГОСТ 1770—74

#### **2.4. Отбор проб**

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов» (№ 2051-79 от 21.08.79).

Отобранные пробы почвы, яблок и клубней картофеля хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более трех дней. Для длительного хранения пробы почвы доводят до воздушно-сухого состояния и хранят в холодильнике; пробы яблок и клубней хранят до анализа в морозильной камере при температуре  $-18^{\circ}\text{C}$ . Пробы воды хранят при температуре не выше  $4^{\circ}\text{C}$  в течение 3 дней, при температуре  $-18^{\circ}\text{C}$  в течение месяца.

Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм, а яблоки и клубни измельчают.

#### **2.5. Подготовка к определению**

##### **2.5.1. Подготовка и очистка реактивов и растворителей**

Органические растворители перед началом работы сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками.

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

Отмеряют 600 мл ацетонитрила, переносят в колбу на 1 000 мл, добавляют 400 мл бидистиллированной воды, перемешивают и дегазируют.

### 2.5.3. Кондиционирование колонки

Промыть колонку для ВЭЖХ смесью ацетонитрил–вода (6 : 4, по объему) в течение 30 мин при скорости подачи растворителя 1 мл/мин. Включить детектор и подождать стабилизации базовой линии (5—15 мин).

### 2.5.4. Приготовление стандартных растворов

Основной стандартный раствор люфенурана с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,010 г препарата, содержащего 99,7 % д. в., в ацетонитриле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранят в холодильнике не более месяца.

Рабочие стандартные растворы с концентрациями 0,05, 0,1, 0,25 и 0,5 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора люфенурана соответствующим последовательным разбавлением подвижной фазой для ВЭЖХ (п. 2.5.2). Рабочие растворы хранят в холодильнике не более недели.

### 2.5.5. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 100 мкл рабочего стандартного раствора люфенурана с концентрацией 0,05, 0,1, 0,25 и 0,5 мкг/мл. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений и находят среднее значение высоты хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации люфенурана в растворе в мкг/мл.

### 2.5.6. Подготовка колонки с силикагелем и концентрирующего патрона Диапак С8 для очистки экстрактов

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 0,8 см вставляют тампон из стекловаты, закрывают кран и приливают 10 мл гексана. Затем в колонку вносят суспензию 5 г силикагеля в 20 мл гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 20 мл гексана со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

Концентрирующий патрон Диапак С8 промывают последовательно с помощью медицинского шприца 5 мл ацетонитрила и 5 мл бидистиллированной воды со скоростью 5 мл/мин.

## 2.6. Описание определения

### 2.6.1. Экстракция люфенурана

**2.6.1.1. Вода.** 250 мл предварительно отфильтрованной воды помещают в делительную воронку емкостью 500 мл. Добавляют 30 мл смеси гексан–диэтиловый эфир (9 : 1, по объему) и встряхивают 1 минуту. Верхний органический слой отделяют, собирая в коническую колбу емкостью 250 мл. Водный слой экстрагируют смесью гексан–диэтиловый эфир еще дважды порциями по 30 мл. Объединенную органическую фазу пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают на роторном вакуумном испарителе досуха при температуре 30 °С. Остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.2) и анализируют на содержание люфенурана по п. 2.7.

**2.6.1.2. Яблоки, клубни картофеля.** К навеске (25 г) измельченного материала добавляют 100 мл метанола, гомогенизируют 3 минуты при 10 000 об/мин и суспензию перемешивают в течение 20 минут на аппарате для встряхивания. Добавляют 2 г целита и фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр в колбу емкостью 500 мл. Остаток на фильтре промывают 20 мл метанола. Растительный материал повторно экстрагируют 60 мл метанола при встряхивании в течение 10 минут, и суспензию фильтруют. К объединенным экстрактам добавляют метанол до объема 200 мл и отбирают аликвоту раствора (40 мл), эквивалентную 5 г растительного материала.

**2.6.1.3. Почва.** Навеску (20 г) воздушно-сухой почвы помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 20 мл дистиллированной воды и спустя 5 минут 80 мл метанола. Суспензию перемешивают в течение 1 часа на аппарате для встряхивания. Добавляют 2 г целита и фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Осадок на фильтре промывают 20 мл метанола. К объединенному фильтрату добавляют метанол до объема 120 мл и отбирают аликвоту раствора (60 мл), эквивалентную 10 г почвы.

### 2.6.2. Очистка экстракта

Аликвоты растительного (из п. 2.6.1.2) и почвенного (из п. 2.6.1.3) экстрактов переносят в делительную воронку вместимостью 250 мл, приливают соответственно 40 или 50 мл дистиллированной воды, 20 или 30 мл насыщенного раствора хлорида натрия и 30 мл смеси гексан–диэтиловый эфир (9 : 1, по объему). Смесь встряхивают в течение 1 минуты и после ее разделения отделяют гексановый слой и пропускают его через стеклянный фильтр, заполненный безводным сульфатом на-

трия, в грушевидную колбу вместимостью 100 мл. Экстракцию водно-метанольной фракции смесью гексан-диэтиловый эфир повторяют еще два раза (по 20 мл). Объединенный гексановый экстракт упаривают на роторном испарителе досуха при температуре 30 °С.

### *2.6.3. Очистка на колонке с силикагелем*

Остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п. 2.6.2 экстрактов растительного материала и почвы, количественно переносят тремя 1-мл порциями смеси гексан–этилацетат (9 : 1, по объему) в подготовленную хроматографическую колонку (п. 2.5.6). Промывают колонку 50 мл смеси гексан–этилацетат (9 : 1, по объему), которые отбрасывают. Люфенурон элюируют 50 мл смеси гексан–этилацетат (8 : 2, по объему), собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 100 мл. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30 °С. Сухие остатки экстрактов почвы и яблок растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.2) и анализируют по п. 2.7.

### *2.6.4. Очистка на концентрирующем патроне Диапак*

Сухой остаток экстракта клубней картофеля (п. 2.6.3) количественно переносят двумя 1-мл порциями смеси ацетонитрил–вода (4 : 6, по объему) в подготовленный концентрирующий патрон Диапак С8 (п. 2.5.6). Патрон промывают 7 мл смеси ацетонитрил–вода (4 : 6, по объему) со скоростью 5 мл/мин, которые отбрасывают. Люфенурон элюируют 15 мл смеси ацетонитрил–вода (5 : 5, по объему) со скоростью 5 мл/мин. Элюат упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п. 2.5.2) и анализируют на содержание люфенурана по п. 2.7.

## **2.7. Условия хроматографирования**

Жидкостный хроматограф с ультрафиолетовым детектором Altex (США)

Колонка стальная длиной 25 см, внутренним диаметром 4 мм

Температура колонки                      комнатная

Подвижная фаза                              ацетонитрил–вода (60 : 40, по объему)

Скорость потока элюента                  1 мл/мин

Рабочая длина волны                        254 нм

Чувствительность                            0,005 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы                    100 мкл

**2.7.1. Неподвижная фаза: Диасорб 130-С16Т, зернением 7 мкм**

Время выхода люфенурана: около 16 минут.

**2.7.2. Альтернативная неподвижная фаза: Lichrosorb RP-8 (5 мкм)**

Время выхода люфенурана около 13 минут

Линейный диапазон детектирования 5—50 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,5 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой для ВЭЖХ.

**2.8. Обработка результатов анализа**

Содержание люфенурана рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

$X$  – содержание люфенурана в пробе, мг/кг или мг/дм<sup>3</sup>;

$H_1$  – высота пика образца, мм;

$H_0$  – высота пика стандарта, мм;

$A$  – концентрация стандартного раствора люфенурана, мкг/мл;

$V$  – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

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

**3. Требования техники безопасности**

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, электронагревательными приборами.

**4. Разработчики**

Дубовая Л. В.; Талалакина Т. Н.; Макеев А. М. к. биол. н; Чкаников Д. И., профессор, д. биол. н.

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

Таблица 2

Полнота определения Люферона ( $n = 5$ )

Матрица	Внесено Люферона, мг/дм <sup>3</sup> мг/кг	Открыто Люферона, %	Доверительный интервал среднего результата, %
Вода	0,0004	88,0	± 6,9
	0,0008	92,2	± 3,7
	0,002	95,0	± 2,9
	0,004	92,8	± 3,6
Почва	0,01	88,0	± 6,9
	0,02	87,5	± 6,5
	0,05	91,1	± 3,9
	0,10	92,2	± 5,2
Яблоки	0,02	86,6	± 6,3
	0,04	90,6	± 7,5
	0,10	89,4	± 7,8
	0,20	93,9	± 3,3
Клубни картофеля	0,02	80,0	± 7,9
	0,04	84,0	± 8,5
	0,10	91,3	± 7,9
	0,20	88,8	± 7,4

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

**Сборник методических указаний  
Выпуск 1**

Редакторы Акопова 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