

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

**Сборник методических указаний**

**Выпуск 2**

**Часть 2**

**МУК 4.1.1217—4.1.1220—03**

Издание официальное

**Федеральная служба по надзору в сфере  
защиты прав потребителей и благополучия человека**

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

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

**Сборник методических указаний**

**Выпуск 2**

**Часть 2**

**МУК 4.1.1217—4.1.1220—03**

ББК 51.23+51.21

О60

О60 **Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005.—71 с.—Вып. 2.—Ч. 2.

ISBN 5—7508—0578—6

1. Подготовлены: 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. А. В. Довгилевич); при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов). Разработчики методик указаны в конце каждой из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по госсанэпиднормированию при Минздраве России.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко 16 марта 2003 г.

4. Введены с 1 июля 2003 г.

5. Введены впервые.

**ББК 51.23+51.21**

ISBN 5—7508—0578—6

© Роспотребнадзор, 2005

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005

## Содержание

Определение остаточных количеств дифлубензурана в воде, почве, пастбищных травах и люцерне методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1217—03 .....	4
Определение остаточных количеств изоксафлютола и его метаболита RPA-202248 в воде; изоксафлютола (в виде RPA-202248) в почве, зерне и зеленой массе кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, а также изоксафлютола в воде методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.1218—03.....	14
Измерение концентраций изоксафлютола (RPA 201772) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1219—03.....	34
Измерение остаточных количеств клетодима и его основных метаболитов (клетодим сульфона и клетодим сульфоксида) в воде, почве, корнеплодах моркови, столовой, сахарной и кормовой свеклы, клубнях картофеля, бобах сои, луке-репке, зеленой массе растений, семенах масличных культур и растительном масле хроматографическими методами: МУК 4.1.1220—03 .....	41

УТВЕРЖДАЮ  
Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации,  
Первый заместитель Министра  
здравоохранения Российской Федерации  
Г. Г. Онищенко  
16 марта 2003 г.  
Дата введения: 1 июля 2003 г.

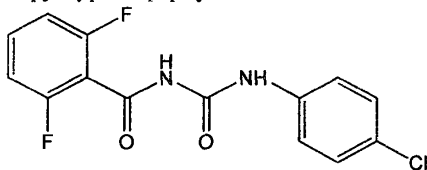
#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### Определение остаточных количеств дифлубензурана в воде, почве, пастбищных травах и люцерне методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

#### Методические указания МУК 4.1.1217—03

##### 1. Вводная часть

Фирма производитель: Uniroyal Chemical Ltd (Великобритания).  
Торговое наименование: Димилин.  
Действующее вещество: дифлубензуран.  
1-(4-хлорфенил)-3-(2,6-дифторбензоил)мочевина (IUPAC).  
N-[[[4-хлорфенил)амино]карбонил]-2,6-дифторбензамид (С.А.).  
Структурная формула:



Эмпирическая формула:  $C_{14}H_9ClF_2N_2O_2$ .

Мол. масса: 310,7.

Бесцветное кристаллическое вещество (технический – кристаллы от белых до желтых).

Температура плавления: 228 °С (техн.: 210—230 °С).

Давление паров при 25 °С:  $1,2 \cdot 10^{-4}$  мПа.

Коэффициент распределения н-октанол/вода:  $K_{ow} \log P = 3,89$ .

Растворимость (г/л) при 20 °С: н-гексан – 0,063, толуол – 0,29, ди-хлорметан – 1,8, метанол – 1,1, вода – 0,08 мг/л (при рН 7 и 25 °С).

Вещество стабильно в кислых средах (20 °С, рН 5—7, DT<sub>50</sub> > 150 дней), разлагается в щелочных растворах (при рН 9 DT<sub>50</sub> 42 дня).

Гигиенические нормативы:

ОДК в почве – 0,2 мг/кг;

ПДК в воде водоемов – 0,01 мг/дм<sup>3</sup>.

*Область применения препарата.* Дифлубензурон используется для уничтожения широкого диапазона насекомых-вредителей, питающихся листьями лесных и плодовых деревьев, а также плодами.

Уничтожает некоторых главных вредителей хлопка, бобов, сои, цитрусовых, чая, овощных культур и грибов. Также позволяет уничтожать личинки летающих насекомых, в т. ч. mosкитов, кузнечиков и миграционной саранчи. Эффективен против яблоневой плодовой гнили, американской белой бабочки, листоверток и др.

## 2. Методика определения дифлубензурана в воде, почве, пастбищных травах и люцерне методом ВЭЖХ

### 2.1. Основные положения

#### 2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении дифлубензурана методом ВЭЖХ с использованием УФ-детектора после его извлечения из образцов водно-ацетоновой смесью и очистке путем перераспределения между двумя жидкими фазами, а также на колонке с силикагелем.

#### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1, 2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

Объект анализа	Предел обнаружения, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения, % (для каждого объекта n = 24)	Относительное стандартное отклонение S, %	Доверительный интервал среднего, n = 24, P = 0,95
Вода	0,0005	0,0005—0,002	93,1	5,22	2,09
Почва	0,01	0,01—0,4	86,1	6,38	2,55
Пастбищные травы	0,01	0,01—0,4	84,0	6,08	2,43
Люцерна	0,01	0,01—0,4	87,8	7,27	2,91

Таблица 2

Полнота определения дифлубензурана в воде, почве, пастбищных травах и люцерне (n = 6 для каждой концентрации)

Среда	Внесено, мг/кг	Найдено, мг/кг	Стандартное отклонение, S ±	Доверительный интервал, % (P = 0,95, n = 6)	Полнота определения, %
Вода	0,0005	0,00047	$2,07 \cdot 10^{-5}$	3,31	94,3
	0,001	0,00093	$5,63 \cdot 10^{-5}$	4,50	92,5
	0,002	0,00185	$1,29 \cdot 10^{-4}$	5,16	92,7
	0,005	0,00465	$2,33 \cdot 10^{-4}$	3,73	93,0
Среднее					93,1
Почва	0,01	0,0084	$4,97 \cdot 10^{-4}$	3,98	84,1
	0,02	0,0171	$8,80 \cdot 10^{-4}$	3,52	85,6
	0,04	0,0353	$3,14 \cdot 10^{-3}$	6,28	88,3
	0,1	0,0864	$8,29 \cdot 10^{-3}$	6,63	86,4
Среднее					86,1
Пастбищные травы	0,01	0,0084	$7,94 \cdot 10^{-4}$	6,35	88,7
	0,02	0,0156	$7,72 \cdot 10^{-4}$	3,09	78,1
	0,04	0,0337	$2,41 \cdot 10^{-3}$	4,82	84,3
	0,1	0,0849	$6,48 \cdot 10^{-3}$	5,18	84,9
Среднее					84,0
Люцерна	0,01	0,0088	$7,68 \cdot 10^{-4}$	6,15	88,3
	0,02	0,0175	$1,39 \cdot 10^{-3}$	5,56	87,4
	0,04	0,0362	$2,78 \cdot 10^{-3}$	5,56	90,5
	0,1	0,0850	$7,50 \cdot 10^{-3}$	6,00	85,0
Среднее					87,8

### 2.1.3. Избирательность метода

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

### 2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, чда	ГОСТ 2603—79
Ацетонитрил для ВЭЖХ, «В-230НМ» или хч	ТУ 6-09-3534—87
Бикарбонат натрия, хч	ГОСТ 4201—79
Бумажные фильтры «красная лента»	ТУ 6.091678—86
Вода бидистиллированная, деионизированная	ГОСТ 6709—79
Дифлубензуран, аналитический стандарт с содержанием д. в. 99,9 %	

Дихлорметан, хч	ТУ 2631-019-44493179—98
Диэтиловый эфир, ч	ОСТ 84-2006—88
Железо (II) серно-кислое, хч	ГОСТ 4148—78
Калий углекислый, хч	ГОСТ 4221—76
Калия перманганат	ГОСТ 20490—75
Кальция хлорид, хч	ГОСТ 4161—77
Кислота ортофосфорная, имп. (Fergak, Германия) или хч	ГОСТ 6552—80
Кислота серная, хч	ГОСТ 4204—77
Натрий серно-кислый безводный, ч свежепрокаленный	ГОСТ 4166—76
Натрий хлористый, чда	ГОСТ 4233—77
Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328—77
н-Гексан, хч, свежеперегнанный	ТУ 2631-003-05807999—98
Подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил–вода (56 : 44, по объему)	
Силикагель для колоночной хроматографии Л 40/100µm (Сhemapol, Чехословакия)	
Стекловата	
Флорисил 150–250 µm (Merck, Германия)	
Фосфора пентоксид, ч	МРТУ 6-09-5759—69
Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан–диэтиловый эфир (80 : 20, по объему)	
Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь гексан–диэтиловый эфир (55 : 45, по объему)	

### 2.3. Приборы и посуда

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы «Waters» с УФ-детектором (Waters 2487), снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки, или аналогичный	
Колонка Symmetry – C18 (250 × 4,6 мм), зернение 5 мкм (Waters, USA) или аналогичная	
Предколонка Waters Symmetry C18	
Весы аналитические ВЛА-200 или аналогичные	ГОСТ 34104—80Е
Установка ультразвуковая «Серьга»	ТУ 3.836.008



Мельница ножевая РМ-120 и лабораторная зерновая ЛМЗ	ТУ 1-01-0593—79
Ротационный испаритель вакуумный ИР-1М или аналогичный	ТУ 25-11-917—74
Бидистиллятор	
Насос водоструйный	МРТУ 42 861—64
Колбы плоскодонные на шлифах КШ500 29/32 ТС	ГОСТ 10384—72
Колбы круглодонные на шлифах КШ150 29-32 ТС	ГОСТ 10384—72
Воронки лабораторные В-75-110	ГОСТ 25336—82
Воронки делительные ВД-3-500	ГОСТ 8613—75
Цилиндры мерные на 100, 250 и 1 000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1774—74
Колбы мерные на 25, 50, 100 и 1 000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770—74
Пипетки на 1, 2, 5, 10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 22292—74

#### 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 растительных материалов хранятся до анализа в морозильной камере при температуре  $-18^{\circ}\text{C}$ . 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, пробы пастбищных трав и люцерны измельчают на лабораторной мельнице. Пробы воды хранят при температуре не выше  $4^{\circ}\text{C}$  в течение 3 суток, при температуре  $-18^{\circ}\text{C}$  – в течение месяца.

#### 2.5. Подготовка к определению

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

Органические растворители перед началом работы очищают, сушат и перегоняют в соответствии с типовыми методиками. Гексан 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 их сушат над гидроксидом натрия и перегоняют.

Диэтиловый эфир (1 л) предварительно встряхивают с 20 мл свежеприготовленного раствора железного купороса (30 г сульфата железа в 55 мл воды с добавлением 1,5 г концентрированной серной кислоты).

Затем диэтиловый эфир последовательно промывают 0,5 %-ным раствором перманганата калия, 5 %-ным раствором гидроксида натрия и водой, после чего сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташем (на 1 л ацетона 10 г  $\text{KMnO}_4$  и 2 г  $\text{K}_2\text{CO}_3$ ).

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

#### *2.5.2. Кондиционирование колонки*

Перед началом анализа колонку Symmetry-C18 кондиционируют в потоке подвижной фазы (1 мл/мин) до стабилизации нулевой линии в течение 1—2 ч.

#### *2.5.3. Приготовление растворов*

Для приготовления 0,02М раствора ортофосфорной кислоты 2 г 98 %-ной (или 2,25 г 87 %-ной) кристаллической  $\text{H}_3\text{PO}_4$  помещают в мерную колбу объемом 1 л, растворяют в 600 мл дистиллированной воды и доводят объем до метки дистиллированной водой. Для приготовления 0,1М раствора  $\text{NaHCO}_3$  9,3 г кристаллического бикарбоната натрия помещают в мерную колбу на 1л, растворяют при перемешивании в 600 мл дистиллированной воды и доводят объем раствора до метки. Для получения 50 %-ного водного ацетона в колбе емкостью 1 л смешивают 500 мл ацетона с 500 мл дистиллированной воды, используя мерные цилиндры. Для приготовления подвижной фазы смешивают 560 мл ацетонитрила с 440 мл бидистиллированной воды в колбе на 1 000 мл, смесь фильтруют, при необходимости дегазируют. Для приготовления элюента № 1 в колбе на 1 000 мл смешивают 800 мл н-гексана и 200 мл диэтилового эфира. Для приготовления элюента № 2 в колбе на 1 000 мл смешивают 550 мл н-гексана и 450 мл диэтилового эфира. Для приготовления 20 %-ного раствора хлористого натрия 20 г кристаллического  $\text{NaCl}$  помещают в мерную колбу на 1 л, растворяют при перемешивании в 800 мл дистиллированной воды и доводят объем раствора до метки.

#### *2.5.4. Приготовление стандартного и градуировочных растворов*

Берут точную навеску дифлубензулона (50 мг), переносят в мерную колбу на 50 мл, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят до метки (стандартный раствор с концентрацией 1,0 мг/мл). Градуировочные растворы с концентрациями 0,05; 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–бидистиллированная вода, 56 : 44, по объему). Стандартный раствор можно хранить в холодильнике

ке при температуре 0—4 °С в течение 1 месяца, градуировочные растворы – в течение суток.

#### *2.5.5. Построение градуировочного графика*

Для построения градуировочного графика (площадь пика – концентрация дифлубензурана 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 дифлубензурана в градуировочном растворе (мкг/мл).

#### *2.5.6. 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 20 мл смеси гексан–диэтиловый эфир (80 : 20, по объему). Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой флорисила высотой 1 см. Колонку последовательно промывают 50 мл смеси гексан–диэтиловый эфир (55 : 45, по объему) и 30 мл смеси гексан–диэтиловый эфир (80 : 20, по объему) со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

#### *2.5.7. Проверка хроматографического поведения дифлубензурана на колонке с силикагелем*

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора дифлубензурана с концентрацией 10 мкг/мл. Отдувают растворитель током теплого воздуха, остаток растворяют в 5 мл элюента № 1 и наносят на колонку. Колбу обмывают еще 5 мл элюента № 1 и также наносят на колонку. Промывают колонку 50 мл элюента № 1, затем 40 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 дифлубензурана по п. 2.6.5.

Фракции, содержащие дифлубензурон, объединяют, упаривают до суха, остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и вновь анализируют по п. 2.6.5. Расчитывают содержание дифлубензурана в элюате, определяя полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для очистки экстракта объем элюента.

**Примечание:** профиль вымывания дифлубензурана может меняться при использовании новой партии сорбента и растворителей.

### 2.5.8. 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 дифлубензурана в воде

К образцу предварительно отфильтрованной воды объемом 100 мл добавляют 10 г NaCl и перемешивают до растворения соли. Полученный раствор переносят в делительную воронку емкостью 250 мл и экстрагируют дифлубензураном гексаном трижды порциями по 30 мл, встряхивая каждый раз в течение 2—3 мин. Объединенный экстракт фильтруют через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10—15 мл гексана. После этого экстракт упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре не выше 40 °С.

Сухой остаток растворяют в 1 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и 20 мкл раствора вводят в жидкостный хроматограф.

### 2.6.2. Определение дифлубензурана в почве

Образец воздушно-сухой почвы массой 10 г помещают в коническую колбу емкостью 250 мл с притертой пробкой, добавляют 40 мл 50 %-ного водного ацетона и экстрагируют в течение 15 мин на ультразвуковой бане. Суспензию фильтруют на стеклянной воронке через бумажный фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют дважды с 30 мл 50 %-ного водного ацетона. Объединенные экстракты упаривают до водного остатка (50—55 мл) на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С.

Водный остаток переносят в делительную воронку объемом 250 мл, добавляют 50 мл 20 %-ного раствора NaCl и дифлубензураном экстрагируют гексаном трижды по 30 мл, встряхивая делительную воронку каждый раз по 2—3 мин. Объединенный экстракт фильтруют через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10—15 мл гексана. Полученный раствор упаривают на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.4.

Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и 20 мкл раствора вводят в жидкостный хроматограф.

### 2.6.3. Определение дифлубензурана в пастбищных травах и люцерне

Навеску массой 10 г измельченных на ножевой мельнице пастбищных трав или люцерны помещают в коническую колбу емкостью 100 мл и экстрагируют дифлубензураном 40 мл водного ацетона на ультразвуковой установке в течение 15 мин. Суспензию фильтруют через бумажный

фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют дважды порциями по 30 мл. Объединенный экстракт концентрируют на роторном испарителе при температуре 40 °С до объема 50—55 мл.

Дифлубензурон переэкстрагируют трижды хлористым метилом, порциями по 30 мл, встряхивая делительную воронку в течение 2—3 мин. Верхний водный слой отбрасывают. Объединенный экстракт промывают в делительной воронке трижды 0,1 М раствором бикарбоната натрия порциями по 30 мл и один раз 50 мл 0,02 М раствора ортофосфорной кислоты, встряхивая воронку в течение 2—3 мин (при всех промывках верхний водный слой отбрасывают). Органическую фазу фильтруют через слой безводного сульфата натрия (2 г), осушитель промывают 10—15 мл хлористого метилена. Полученный раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по пункту 2.6.4.

**Примечание.** Для высушенных растительных проб целесообразно проводить экстракцию дифлубензурана тремя порциями дихлорметана по 30 мл каждая на ультразвуковой бане (продолжительность каждой экстракции – 15 мин), минуя стадию переэкстракции из водного раствора.

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

Остаток в колбе, полученный при упаривании очищенных по п.п. 2.6.2 и 2.6.3 экстрактов растительного материала или почвы, количественно переносят тремя 3-миллилитровыми порциями смеси гексантилиловый эфир (80 : 20, по объему) в кондиционированную хроматографическую колонку (п. 2.5.6). Промывают колонку 50 мл элюента № 1, который отбрасывают. Дифлубензурон элюируют 40 мл элюента № 2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 50 мл. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре не выше 40 °С. Сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы для ВЭЖХ и 20 мкл раствора вводят в жидкостный хроматограф.

#### *2.6.5. Условия хроматографирования*

Жидкостный хроматограф «Альянс» фирмы «Waters» с УФ-детектором (Waters 2487), снабженный дегазатором, автоматическим пробоотборником и термостатом колонки, или другой с аналогичными характеристиками.

Колонка Symmetry – C18 (250 × 4,6 мм), зернение 5 мкм (Waters, USA) или аналогичная.

Температура колонки 30 °С.

Предколонка Waters Symmetry C18 для защиты аналитической колонки.

Подвижная фаза: ацетонитрил–вода в соотношении 56 : 44 (по объему).

Скорость потока элюента: 1 мл/мин.

Рабочая длина волны 260 нм.

Объем вводимой пробы 20 мкл. Время удерживания дифлубензурана (11,6 ± 0,1) мин.

Линейный диапазон детектирования 0,05—2,00 мкг/мл.

### 2.6.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение проводят методом абсолютной градуировки, содержание дифлубензурана в образце воды, почвы или растений (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

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

$S_1$  – площадь пика дифлубензурана в стандартном растворе, мм<sup>2</sup>;

$S_2$  – площадь пика дифлубензурана в анализируемой пробе, мм<sup>2</sup>;

V – объем пробы, подготовленной для хроматографического анализа, мл;

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

C – концентрация стандартного раствора дифлубензурана, мкг/мл.

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

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор дифлубензурана 2 мкг/мл, разбавляют.

### 3. Требования техники безопасности

При проведении работы необходимо соблюдать требования инструкции «Основные правила безопасности работы в химической лаборатории», общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, а также инструкции по эксплуатации жидкостного хроматографа и электрооборудования до 400 В.

### 4. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями МИ 2335-95 «ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

### 5. Разработчики

Юзихин О. С., Черменская Т. Д., Цибульская И. А., Долженко В. И. Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений. 196608, Санкт-Петербург, Пушкин, шоссе Подбельского, д. 3. Телефон: 470-41-98.

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

**Сборник методических указаний**

**Выпуск 2**

**Часть 2**

**МУК 4.1.1217—4.1.1220—03**

Редакторы Акопова Н. Е., Кожока Н. В., Кучурова Л. С.  
Верстка Смирнов В. В.

Подписано в печать 23.05.05

Формат 60x88/16

Тираж 3000 экз.

Печ. л. 4,25  
Заказ 13

Федеральная служба по надзору в сфере защиты  
прав потребителей и благополучия человека  
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован Издательским отделом  
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора  
113105, Москва, Варшавское ш., 19а  
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89