

**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
МУК 4.1.2777—4.1.2786—10**

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—179 с.

© Роспотребнадзор, 2011
© Федеральный центр гигиены и
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств флуазинама
в яблоках, винограде, яблочном и
виноградном соках методом капиллярной
газожидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.2780—10**

1. Разработаны сотрудниками ГНУ Всероссийского НИИ защиты растений (В. И. Долженко, И. А. Цибульская, А. С. Комарова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 14.10.2010 № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 24 ноября 2010 г.

4. Введены в действие с момента утверждения.

5. Введены впервые.

УТВЕРЖДАЮ

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

Г. Г. Онищенко

24 ноября 2010 г.

Дата введения: с момента утверждения.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств Пикоксистробина
в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур,
зеленой массе и корнеплодах сахарной свеклы методом
высокоэффективной жидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.2779—10**

Общие положения

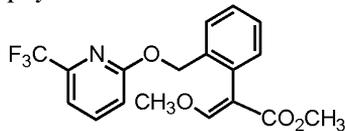
Свидетельство об аттестации методики 0047.22.09.10 от 28.09.2010.

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации Пикоксистробина в воде в диапазоне 0,005—0,05 мг/дм³ и в почве в диапазоне 0,1—1,0 мг/кг, а также уровня остаточных количеств в зерне зерновых культур в диапазоне 0,01—0,1 мг/кг, в соломе зерновых культур в диапазоне 0,05—0,5 мг/кг, в зеленой массе сахарной свеклы в диапазоне 0,02—0,2 мг/кг и в корнеплодах сахарной свеклы в диапазоне 0,01—0,1 мг/кг.

Название действующего вещества по ИЮПАК:

Метил (*E*)-3-метокси-2-[2-(6-трифторметил-2-пиридил)оксиметил]фенил]акрилат.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{18}H_{16}F_3NO_4$.

Молекулярная масса: 367,3.

Агрегатное состояние: порошок.

Цвет, запах: от белого до светло-бежевого цвета, без запаха.

Давление паров: $5,5 \times 10^{-3}$ мПа (при 20 °С).

Коэффициент распределения октанол-вода (20 °С): $K_{ow} \log P = 3,6$.

Температура плавления: 75 °С.

Растворимость в воде мг/дм³ (20 °С): 3,1.

Растворимость в органических растворителях (г/дм³, 20 °С): метанол – 96; 1,2-дихлорэтан, ацетон, ксилол, этилацетат – более 250.

Устойчив к гидролизу в диапазоне pH 5—7.

Краткая токсикологическая характеристика: Пикоксистробин относится к веществам мало опасным по острой пероральной (ЛД₅₀ для крыс более 5 000 мг/кг) и дермальной токсичности (ЛД₅₀ для крыс 2 120 мг/кг), но к умеренно опасным веществам по ингаляционной токсичности (ЛК₅₀ для крыс (4 часа) более 2 000 мг/м³). Не вызывает покраснения кожных покровов и глаз кроликов. Не обладает генотоксическим, канцерогенным и тератогенным свойствами.

Область применения: Пикоксистробин – фунгицид защитного, ограниченно системного действия, применяется для борьбы с широким спектром заболеваний, вызываемых ложномучнисторосяными и мучнисторосяными грибами.

Предлагается в России в качестве фунгицида в посевах зерновых колосовых культур при норме расхода 120 г д.в./га.

В России для Пикоксистробина установлены следующие гигиенические нормативы:

ДСД – 0,04 мг/кг массы человека; ОБУВ в атмосферном воздухе – 0,01 мг/м³; ОДК в почве – 0,4 мг/кг; ПДК в воде водоемов – 0,03 мг/дм³; МДУ в зерне хлебных злаков – 0,2 мг/кг, в корнеплодах сахарной свеклы – 0,05 мг/кг.

1. Метрологическая характеристика метода

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений, приведенных в табл. 1 для соответствующих диапазонов концентраций.

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительные интервалы среднего результата для полного диапазона концентраций ($n = 20$) приведены в табл. 2.

Таблица 1

Метрологические параметры для Пикоксистробина

Анализируемый объект	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель точности (граница относительной погрешности), $\pm\delta$, % $P = 0,95$	Стандартное отклонение повторяемости, σ_r , %	Предел повторяемости, r , %	Предел воспроизводимости, R , %
Вода	0,005—0,01 вкл.	100	0,95	2,63	3,14
	0,01—0,05 вкл.	50	0,60	1,67	1,99
Почва	0,1—1,0 вкл.	25	1,28	3,56	4,24
Зерно пшеницы	0,01—0,1 вкл.	50	1,26	3,50	4,16
Солома пшеницы	0,05—0,1 вкл.	50	1,07	2,97	3,54
	0,1—0,5 вкл.	25	1,46	4,05	4,82
Корнеплоды сахарной свеклы	0,01—0,1 вкл.	50	1,24	3,44	4,10
Зеленая масса сахарной свеклы	0,02—0,1 вкл.	50	0,81	2,24	2,67
	0,1—0,2 вкл.	25	0,61	1,70	2,02

Таблица 2

Полнота извлечения вещества, стандартное отклонение, доверительный интервал среднего результата для Пикоксистробина

Анализируемый объект	Метрологические параметры, $P = 0,95$, $n = 20$				
	предел обнаружения, мг/кг	диапазон определяемых концентраций, мг/кг	полнота извлечения вещества, %	стандартное отклонение, S , %	доверительный интервал среднего результата, \pm , %
Вода	0,005	0,005—0,05	94,8	1,13	$\pm 0,50$
Почва	0,1	0,1—1,0	80,7	2,51	$\pm 0,95$
Зерно пшеницы	0,01	0,01—0,1	73,9	0,99	$\pm 0,34$
Солома пшеницы	0,05	0,05—0,5	76,9	2,52	$\pm 0,91$
Зеленая масса сахарной свеклы	0,02	0,02—0,2	77,8	4,44	$\pm 0,45$
Корнеплоды сахарной свеклы	0,01	0,01—0,1	84,5	1,14	$\pm 1,62$

2. Метод измерений

Метод основан на определении Пикоксистробина с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с использованием ультрафиолетового диодно-матричного детектора после его экстракции из образцов органическим растворителем, очистки экстракта перераспределением между двумя несмешивающимися фазами, на колонках с окисью алюминия и концентрирующих патронах Диапак С16.

Идентификация веществ проводится по времени удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен. Специфичность обеспечивается подбором состава подвижной фазы и выбором колонок различной полярности.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Весы аналитические «ОНАУС», ЕР 114 с наибольшим пределом взвешивания до 110 г и дискретностью 0,0001 г, класс точности по ГОСТ 24104—2001 – специальный (I)

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 600 г и пределом допустимой погрешности $\pm 0,038$ г «ACCULAB» V600, соответствуют классу точности по ГОСТ 24104—2001 – средний (III)

Колбы мерные на 10, 25, 50, 100, 500 и 1 000 см³ ГОСТ 1770—74

Микрошприц для жидкостной хроматографии, объем 100 мм³, фирма «Hamilton», кат. № 80665

Пипетки мерные на 1,0; 2,0; 5,0 см³ ГОСТ 29227—91

pH-метр/милливольтметр pH-150 0...14 pH; ± 1 999 мВ, номер госрегистрации № 10663

Хроматограф жидкостной Agilent 1200 LCMS с диодно-матричным детектором G1315B, снабженный термостатом для колонок с диапазоном температур от 15 до 80 °С и стандартным автосамплером для автоматического ввода пробы в хроматографическую систему (1 200 Series Autosampler с дозирующим объемом от 0,1 до 100 мм³) № госрегистрации 16193—06

Хроматограф жидкостной Waters 515 с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны и чувствительностью не ниже 0,005 единиц адсорбции на шкалу, номер государственной регистрации № 15311-02

Цилиндры мерные на 10, 25 и 50 см³ ГОСТ 1770—74

Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Пикоксистробин, CAS 117428-22-5, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 99,2 %, фирма Dr. Ehreustorfer GmbH, аккредитованная по ИСО-9001-2000

Алюминий окись для хроматографии, ч ТУ 6-09-3916—75

Ацетон, осч ТУ 6-09-3513—86

Ацетонитрил, осч, УФ-200 нм ТУ 6-09-2167—84

Вода дистиллированная ГОСТ 6709—72

и (или) бидистиллированная (вода дистиллированная, перегнанная повторно в стеклянной емкости)

Гелий, очищенный марки «А» ТУ 51-940—80

n-Гексан, хч ТУ 6-09-3818—89

Калий марганцовокислый, чда ГОСТ 20490—75

Кальций хлористый, ч ТУ 6-09-4711—81

Концентрирующие патроны Диапак Амин и Диапак С 16 (0,6 г), фирма «БиоХимМак СТ» ТУ 4215-002-05451931—94

Натрий сернокислый, безводный, хч ГОСТ 4166—76

Натрий хлористый, хч ГОСТ 4233—77

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Алонж прямой с отводом для вакуума (АО-14/23) для работы с концентрирующими патронами Диапак Амин и Диапак С 16 ГОСТ 25336—82

Аппарат для встряхивания проб «SKLO UNION TYP LT1»

Банки с крышками для экстракции на 250 см ³ , полипропилен, кат. № 3 120-0250, фирма «NALGENE»	
Ванна ультразвуковая «UNITRA» UNIMA OLSZTYN UM-4.	
Вата медицинская гигроскопическая хлопковая нестерильная	ГОСТ 5556—81
Воронки делительные на 250 см ³	ГОСТ 25336—82
Воронки лабораторные, стеклянные	ГОСТ 25336—82
Испаритель ротационный Rota vapor R110 Buchi с водяной баней В-480, фирма «Buchi»	
Колбы конические плоскодонные на 100, 250 и 1 000 см ³	ГОСТ 25336—82
Колбы круглодонные со шлифом (концентраторы) на 100, 250 см ³ и 4 000 см ³ ТС	ТУ 92-891.029—91
Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, с внутренним диаметром 4,6 мм, Symmetry Shield RP18, зернение 5 мкм, фирма «Waters»	
Насос диафрагменный FT.19, фирма «KNF Neu Laborport»	
Предколонка хроматографическая стальная Symmetry C18, 20 мм × 3,9 мм, зернение 5 мкм, фирма «Waters»	
Предколонка хроматографическая стальная, Zorbax Eclipse XDB-C8, длиной 12,5 мм, внутренним диаметром 2,1 мм, зернение 5 мкм, фирма «Agilent»	
Сито лабораторное с полотном из латуни или нержавеющей стали с размером ячеек 1 мм	ГОСТ 3826—82 и ГОСТ 6613—86
Стаканы стеклянные, термостойкие объемом 100—500 см ³	ГОСТ 25336—82
Установка для перегонки растворителей с круглодонной колбой объемом 4 000 см ³ и приемной конической колбой объемом 1 000 см ³	
Фильтры бумажные, «красная лента»	ТУ 6-09-1678—86
Фильтры для очистки растворителей, диаметром 20 мм с отверстиями пор 20 мкм, фирма «Waters»	

Центрифуга MPW-350e с числом оборотов
4 000 об./мин и с набором полипропиленовых
банок емкостью 200 см³

Шприц инъекционный однократного
применения объемом 10 см³

ГОСТ 24861—91
(ИСО 7886—84)

Допускается применение хроматографических колонок и другого оборудования с аналогичными или лучшими техническими 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 жидкостный 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 и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой проведения анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы контроля при проведении процедуры контроля погрешности анализа.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С, относительной влажности не более 80 % и нормальном атмосферном давлении;
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению определений

Выполнению измерений предшествуют следующие операции: очистка растворителей (при необходимости), приготовление растворов, кондиционирование хроматографической колонки, подготовка колонки с окисью алюминия, концентрирующих патронов Диапак Амин и Диапак С 16 для очистки экстракта, проверка хроматографического поведения вещества на колонках с окисью алюминия и на концентрирующих патронах Диапак Амин и Диапак С16, установление градуировочной характеристики.

7.1. Подготовка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил, содержащий воду, предварительно осушают, добавляя в него гранулированный безводный хлористый кальций из расчета не менее 100 г/дм³. Выдерживают его над осушителем в течение 5—6 часов. Затем ацетонитрил сливают с осушителя в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см³ аппарата для перегонки растворителей.

Ацетонитрил перегоняют при температуре 81,5 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 81,5 °С отбрасывают.

7.1.2. Очистка ацетона

Ацетон помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см³ от аппарата для перегонки растворителей, добавляют к нему марганцовокислый калий из расчета 1 г/дм³.

Ацетон перегоняют при температуре 56,2 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 56,2 °С отбрасывают.

7.1.3. Приготовление бидистиллированной воды

Дистиллированную воду помещают в круглодонную колбу со шлифом объемом 4 000 см³ от аппарата для перегонки растворителей, добавляют к ней марганцовокислый калий из расчета 1 г/дм³ и кипятят в течение 6 часов.

Собирают фракции, отогнанные при температуре 100,0 °С, а фракции, отогнанные при температуре ниже и выше 100,0 °С отбрасывают.

7.2. Приготовление растворов для проведения анализа

7.2.1. Приготовление подвижной фазы для ВЭЖХ

Для приготовления подвижной фазы используют свежеперегнанные ацетонитрил и очищенную воду.

В плоскодонную колбу объемом 1 000 см³ помещают 600 см³ ацетонитрила и 400 см³ очищенной воды. Смесь тщательно перемешивают, пропускают через нее газообразный гелий со скоростью 20 см³/мин в течение 5 минут, после чего помещают в ультразвуковую ванну для удаления растворенных газов на 1 минуту. Готовый раствор подвижной фазы хранят при комнатной температуре не более 7 суток.

7.2.2. Приготовление градуировочных растворов

7.2.2.1. Стандартный раствор № 1 с концентрацией Пикоксистрибина 1,0 мг/см³.

Взвешивают 50 мг Пикоксистрибина в мерной колбе объемом 50 см³. Навеску растворяют в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом. Полученный стандартный раствор № 1 используется для приготовления стандартных растворов для хроматографического исследования и установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 1 хранится в холодильнике в течение 6 месяцев.

7.2.2.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией Пикоксистрибина 10,0 мкг/см³.

Из стандартного раствора № 1 отбирают пипеткой 1 см³, помещают в мерную колбу объемом 100 см³ и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 2 используется для внесения в контрольные образцы и для приготовления стандартных растворов для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 2 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.3. Стандартный раствор № 3 с концентрацией Пикоксистрибина 1,0 мкг/см³.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см³, помещают в мерную колбу объемом 10 см³ и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 3 используется для установления градуировочной характеристики и для внесения в контрольные образцы. Стандартный раствор № 3 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.4. Стандартный раствор № 4 с концентрацией Пикоксистрибина 0,5 мкг/см³.

Из стандартного раствора № 3 отбирают пипеткой 5 см³, помещают в мерную колбу объемом 10 см³ и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 4 используется для установления градуировочной характеристики и для внесения в контрольные образцы. Стандартный раствор № 4 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.5. Стандартный раствор № 5 с концентрацией Пикоксистрибина 0,2 мкг/см³.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см³, помещают в мерную колбу объемом 50 см³ и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 5 используется для установления градуировочной характеристики и для внесения в контрольные образцы. Стандартный раствор № 5 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.6. Стандартный раствор № 6 с концентрацией Пикоксистрибина 0,1 мкг/см³.

Из стандартного раствора № 2 отбирают пипеткой 1 см³, помещают в мерную колбу объемом 100 см³ и доводят объем до метки ацетонитрилом. Стандартный раствор № 6 используется для установления градуировочной характеристики. Стандартный раствор № 6 хранится в холодильнике не более 30 суток.

7.2.2.7. Стандартные растворы с концентрацией Пикоксистрибина 5,0; 2,5; 2,0; и 0,4 мкг/см³ для внесения в контрольные образцы.

Методом последовательного разведения ацетонитрилом готовят растворы, содержащие по 5,0; 2,5; 2,0; и 0,4 мкг/см³ и используют эти растворы с целью внесения в контрольные образцы. Стандартные растворы для внесения в контрольные образцы хранятся в холодильнике не более 30 суток.

7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации Пикоксистрибина в растворе (мкг/см³), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки с концентрацией 1,0; 0,5; 0,2 и 0,1 мкг/см³.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм³ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.5. Осуществляют не менее 5-ти параллельных измерений.

7.4. Подготовка колонки с окисью алюминия для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения Пикоксистрибина на ней

7.4.1. Подготовка колонки с окисью алюминия для очистки экстракта

В пластиковую или стеклянную колонку диаметром 15 мм помещают 3 г окиси алюминия с зернением 40/250 меш и, аккуратно постукивая по стенкам колонки, формируют слой адсорбента. Непосредственно перед использованием колонку промывают 10 см³ ацетонитрила.

7.4.2. Проверка хроматографического поведения Пикоксистробина на колонке с окисью алюминия

В концентратор объемом 100 см³ вносят 1 см³ стандартного раствора Пикоксистробина в ацетонитриле с концентрацией 1,0 мкг/см³ и выпаривают его досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 10 см³ ацетонитрила, тщательно обмывают стенки концентратора и наносят на подготовленную колонку. Элюат собирают в концентратор и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Исходную колбу обмывают еще двумя порциями ацетонитрила объемом по 10 см³ каждая и последовательно вносят их на колонку. Каждую порцию собирают отдельно в концентраторы объемом по 100 см³ и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток каждой фракции растворяют в 2 см³ ацетонитрила и 20 мм³ пробы вводят в хроматограф.

Определяют фракции, содержащие Пикоксистробин, полноту смывания с колонки и необходимый объем элюента.

Изучение поведения Пикоксистробина на колонке проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии окиси алюминия.

7.5. Подготовка концентрирующих патронов Диапак Амин для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения Пикоксистробина на них

7.5.1. Подготовка концентрирующих патронов Диапак Амин для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 см³/мин (1—2 кап./с).

Патрон Диапак Амин устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 см³ (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 10 см³ смеси ацетона с гексаном в соотношении 1 : 9. Элюат отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

7.5.2. Проверка хроматографического поведения Пикоксистробина на патроне Диапак Амин

В концентратор объемом 100 см³ вносят 1 см³ стандартного раствора Пикоксистробина в ацетонитриле с концентрацией 1,0 мкг/см³ и выпаривают его досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С. Сухой остаток растворяют в 1 см³ ацетона, добавляют 9 см³ гексана, тщательно обмывают стенки концентратора и наносят раствор на патрон. Элюат собирают в концентратор и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

Исходную колбу обмывают еще двумя порциями смеси ацетона с гексаном в соотношении 1 : 9 объемом по 10 см³ каждая и последовательно вносят их на патрон. Каждую порцию собирают отдельно в концентраторы объемом по 100 см³ и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток каждой фракции растворяют в 2 см³ ацетонитрила и 20 мм³ пробы вводят в хроматограф.

Определяют фракции, содержащие Пикоксистробин, полноту смывания с патрона и необходимый объем элюента.

Изучение поведения Пикоксистробина на концентрирующих патронах Диапак Амин проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии концентрирующих патронов.

7.6. Подготовка концентрирующих патронов Диапак С16 для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения Пикоксистробина на них

7.6.1. Подготовка концентрирующих патронов Диапак С16 для очистки экстракта

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 см³/мин (1—2 кап./с).

Патрон Диапак С16 устанавливают на алонж с отводом для вакуума, сверху в патрон вставляют шприц с разъемом типа Люер объемом не менее 10 см³ (используют как емкость для элюентов).

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 5 см³ смеси ацетонитрила с водой соотношении 2 : 1, затем 20 см³ воды. Элюаты отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона.

7.6.2. Проверка хроматографического поведения Пикоксистробина на концентрирующих патронах Диапак С16

Из стандартного раствора Пикоксистробина в ацетонитриле, содержащего 1 мкг/см^3 , отбирают 1 см^3 , помещают в концентратор объемом 100 см^3 и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше $30 \text{ }^\circ\text{C}$. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 ацетонитрила, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 см^3 воды, перемешивают и вносят на патрон. Элюат собирают в концентратор, выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше $30 \text{ }^\circ\text{C}$, сухой остаток растворяют в 2 см^3 ацетонитрила и хроматографируют.

Исходный концентратор обмывают последовательно двумя порциями по 10 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении $1 : 4$, затем 10 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении $1 : 2$, затем двумя порциями по 10 см^3 смеси ацетонитрила с водой в соотношении $2 : 1$, полученные растворы последовательно вносят на патрон. Элюат после прохождения каждой порции элюентов собирают в отдельные концентраторы объемом по 100 см^3 , упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше $30 \text{ }^\circ\text{C}$, сухой остаток растворяют в 2 см^3 ацетонитрила и хроматографируют.

Определяют фракции, содержащие Пикоксистробин, полноту смывания с патрона и необходимый объем элюента.

Изучение поведения Пикоксистробина на концентрирующих патронах Диапак С16 проводят каждый раз при отработке методики или поступлении новой партии концентрирующих патронов.

7.7. Подготовка и кондиционирование колонки для жидкостной хроматографии

Хроматографическую колонку Symmetry Shield RP18 с предколонкой Zorbax Eclipse XDB-C8 или Symmetry C18 устанавливают в термостате хроматографа и стабилизируют при температуре $30 \text{ }^\circ\text{C}$ и скорости потока подвижной фазы $1 \text{ см}^3/\text{мин}$ $3\text{—}4$ часа.

8. Отбор проб и хранение

Отбор проб производится в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микροколичеств пестицидов», № 2051-79 от 21.08.1979, а также в соответствии ГОСТ Р 51592—2000 «Вода. Общие требования к отбору проб», ГОСТ

17.4.3.01—83 «Почвы. Общие требования к отбору проб», ГОСТ 28168—89 «Почвы. Отбор проб», ГОСТ 13586.3—83 «Зерно. Правила приемки и методы отбора проб», ГОСТ Р 50436—92 (ИСО 950—79) «Зерновые. Отбор проб зерна», ГОСТ 27262—87 «Корма растительного происхождения. Методы отбора проб» и ГОСТ Р 52647—2006 «Свекла сахарная. ТУ».

Пробы воды хранят в стеклянной герметично закрытой таре в холодильнике при температуре 4 °С; пробы почвы – в полиэтиленовой таре в морозильнике при температуре –18 °С.

Отобранные пробы зерна и соломы подсушивают до стандартной влажности и хранят в бумажных или тканевых мешочках в сухом, хорошо проветриваемом шкафу, недоступном для грызунов.

Для длительного хранения пробы почвы подсушивают при комнатной температуре в отсутствие прямого солнечного света. Сухие почвенные образцы могут храниться в темной таре в течение года. Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Пробы зеленой массы и корнеплодов сахарной свеклы хранят в холодильнике в полиэтиленовых пакетах при температуре 0—4 °С в течение суток. Для длительного хранения пробы замораживают и хранятся в морозильной камере при температуре –18 °С.

9. Подготовка проб и выполнение измерений

9.1. Вода

9.1.1. Экстракция

Пробу воды объемом 100 см³ помещают в делительную воронку объемом 250 см³, прибавляют туда 5 г хлористого натрия и перемешивают до полного растворения соли. Пикоксистербин экстрагируют тремя порциями гексана объемом по 30 см³, встряхивая каждый раз делительную воронку 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (гексан) объединяют в концентрате объемом 250 см³, собирая его через слой безводного сульфата натрия. Экстракт выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

9.1.2. Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия

Сухой остаток в концентрате растворяют в 10 см³ ацетонитрила, тщательно обмывают стенки концентрата и наносят на заранее подготовленную колонку. Элюат собирают в концентратор объемом 100 см³.

Исходную колбу обмывают 10 см³ ацетонитрила и вносят на колонку. Элюаты объединяют в концентраторе и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 5 см³ ацетонитрила и 20 мм³ пробы вводят в хроматограф.

9.2. Почва

9.2.1. Экстракция

Пробу почвы весом 20 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции и центрифугирования объемом 200 см³, прибавляют туда 10 см³ воды и выдерживают 10 минут при комнатной температуре. Пикоксистробин экстрагируют 75 см³ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 в течение 10 минут на аппарате для встряхивания. Затем пробу центрифугируют в течение 5 минут при скорости 4 000 оборотов в минуту. Супернатант фильтруют в коническую колбу объемом 250 см³ с 5 г хлорида натрия через фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще два раза, используя по 75 см³ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 и помещая каждый раз на 10 минут на аппарат для встряхивания. Пробы центрифугируют, фильтруют, экстракты объединяют в конической колбе объемом 250 см³ с 5 г хлорида натрия, перемешивают и выдерживают 10 минут при комнатной температуре.

Объединенный экстракт из колбы переносят в делительную воронку объемом 250 см³ (не растворившуюся соль оставляют в колбе), оставляют до полного разделения слоев и нижний (водный) слой отбрасывают. Верхний ацетонитрильный слой собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 см³ и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

9.2.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К сухому остатку в концентраторе, полученному по п. 9.2.1, прибавляют 5 см³ ацетона, тщательно обмывая стенки колбы, затем прибавляют 100 см³ дистиллированной воды, 5 г хлорида натрия, перемешивают и переносят в делительную воронку объемом 250 см³.

Пикоксистробин экстрагируют тремя порциями гексана объемом по 30 см³, каждый раз встряхивая делительную воронку по 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке верхний слой (гексан) собирают в коническую колбу объемом 250 см³ через слой безводного сульфата натрия.

Затем гексановый экстракт переносят в чистую делительную воронку объемом 250 см³ и экстрагируют Пикоксистробин тремя порциями ацетонитрила объемом по 30 см³, каждый раз встряхивая делительную воронку по 2 минуты. После полного разделения фаз в делительной воронке нижний (ацетонитрильный) слой собирают в концентратор объемом 250 см³ через слой безводного сульфата натрия и выпаривают досуха при температуре не выше 30 °С.

9.2.3. Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия и на концентрирующих патронах Диапак С16

Сухой остаток растворяют в 10 см³ ацетонитрила и очищают на колонке с окисью алюминия, как указано в п. 9.1.2. Элюат выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С и подвергают дальнейшей очистке на концентрирующих патронах Диапак С16.

Сухой остаток растворяют в 1 см³ ацетонитрила, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 см³ воды, перемешивают и вносят на подготовленный патрон. Элюат отбрасывают. Исходный концентратор обмывают последовательно 10 см³ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 4, затем 10 см³ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 1 : 2. Растворы наносят на патрон и элюаты также отбрасывают. Пикоксистробин элюируют 20 см³ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 2 : 1. Элюат собирают в концентратор объемом 100 см³, упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 10 см³ ацетонитрила и 20 мм³ пробы вводят в хроматограф.

9.3. Зерно пшеницы

9.3.1. Экстракция

Образец измельченного зерна пшеницы массой 20 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 см³, прибавляют 10 см³ дистиллированной воды, 40 см³ ацетонитрила и помещают на 5 минут в ультразвуковую ванну, а затем на 5 минут на аппарат для встряхивания проб. Экстракт фильтруют в коническую колбу объемом 250 см³ с 5 г хлорида натрия через фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще два раза, используя каждый раз по 40 см³ ацетонитрила и помещая на 5 минут в ультразвуковую ванну, а затем на 5 минут на аппарат для встряхивания проб. Экстракты объединяют в конической колбе

объемом 250 см³ с 5 г хлорида натрия, перемешивают и выдерживают 10 минут при комнатной температуре.

Затем объединенный экстракт из колбы переносят в делительную воронку (не растворившуюся соль оставляют в колбе) объемом 250 см³, оставляют до полного разделения слоев в делительной воронке. Нижний водный слой отбрасывают, а верхний ацетонитрильный слой собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 см³ и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.2. *Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей* и п. 9.2.3 *Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия и на концентрирующих патронах Диапак С16*.

После очистки элюат выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 2 см³ ацетонитрила и 20 мм³ пробы вводят в хроматограф.

9.4. Солома пшеницы

9.4.1. Экстракция

Образец измельченной соломы пшеницы массой 5 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 см³, прибавляют 10 см³ ацетонитрила и оставляют при комнатной температуре на 10 минут. Пикоксистробин экстрагируют 75 см³ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1, помещая на 5 минут в ультразвуковую ванну. Экстракт фильтруют в коническую колбу объемом 250 см³ с 5 г хлорида натрия через фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще два раза, используя каждый раз по 75 см³ смеси ацетонитрила с водой в соотношении 9 : 1 и помещая каждый раз на 5 минут на аппарат для встряхивания проб. Экстракты объединяют в конической колбе объемом 250 см³ с 5 г хлорида натрия, перемешивают и выдерживают 10 минут при комнатной температуре.

Затем объединенный экстракт из колбы переносят в делительную воронку объемом 250 см³ (не растворившуюся соль оставляют в колбе), оставляют до полного разделения слоев и нижний водный слой отбрасывают. Верхний ацетонитрильный слой собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 см³ и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.2 *Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей* и

п. 9.2.3 *Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия и на концентрирующих патронах Диапак С16.*

После очистки элюат упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 2 см³ ацетонитрила и 20 мм³ пробы вводят в хроматограф.

9.5. Корнеплоды сахарной свеклы

9.5.1. Экстракция

Образец измельченных корнеплодов сахарной свеклы массой 20 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 см³, приливают туда 40 см³ ацетонитрила и помещают на 5 минут в ультразвуковую ванну, а затем на 10 минут на аппарат для встряхивания проб. Экстракт фильтруют в коническую колбу объемом 250 см³ с 5 г хлорида натрия через фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще два раза, используя каждый раз по 40 см³ ацетонитрила и помещая на 5 минут в ультразвуковую ванну, а затем на 10 минут на аппарат для встряхивания проб. Экстракты объединяют в конической колбе объемом 250 см³ с 5 г хлорида натрия, перемешивают и выдерживают 10 минут при комнатной температуре.

Затем объединенный экстракт из колбы переносят в делительную воронку (не растворившуюся соль оставляют в колбе) объемом 250 см³, оставляют до полного разделения слоев в делительной воронке. Нижний водный слой отбрасывают, а верхний ацетонитрильный слой собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 см³ и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.2 *Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей* и п. 9.1.2 *Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия.*

После очистки элюат выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С, сухой остаток растворяют в 2 см³ ацетонитрила и 20 мм³ пробы вводят в хроматограф.

9.6. Зелёная масса сахарной свеклы

9.6.1. Экстракция

Образец измельченной зеленой массы сахарной свеклы массой 10 г помещают в полипропиленовую банку для экстракции объемом 250 см³, приливают туда 50 см³ ацетонитрила и помещают на 5 минут в ультразвуковую ванну, а затем на 10 минут на аппарат для встряхивания проб.

Экстракт фильтруют в коническую колбу объемом 250 см³ с 5 г хлорида натрия через фильтр «красная лента». Экстракцию повторяют еще два раза, используя каждый раз по 50 см³ ацетонитрила и помещая на 5 минут в ультразвуковую ванну, а затем на 10 минут на аппарат для встряхивания проб. Экстракты объединяют в конической колбе объемом 250 см³ с 5 г хлорида натрия, перемешивают и выдерживают 10 минут при комнатной температуре.

Затем объединенный экстракт из колбы переносят в делительную воронку (не растворившуюся соль оставляют в колбе) объемом 250 см³, оставляют до полного разделения слоев в делительной воронке. Нижний водный слой отбрасывают, а верхний ацетонитрильный слой собирают через слой безводного сульфата натрия в концентратор объемом 250 см³ и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.2 *Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей* и п. 9.2.3 *Очистка экстракта на колонке с окисью алюминия и на концентрирующих патронах Диапак С16*.

При недостаточной степени очистки пробу очищают на концентрирующих патронах Диапак Амин.

9.6.2. Очистка экстракта на концентрирующих патронах Диапак Амин

Сухой остаток в концентраторе растворяют в 1 см³ ацетона, тщательно обмывая стенки концентратора, прибавляют 9 см³ гексана, перемешивают и вносят на подготовленный патрон. Элюат собирают в концентратор объемом 100 см³. Исходную колбу обмывают 10 см³ смеси ацетона с гексаном в соотношении 1 : 9 и вносят на патрон. Элюаты объединяют в концентраторе и выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30 °С.

Сухой остаток растворяют в 2 см³ ацетонитрила и 20 мм³ пробы вводят в хроматограф.

9.7. Условия хроматографирования

9.7.1. Хроматограф жидкостной Agilent 1200 LCMS с диодно-матричным детектором G1315B с изменяемой длиной волны, снабженный термостатом для колонок с диапазоном температур от 15 до 80 °С и стандартным автосамплером для автоматического ввода пробы в хроматографическую систему (1200 Series Autosampler с дозирующим объемом от 0,1 до 100 мм³).

Колонка стальная Symmetry Shield RP18, 250 мм × 4,6 мм, зернение 5 мкм, фирма «Waters».

Предколонка стальная Zorbax Eclipse XDB-C8, 12,5 мм × 2,1 мм, зернение 5 мкм, фирма «Agilent».

Температура колонки: 30 °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил – вода в соотношении 60 : 40.

Длина волны: 250 нм.

Время удерживания Пикоксистробина: 11,5 мин ± 3 %.

Чувствительность не менее 10 mAU (миллиединиц абсорбции) на шкалу.

Объем вводимой пробы: 20 мм³.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в пределах 2—20 нг.

9.7.2. Хроматограф жидкостной Waters 515 с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны и чувствительностью не ниже 0,005 единиц абсорбции на шкалу, номер госрегистрации № 15311-02 или другой с аналогичными характеристиками.

Колонка стальная Symmetry Shield RP18, 250 мм × 4,6 мм, зернение 5 мкм, фирма «Waters».

Предколонка стальная Simmetry C18, 20 мм × 3,9 мм, зернение 5 мкм, фирма «Waters».

Температура колонки: 30 °С.

Подвижная фаза: ацетонитрил – вода в соотношении 60 : 40.

Длина волны: 250 нм.

Время удерживания Пикоксистробина: 12,2 мин ± 3 %.

Чувствительность не менее 0,005 AUFS (единиц абсорбции на шкалу).

Объем вводимой пробы: 20 мм³.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в пределах 2—20 нг.

10. Обработка результатов

Для обработки результатов хроматографического анализа используется программное обеспечение химического анализа Agilent Technologies ChemStation for LC 3D или Empower2.

Альтернативная обработка результатов.

Содержание Пикоксистробина рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{S_{np} \cdot A \cdot V}{100 \cdot S_{ст} \cdot m} \cdot P, \text{ где}$$

X – содержание Пикоксистробина в пробе, мг/кг;

$S_{ст}$ – высота (площадь) пика стандарта, мм;

S_{np} – высота (площадь) пика образца, мм;
 A – концентрация стандартного раствора, мкг/см³;
 V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см³;
 m – масса анализируемого образца, г (см³);
 P – содержание Пикоксистробина в аналитическом стандарте, %.

11. Проверка приемлемости результатов параллельных определений

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости (1):

$$\frac{2|X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \text{ где} \quad (1)$$

X_1, X_2 – результаты параллельных определений, мг/кг;

r – значение предела повторяемости (табл. 1), при этом $r = 2,8 \times \sigma_r$.

При невыполнении условия (1) выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

12. Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде:

$(\bar{X} \pm \Delta)$ мг/кг при вероятности $P = 0,95$,

где \bar{X} – среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/кг;

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta \cdot \bar{X} / 100,$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

В случае если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

*«содержание вещества в пробе менее 0,01 мг/кг»**

** – 0,01 мг/кг – предел обнаружения.*

13. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6—2002

«Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

13.1. Стабильность результатов измерений контролируют перед проведением измерений, анализируя один из градуировочных растворов.

13.2. Плановый внутрिलाбораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.

Величина добавки C_δ должна удовлетворять условию:

$$C_\delta = \Delta_{л, \bar{X}} + \Delta_{л, \bar{X}'}, \text{ где}$$

$\pm \Delta_{л, \bar{X}}$ ($\pm \Delta_{л, \bar{X}'}$) – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно) мг/кг, при этом:

$$\Delta_{л} = \pm 0,84 \Delta, \text{ где}$$

Δ – граница абсолютной погрешности, мг/кг;

$$\Delta = \delta \cdot \bar{X} / 100, \text{ где}$$

δ – граница относительной погрешности методики (показатель точности в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

Результат контроля процедуры K_k рассчитывают по формуле:

$$K_k = \bar{X}' - \bar{X} - C_\delta, \text{ где}$$

\bar{X}' , \bar{X} , C_δ среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п. 11), содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце и концентрация добавки, соответственно, мг/кг.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{\Delta_{л, \bar{X}'}^2 + \Delta_{л, \bar{X}}^2}$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры (K_k) с нормативом контроля (K).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_k| \leq K, \quad (2)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (2) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (2) выясняют причины, приво-

дящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости (R):

$$\frac{2|X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq R, \text{ где} \quad (3)$$

X_1, X_2 – результаты измерений в двух разных лабораториях, мг/кг;

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, табл. 1), %.

**Полнота извлечения Пикоксистробина из воды, почвы, зерна и
соломы зерновых культур.
(5 повторностей для каждой концентрации, $P = 0,95$)**

Среда	Внесено, мг/кг	Обнаружено, мг/кг	Полнота определения, %
Вода	0,005	0,0047 ± 0,0001	94,4
	0,010	0,0095 ± 0,0001	94,6
	0,020	0,0192 ± 0,0001	96,2
	0,050	0,0469 ± 0,0001	93,8
Почва	0,1	0,0815 ± 0,0005	81,5
	0,2	0,1593 ± 0,0003	79,6
	0,5	0,4062 ± 0,0022	81,2
	1,0	0,7788 ± 0,0017	77,9
Зерно пшеницы	0,01	0,0074 ± 0,0001	73,6
	0,02	0,0147 ± 0,0001	73,7
	0,05	0,0370 ± 0,0002	74,0
	0,10	0,0743 ± 0,0004	74,3
Солома пшеницы	0,05	0,0388 ± 0,0002	77,5
	0,10	0,0788 ± 0,0004	78,8
	0,20	0,1483 ± 0,0007	74,2
	0,50	0,3859 ± 0,0025	77,2
Зеленая масса сахарной свеклы	0,02	0,0166 ± 0,0002	83,2
	0,05	0,0374 ± 0,0003	74,8
	0,10	0,0753 ± 0,0034	75,3
	0,20	0,1559 ± 0,0012	78,0
Корнеплоды сахарной свеклы	0,01	0,0085 ± 0,0001	84,6
	0,02	0,0167 ± 0,0003	83,7
	0,05	0,0424 ± 0,0007	84,9
	0,10	0,0849 ± 0,0012	84,9

Полнота определения дифеноконазола в модельных матрицах ($n = 5$)

Матрица	Внесено дифеноконазола мг/кг	Открыто дифеноконазола, %	Доверительный интервал среднего результата, %
Зеленая масса	0,05	83,4	± 3,7
	0,10	84,6	± 2,5
	0,25	85,6	± 2,3
	0,50	87,6	± 2,1
Семена	0,02	84,0	± 3,7
	0,04	84,4	± 3,0
	0,10	85,4	± 2,5
	0,20	88,2	± 2,2
Масло	0,05	82,8	± 2,7
	0,10	83,6	± 2,5
	0,25	85,4	± 2,2
	0,50	87,0	± 2,3

Содержание

Определение остаточных количеств Фамоксадона в луке-перо и луке-репке методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2777—10.....	3
Определение остаточных количеств Цимоксанила в луке-перо и луке-репке методом газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2778—10.....	23
Определение остаточных количеств Пикоксистробина в воде, почве, зерне и соломе зерновых культур, зеленой массе и корнеплодах сахарной свеклы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2779—10.....	41
Определение остаточных количеств флуазинама в яблоках, винограде, яблочном и виноградном соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии МУК 4.1.2780—10.....	67
Определение остаточных количеств напропамида в семенах и масле рапса и плодах томатов методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2781—10.....	79
Определение остаточных количеств карбендазима в зерне гороха и масле рапса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2782—10.....	93
Определение остаточных количеств метрафенона в воде, почве, зеленой массе, зерне и соломе зерновых культур, ягодах и соке винограда методом ВЭЖХ: МУК 4.1.2783—10.....	107
Определение остаточных количеств дифеноконазола в ягодах и соке винограда методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2784—10.....	121
Определение остаточных количеств паклобутразола в воде, почве, зеленой массе, семенах и масле рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2785—10.....	139
Определение остаточных количеств дифеноконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии: МУК 4.1.2786—10.....	159