

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 5

МУК 4.1.1229—4.1.1233—03

Издание официальное

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 трифлуксистробина
в воде, почве, яблоках и его метаболита ЦГА 321113
в воде и почве газохроматографическим методом**

**Методические указания
МУК 4.1.1232—03**

1. Вводная часть

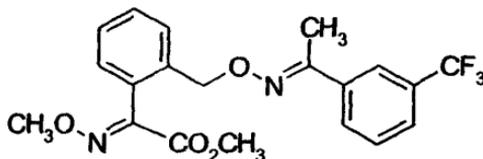
Фирма производитель: Сингента (Швейцария).

Торговое название: ЗАТО, ФЛИНТ.

Действующее вещество: трифлуксистробин (ЦГА 279202).

(Е,Е)-метоксиимино-{2-[1-(3-трифторметилфенил)-этилиденамино-оксиметил]-фенил}уксусной кислоты метиловый эфир (ИЮПАК).

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{20}H_{19}F_3N_2O_4$.

Молекулярная масса: 408,4.

Белый порошок без запаха.

Температура плавления: 72,9 °С.

Давление паров при 25 °С: $3,4 \times 10^{-6}$ Па.

Растворимость (г/л) при 25 °С: вода – 0,0006, гексан – 11, толуол – 500, дихлорметан – 500, метанол – 76, ацетон – 500, этилацетат – 500.

Стабильность к гидролизу при 20 °С: $DT_{50} = 3\ 139$ дней (рН 5), 80,1 дня (рН 7), 1,1 дня (рН 9).

В биологически активных почвах в анаэробных условиях трифлуксистрибин быстро разрушается: $DT_{50} < 1,1$ дня, $DT_{90} = 2—3$ дня.

Краткая токсикологическая характеристика. Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс – более 5 000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс – более 2 000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LC_{50}) для крыс – более 4 646 мг/м³. Трифлуксистрибин не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз кролика, не обладает мутагенными и сенсибилизирующими свойствами.

Трифлуксистрибин токсичен для дафний, рыб и водорослей в лабораторном эксперименте.

Гигиенические нормативы:

ПДК в воде водоемов – 0,03 мг/дм³;

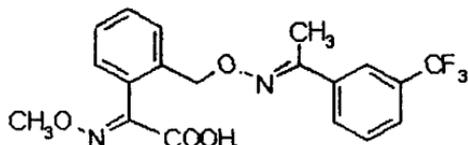
ОДК в почве – 0,2 мг/кг;

МДУ в яблоках и грушах – 0,1 мг/кг.

Основной метаболит трифлуксистрибина: ЦГА 321113.

(Е,Е)-метоксиимино-{2-[1-(3-трифторметилфенил) этилиденамино-оксиметил]-фенил}уксусная кислота (ИЮПАК).

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{19}H_{17}F_3N_2O_4$.

Молекулярная масса: 394,4.

Белый порошок без запаха.

Другие физико-химические и токсикологические характеристики основного метаболита трифлуксистрибина отсутствуют.

В биологически активных почвах в аэробных условиях метаболит ЦГА 321113 достаточно стабилен: $DT_{50} = 110$ дней, $DT_{90} = 279$ дней.

Область применения препарата. Трифлуксистрибин – синтетический фунгицид из класса стробилуринов, являющихся продуцентами гриба *Strobilurus tenacellus*. Вещество эффективно против широкого круга грибных патогенов хлебных злаков, овощных, кормовых, технических и плодовых культур. Обладает защитным и лечебно-профилактическим действием.

Проходит регистрационные испытания в России и странах СНГ под торговым названием Зато, ВДГ (500 г/кг) в яблоневых и грушевых

садах в качестве средства борьбы с возбудителями мучнистой росы, парши, пятнистостей и болезней при хранении с нормой расхода препарата 0,10—0,15 кг/га при 4—6-кратной обработке (до и после цветения) за сезон с 10—14-дневными интервалами.

Трифлуксистробин весьма лабильное вещество и при попадании в воду или почву достаточно быстро гидролизуеться с образованием довольно устойчивого соединения — (Е,Е)-метоксиимино- $\{2-[1-(3\text{-трифторметилфенил})\text{-этилиденамино-оксиметил}]фенил\}$ -уксусной кислоты (ЦГА 321113). В яблоках трифлуксистробин разрушается слабо.

2. Методика определения остаточных количеств трифлуксистробина в воде, почве, яблоках и его метаболита ЦГА 321113 в воде и почве газохроматографическим методом

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип методики

Методика основана на газохроматографическом определении трифлуксистробина и его метаболита ЦГА 321113 (в виде метилового эфира) на неподвижной фазе OV-17 с использованием электронзахватного детектора (ДЭЗ) после экстракции препарата из воды гексаном, из почвы и яблок водным ацетоном, а метаболита из подкисленной воды хлористым метиленом и из почвы водным ацетоном при ультразвуковой обработке, предварительной очистки экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей, метилирования метаболита диазометаном до трифлуксистробина и окончательной очистки экстрактов на колонке с силикагелем.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

2.1.2. Избирательность метода

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

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Таблица 1

Метрологические параметры метода

Метрологические параметры, $p = 0,95$, $n = 20$						
Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/дм ³ , мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм ³ , мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S	Относительное отклонение, DS	Доверительный интервал среднего, %
Трифлуксистробин						
Вода	0,0005	0,0005—0,005	93,3	5,3	2,4	± 5,0
Почва	0,01	0,01—0,1	93,6	6,6	2,9	± 6,2
Яблоки	0,02	0,02—0,2	93,3	5,9	2,6	± 5,5
ЦГА 321113						
Вода	0,0005	0,0005—0,005	93,8	4,6	2,1	± 4,3
Почва	0,01	0,01—0,1	86,3	5,3	2,4	± 4,9

2.2. Реактивы, растворы, материалы

Трифлуксистробин, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,9 % (Новартис, Швейцария)

ЦГА 321113, аналитический стандарт с содержанием д.в. 99,0 % (Новартис, Швейцария)

Ацетон, чда

ГОСТ 2603—79

Вода бидистиллированная

ГОСТ 7602—72

Гексан, ч

ТУ 6-09-3375—78

Калия перманганат

ГОСТ 20490—75

Калий углекислый, хч

ГОСТ 4221—76

Кальция хлорид

ГОСТ 4161—77

Кислота серная, хч

ГОСТ 4204—77

Кислота хлористоводородная, хч

ГОСТ 3118—77

Натрия гидроксид, хч

ГОСТ 4328—77

Натрия сульфат безводный, хч

ГОСТ 4166—76

Натрий двууглекислый, хч

ГОСТ 83—79

Натрия хлорид, хч

ГОСТ 4233—77

N-метил-N-нитрозо-p-толуолсульфонамид (Мерк, Германия)

или N-нитрозометилмочевина

ТУ 6-09-11-1643—82

Спирт метиловый, хч

ГОСТ 6995—77

Толуол	ГОСТ 5789—78
Хлористый метилен	ГОСТ 12794—80
Этилацетат	ГОСТ 22300—76
Эфир диэтиловый	ГОСТ 6562—74
Элюент № 1 для колоночной хроматографии: смесь гексан—этилацетат, 95 : 5, по объему	
Элюент № 2 для колоночной хроматографии: смесь гексан—этилацетат, 90 : 10, по объему	
Силикагель для адсорбционной хромато- графии (Вельм, Германия) I степени актив- ности или силикагель КСК (60—100 меш)	
Стекловата	
Целит 535 (2—15 мкм) /Серва, Германия/ или аналогичный	
Фильтры бумажные «синяя лента»	ТУ 6-09-16—78

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф газовый с детектором по захвату электронов Tracor 570 (США) или другой аналогичного типа («Кристалл 2000 М»)	
Колонка хроматографическая, стеклянная, 1 800 × 2 мм, неподвижная фаза — 3 % OV-17 на Хромосорбе W(HP) (0,15—0,18 мм)	
Колонка хроматографическая, стеклянная, 1 800 × 2 мм, неподвижная фаза — 3 % SE-30 на Газ-хром Q (0,15—0,20 мм)	
Микрошприц емкостью 10 мкл, МШ-10Ф	ТУ 64-1-2850
Баня ультразвуковая, модель D-50 Branson Inst.Co., США или другая аналогичного типа	
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
Иономер ЭВ-74 или аналогичный	ГОСТ 22261—76
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 мл	ГОСТ 1770—74
Колбы грушевидные, вместимостью 20, 100 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 25, 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 и яблок 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 хранят до анализа в морозильной камере при температуре $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$. Пробы воды хранят при температуре не выше $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 3 дней, при температуре $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение месяца.

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

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 тех пор, пока свежая порция кислоты не перестанет окрашиваться. Затем гексан последовательно промывают водой, 2 %-м раствором гидроксида натрия и снова водой, после чего его сушат над гидроксидом натрия и перегоняют.

Этилацетат промывают равным объемом 5 %-го раствора двууглекислого натрия, сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

Ацетон перегоняют над перманганатом калия и поташом (на 1 л ацетона 10 г KMnO_4 и 2 г K_2CO_3).

Диэтиловый эфир (1 л) предварительно встряхивают с 20 мл свежеприготовленного раствора железного купороса (30 г сульфата железа в 50 мл воды с добавлением 1,5 г концентрированной серной кислоты). Затем диэтиловый эфир последовательно промывают 0,5 %-м раствором перманганата калия, 5 %-м раствором гидроксида натрия и водой, после чего сушат над хлористым кальцием и перегоняют.

2.5.2. Подготовка и кондиционирование колонки

Готовую насадку /3 % OV-17 на Хромосорбе W(HP)/ засыпают в стеклянную колонку, уплотняют под вакуумом, колонку устанавливают в термостат хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе азота при температуре 250 °С в течение 8—10 ч.

2.5.3. Приготовление стандартных растворов

Основной стандартный раствор трифлуксистробина с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,010 г препарата, содержащего 99,9 % д.в., в толуоле в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранят в холодильнике не более месяца.

Рабочие стандартные растворы с концентрациями 0,025; 0,05; 0,125 и 0,25 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора трифлуксистробина соответствующим последовательным разбавлением толуолом. Рабочие растворы хранят в холодильнике не более 3 дней.

При изучении полноты открывания трифлуксистробина в модельных матрицах используют ацетоновые растворы вещества.

Основной стандартный раствор метаболита ЦГА 321113 с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 0,010 г препарата, содержащего 99,0 % д.в., в ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранят в холодильнике не более месяца.

Из основного стандартного раствора метаболита готовят разбавлением ацетоном рабочие растворы с концентрациями 0,1; 0,5 и 2,5 мкг/мл, которые хранят в холодильнике не более 3 дней. Рабочие растворы используются при изучении полноты открывания метаболита в воде и почве. При расчете количества вводимого в матрицу метаболита учитывают соотношение молекулярных масс ЦГА 321113 и трифлуксистробина.

2.5.4. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 2 мкл рабочего стандартного раствора трифлуксистробина с концентрацией 0,025, 0,05, 0,125 и 0,25 мкг/мл. Осуществляют не менее 5 параллельных измерений и находят среднее значение высоты хрома-

тографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты хроматографического пика в мм от концентрации трифлуксистрибина в растворе в мкг/мл.

2.5.5. Подготовка раствора диазометана в эфире

В круглодонной колбе на 100 мл растворяют 5 г N-метил-N-нитрозо-п-толуолсульфонамида в 16 мл смеси диэтилового эфира и метанола (1 : 1). Колбу присоединяют к холодильнику, нижний конец которого снабжен алонжем с отводом, проходящим через резиновую пробку с отводом и погруженным в слой эфира (40 мл) на дне приемника. Приемник охлаждают смесью льда и соли. В капельницу помещают 15 мл 50 %-го раствора едкого калия.

Реакцию начинают добавлением в реакционный сосуд раствора едкого калия по каплям, избегая бурного вскипания реакционной массы. Об окончании реакции судят по прекращению выделения диазометана в диэтиловый эфир.

2.5.6. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

В нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 1,2 см вставляют тампон из стекловаты, закрывают кран и приливают около 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 последовательно 50 мл элюента № 2 и 30 мл элюента № 1 со скоростью 1—2 капли в секунду, после чего она готова к работе.

2.5.7. Проверка хроматографического поведения трифлуксистрибина на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу емкостью 10 мл отбирают 0,1 мл стандартного раствора трифлуксистрибина с концентрацией 10 мкг/мл. Отдувают растворитель током теплого воздуха, остаток растворяют в 3 мл элюента № 1 и наносят на колонку. Промывают колонку 50 мл элюента № 1, затем 70 мл элюента № 2 со скоростью 1—2 капли в секунду. Отбирают фракции по 10 мл каждая, упаривают, остаток растворяют в 2 мл толуола и анализируют на содержание трифлуксистрибина по п. 2.7.

Фракции, содержащие трифлуксистрибин, объединяют, упаривают досуха, остаток растворяют в 4 мл толуола и вновь анализируют по п. 2.7. Рассчитывают содержание трифлуксистрибина в элюате, определяют полноту вымывания вещества из колонки и необходимый для очистки экстракта объем элюента.

Примечание. Профиль вымывания трифлуксистрибина может меняться при использовании новой порции сорбента и растворителей.

2.6. Описание определения

2.6.1. Экстракция трифлуксистробина и метаболита ЦГА 321113 и очистка экстракта

2.6.1.1. Вода. В делительную воронку емкостью 250 мл помещают 100 мл предварительно отфильтрованной воды. Добавляют 20 мл гексана и встряхивают 1 мин. Верхний органический слой отделяют, собирая в грушевидную колбу на 100 мл. Водную фазу экстрагируют гексаном еще дважды порциями по 20 мл. Объединенную органическую фазу пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают на роторном вакуумном испарителе досуха при температуре 30 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по п. 2.6.3.

Водную фазу, оставшуюся после экстракции гексаном, переносят в делительную воронку емкостью 250 мл, подкисляют 1 н HCl до pH 2 и трижды экстрагируют хлористым метиленом порциями по 20 мл. Объединенную органическую фазу, содержащую метаболит трифлуксистробина, пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают небольшими порциями в 20-мл грушевидной колбе на роторном вакуумном испарителе досуха при температуре 30 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по п.п. 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.1.2. Яблоки. К навеске (25 г) измельченного материала добавляют 100 мл смеси ацетон–вода (2 : 1, по объему), гомогенизируют 3 мин при 10 000 об./мин и суспензию перемешивают в течение 20 мин на аппарате для встряхивания. Добавляют 2 г целита и фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр в колбу на 250 мл. Осадок на фильтре промывают 50 мл смеси ацетон–вода (2 : 1, по объему). Из объединенного экстракта отбирают аликвоту раствора (около 15 мл), эквивалентную 2,5 г растительного материала, и упаривают ее до водной фазы на роторном вакуумном испарителе при температуре 40 °С. Водный остаток переносят в делительную воронку емкостью 100 мл, приливают 10 мл насыщенного раствора хлорида натрия и 15 мл гексана. Смесь встряхивают в течение 1 мин и после ее расслоения отделяют гексановый слой, который пропускают через стеклянный фильтр, заполненный безводным сульфатом натрия, в грушевидную колбу вместимостью 100 мл. Экстракцию водной фракции гексаном повторяют еще два раза (по 15 мл). Объединенный гексановый экстракт, содержащий трифлуксистробин, выпаривают на роторном испарителе досуха при температуре 30 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по п. 2.6.3.

2.6.1.3. Почва. Навеску (25 г) воздушно-сухой почвы помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 100 мл смеси ацетон–

вода (2 : 1, по объему) и помещают в ультразвуковую баню на 5 мин. К суспензии добавляют 2 г целита и фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Осадок на фильтре промывают 50 мл смеси ацетон–вода (2 : 1, по объему). Из объединенного экстракта отбирают аликвоту раствора (около 27 мл), эквивалентную 5 г почвы, и упаривают ее до водной фазы на роторном вакуумном испарителе при температуре 40 °С. Водный остаток переносят в делительную воронку емкостью 100 мл, приливают 15 мл бидистиллированной воды и 15 мл гексана. Смесь встряхивают в течение 1 мин и после ее расслоения отделяют гексановую фракцию, которую пропускают через стеклянный фильтр, заполненный безводным сульфатом натрия, в грушевидную колбу вместимостью 100 мл. Экстракцию водной фракции гексаном повторяют еще два раза (по 15 мл). Объединенный гексановый экстракт, содержащий трифлуксэстробин, выпаривают на роторном испарителе досуха при температуре 30 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по п. 2.6.3.

Оставшуюся после обработки гексаном водную фазу подкисляют 1 н HCl до pH 2 и переносят в делительную воронку емкостью 100 мл. Приливают 10 мл хлористого метилена и воронку встряхивают в течение 1 мин. После разделения слоев отделяют дихлорметановую фракцию, которую пропускают через стеклянный фильтр, заполненный безводным сульфатом натрия, в грушевидную колбу вместимостью 20 мл. Экстракцию водной фракции хлористым метиленом повторяют еще два раза (10 + 10 мл). Объединенный дихлорметановый экстракт, содержащий метаболит ЦГА321113, выпаривают на роторном испарителе досуха при температуре 30 °С. Дальнейшую очистку экстракта проводят по п.п. 2.6.2 и 2.6.3.

2.6.2. Метилирование

К сухим остаткам водного (из п. 2.6.1.1) и почвенного (из п. 2.6.1.3) экстрактов, содержащим метаболит ЦГА 321113, приливают соответственно 2 и 3 мл эфирного раствора диазометана (из п. 2.5.5), перемешивают, закрывают колбочки пробками и оставляют стоять в течение 1 ч при комнатной температуре. Затем растворы упаривают досуха током воздуха.

2.6.3. Очистка на колонке с силикагелем

Остаток в колбе, полученный при упаривании экстрактов воды, растительного материала и почвы (из п.п. 2.6.1.1, 2.6.1.2 и 2.6.1.3) или метилированных по п. 2.6.2 экстрактов воды и почвы, количественно переносят тремя 1-мл порциями элюента № 1 в подготовленную хроматографическую колонку (п. 2.5.6). Промывают колонку 40 мл элюента

№ 1, которые отбрасывают. Трифлуксистеробин элюируют 60 мл элюента № 2, собирая элюат в грушевидную колбу емкостью 100 мл. Раствор упаривают досуха на роторном испарителе при температуре 30 °С. Сухие остатки экстрактов воды, почвы и яблок растворяют в 2 мл толуола и анализируют по п. 2.7.

2.7. Условия хроматографирования

Газовый хроматограф Тгасог 570 (США) с детектором по захвату электронов (Ni^{63})	
Показания электрометра	$1 \times 10^{-9} \text{A}$
Скорость движения ленты самописца	15 см/ч
Колонка стеклянная, спиральная 1 800 × 2 мм	
Неподвижная фаза – 3 % OV-17 на Хромосорбе W(HP) (0,15—0,18 мм)	
Температура испарителя	250 °С,
термостата колонки	240 °С,
детектора	300 °С
Скорость потока газа-носителя (азот)	30 мл/мин
Объем вводимой пробы	2 мкл
Время удерживания трифлуксистеробина	2 мин 20 с
Предел детектирования	0,05 нг
Линейный диапазон детектирования	0,05—0,5 нг

Альтернативная фаза:

3 % SE-30 на Газ-хром Q (0,15—0,20 мм)

Колонка стеклянная 1 800 × 2 мм

Условия хроматографирования те же.

Каждую анализируемую пробу вводят 3 раза и вычисляют среднюю высоту пика.

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,25 мкг/мл, разбавляют толуолом.

2.8. Обработка результатов анализа

Содержание трифлуксистеробина рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

X – содержание трифлуксистеробина в пробе, мг/кг или мг/дм³;

H_1 – высота пика образца, мм;

H_0 – высота пика стандарта, мм;

A – концентрация стандартного раствора трифлуксистеробина, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;
 m – объем или масса анализируемой части образца, мл или г (для воды – 100 мл; для яблочек – 2,5 г; для почвы – 5 г).

Содержание метаболита ЦГА 321113 рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

X – содержание ЦГА 321113 в пробе, мг/кг или мг/дм³;

H_1 – высота пика образца, мм;

H_0 – высота пика стандарта, мм;

A – концентрация стандартного раствора трифлуксистробина, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

m – объем (мл) или масса (г) анализируемой части образца (для воды – 100 мл; для почвы – 5 г).

K – коэффициент пересчета, учитывающий соотношение молекулярных масс трифлуксистробина и ЦГА 321113, равный 1,035.

3. Требования техники безопасности

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

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

Павлова Н. Н., н. с., канд. биол. н.; Талалакина Т. Н., н. с., Чканикова Е. В., н. с., канд. мед. н.; Макеев А. М., зав. лаб., канд. биол. н. ВНИИ фитопатологии, 143050 Московская обл., п/о Большие Вяземы.