

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра
здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко

24 июня 2003 г.

Дата введения: 30 июня 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение остаточных количеств Мезотриона в воде,
почве, зеленой массе и зерне кукурузы методом
газожидкостной хроматографии**

**Методические указания
МУК 4.1.1393—03**

1. Вводная часть

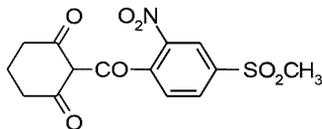
Фирма-производитель: ООО Сингента.

Торговое название: WF 2795

Название действующего вещества по ИСО: Мезотрион

Название действующего вещества по ИЮПАК: 2-(4-метил-2-
нитробензоил)циклогексан-1,3-дион

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{14}H_{13}NO_7S$

М. м. 339,3

Химически чистый Мезотрион представляет собой бледно-желтый порошок без запаха.

Давление паров: $5,69 \times 10^{-3}$ мПа при 20 °С.

Температура плавления: 165,3 °С.

Растворимость в воде – 2,2 (рН 4,8), 15 (рН 6,9), 22 (рН 9) г/л (при 20 °С).

Растворимость в органических растворителях: 1,2-дихлорэтан – 66,3; этилацетат – 18,6; метанол – 4,6; толуол – 3,1 г/кг;

Константа диссоциации рКа – 3,12 при 20 °С.

Стабилен к гидролизу в стерильных условиях при рН 5—9 и фотолизу в воде.

Сохранность и подвижность в почве сильно зависят от рН и содержания органического вещества. K_{oc} колеблется от 387 при рН – 4,6 до 19 при рН – 7,0; DT_{50} – от 4 дн. при рН 7,7 и % орг. угл. 0,9 до 31,5 дн. при рН 5,0 и % орг. угл. 2,0.

Краткая токсикологическая характеристика. Мезотрион относится к малоопасным для человека и теплокровных животных веществам по оральной (LD_{50} для крыс >5000 мг/кг) дермальной токсичности (LD_{50} для крыс >2000 мг/кг) и к умеренно опасным веществам по ингаляционной токсичности (LC_{50} для крыс >5 мг/л).

В России гигиенические нормативы не установлены.

Область применения. Мезотрион – системный гербицид из класса трикетонов, хорошо проникающий в растение через корни и листья и передвигающийся в растениях в обоих направлениях – базипетально и акропетально. Эффективно подавляет двудольные однолетние и некоторые злаковые сорняки путем ингибирования биосинтеза каротиноидов в посевах кукурузы при нормах расхода 100—25 г/га (до всходов культуры) и 70—150 г/га (по всходам кукурузы).

2. Методика определения остаточных количеств Мезотриона в воде, почве, зеленой массе и зерне кукурузы газохроматографическим методом

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на определении Мезотриона методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов (ДПР, ДЭЗ) после его экстракции из объектов анализа органическим растворителем, очистки экстракта перераспределением действующего вещества между несмешивающимися фазами, гидролиза Мезотриона до 4-(метилсульфонил)-2-нитробензойной кислоты с последующим получением ее метилового эфира.

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

2.1.2. Избирательность метода

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

2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1—2.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

| Анализируемый объект | Метрологические параметры, $p=0,95$, $n=20$ | | | | |
|----------------------|--|---|---------------------------------|------------------------------|--|
| | предел обнаружения, мг/кг | диапазон определяемых концентраций, мг/кг | среднее значение определения, % | стандартное отклонение, S, % | доверительный интервал среднего результата, %, \pm |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| вода | 0,005 | 0,005—0,05 | 88,5 | 0,97 | 1,81 |
| почва | 0,01 | 0,01—0,10 | 84,0 | 0,96 | 1,68 |
| зеленая масса | 0,05 | 0,05—0,50 | 81,3 | 1,07 | 1,83 |
| зерно | 0,05 | 0,05—0,50 | 82,6 | 1,47 | 2,54 |

Таблица 2

Доверительный интервал и полнота определения
Мезотриона в воде, почве, зеленой массе и зерне кукурузы

| Среда | Добавлено Мезотриона, мг/кг | Обнаружено Мезотриона, мг/кг | Доверительный интервал, \pm | Полнота определения, % |
|-------|-----------------------------|------------------------------|-------------------------------|------------------------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Вода | 0,050 | 0,044 | 0,003 | 88,3 |
| | 0,020 | 0,018 | 0,001 | 89,6 |
| | 0,010 | 0,009 | 0,001 | 86,6 |
| | 0,005 | 0,005 | 0,0003 | 89,6 |
| Почва | 0,20 | 0,169 | 0,005 | 84,6 |
| | 0,10 | 0,088 | 0,003 | 87,7 |
| | 0,02 | 0,017 | 0,001 | 82,4 |
| | 0,01 | 0,008 | 0,0002 | 81,2 |

Продолжение таблицы 2

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|------------------|------|-------|-------|------|
| зеленая масса | 0,50 | 0,400 | 0,008 | 79,9 |
| | 0,20 | 0,162 | 0,005 | 80,9 |
| | 0,10 | 0,083 | 0,006 | 83,1 |
| | 0,05 | 0,041 | 0,004 | 81,2 |
| зерно | 0,50 | 0,401 | 0,017 | 80,2 |
| | 0,20 | 0,165 | 0,005 | 81,9 |
| | 0,10 | 0,084 | 0,003 | 83,4 |
| | 0,05 | 0,043 | 0,006 | 85,1 |

2.2. Реактивы, растворы, материалы и оборудование

2.2.1. Реактивы, материалы и растворы

Мезотрион, аналитический стандарт

фирмы Сингента с содержанием д.в. 99,7 %

Азот, осч

ГОСТ 9293—74

Ацетон

ГОСТ 2603—79

Ацетонитрил

ТУ 6-09-3534—87

Вода бидистиллированная,

деионизированная*,

ГОСТ 7602—72

Гелий марки «А»,

ТУ 51-940—80

Калия гидроксид, чда

ГОСТ 24363—80

Кислота серная,

концентрированная, хч

ГОСТ 4204—77

Кислота хлороводородная,

концентрированная, хч

ГОСТ 3118—77

Медь серно-кислая, ч

ГОСТ 19347—84Е

Метиламин соляно-кислый, ч

ТУ 6-09-2088—77

Мочевина, чда

ГОСТ 6691—77

Натрия нитрит, хч

ГОСТ 4197—74

Натрий серно-кислый, безводный, хч

ГОСТ 4166—76

Натрий хлористый, хч

ГОСТ 4233—77

Толуол, хч

ГОСТ 5789—78

Хромовый ангидрид, ч

ГОСТ 3776—68

Этилацетат, хч

ГОСТ 22300—76

Эфир диэтиловый, хч

ГОСТ 6265—74

*Бидистиллят кипятят в течение 6 ч
с марганцово-кислым калием, добавленным
из расчета 1 г/л и затем перегоняют

2.2.2. Приборы, аппаратура, посуда

Аппарат для встряхивания,
или аналогичный

ТУ 64-1-1081—73

Баня водяная

ТУ 46-22-603—75

Банки с крышками для экстракции
на 250 мл, полипропилен,
кат. № 3120-0250, NALGENE

Весы аналитические ВЛА-200,
или аналогичные

ГОСТ 34104—80Е

Весы лабораторные,

ГОСТ 19491—74

Вials (пузырьки) с тефлоновыми
прокладками емкостью 40 мл,
кат. № Z 27,702—9, Aldrich

Водоструйный насос

ГОСТ 10696—75

Воронки делительные на 250 и 500 мл

ГОСТ 23336—82

Воронки для фильтрования, стеклянные

ГОСТ 8613—75

Испаритель ротационный,
вакуумный ИР-1М, или аналогичный

ТУ 25-11-917—4

Колонка капиллярная кварцевая НР-5
(Crosslinked 5 % PH ME Siloxane), длина 15 м

Колбы конические плоскодонные
на 100 и 250 мл, КПП-250

ГОСТ 10394—72

Колбы мерные на 10, 25, 50, 100 мл

ГОСТ 1770—74

Концентраторы грушевидные НШ29
КГУ-100 (250)

ГОСТ 10394—72

Микропипетки на 0,1 мл

ГОСТ 1770—74

Микрошприц на 10 мкл

ТУ Е-2.833.0.24

Нагревательный блок для виал,
Dri-Block DB-3, Tescam

Насос водоструйный

ГОСТ 10696—75

Пипетки мерные на 1,0; 2,0 и 5,0 мл

ГОСТ 20292—74

Пипетки Пастеровские длиной
230 мм, Z 31,073—5, Aldrich.

Стаканы химические на 250 мл

ГОСТ 25336—82Е

| | |
|---|------------------|
| Фильтры бумажные «красная лента» | ТУ 6-09-1678—86 |
| Хроматограф газовый «Кристалл 2000М» с электронно-захватным детектором (ЭЗД) с пределом детектирования по Линдану не выше $4 \cdot 10^{-14}$ и набором приспособлений для капиллярной колонки или аналогичный | |
| Центрифуга, или аналогичная | МРТУ 42-219 – 69 |
| Цилиндры мерные на 25, 50 и 100 мл | ГОСТ 1770—74 |

2.3. Подготовка к определению

2.3.1. Подготовка и кондиционирование колонки для газожидкостной хроматографии

Капиллярную колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и стабилизируют в токе гелия при температуре на $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ниже предельного значения для выбранной неподвижной фазы в течение 8—10 ч.

2.3.2. Приготовление реактивов

2.3.2.1. Приготовление реактива Джонса для гидролиза.

В колбу объемом 250 мл наливают 154 мл дистиллированной воды, добавляют 14 мл концентрированной серной кислоты и 53,6 г хромового ангидрида (CrO_3) и тщательно перемешивают. Хранят раствор при комнатной температуре.

2.3.2.2. Приготовление реактива А.

В колбу объемом 250 мл наливают 200 мл дистиллированной воды, добавляют 14 мл концентрированной серной кислоты и 10 г сульфата меди, перемешивают до полного растворения соли. В полученный раствор добавляют 80 г сульфата натрия, перемешивают содержимое колбы 5—10 мин. Хранят при комнатной температуре.

2.3.2.3. Получение N-нитрозо-N-метилмочевины.

При отсутствии готового препарата N-нитрозометилмочевины осуществляют его синтез. Все работы необходимо проводить в вытяжном шкафу! В круглодонную колбу со шлифом емкостью 1 л, снабженную обратным холодильником, помещают 80 г метиламина гидрохлорида и 300 г мочевины, растворяют содержимое в 400 мл воды и кипятят 3 ч с обратным холодильником на водяной бане. По истечении срока раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры и добавляют в него 110 г нитрита натрия. Затем раствор охлаждают в бане со льдом или снегом, содержащим поваренную соль, до $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Охлажденный раствор медленно (Осторожно! Вспенивание!) при перемешивании перели-

вают в стакан емкостью 2 л, содержащий смесь 600 г льда и 60 мл концентрированной серной кислоты, охлаждаемый снаружи смесью льда с поваренной солью, следя за тем, чтобы температура внутри стакана не поднималась выше 2 °С. Всплывшие кристаллы нитрозометилмочевины немедленно отфильтровывают через фильтр в воронке Бюхнера под вакуумом и промывают на фильтре ледяной водой.

Внимание! Нитрозометилмочевину хранят во влажном состоянии в темной склянке с пластмассовой пробкой в морозильнике, т. к. под действием света и тепла она может взорваться.

2.3.2.4. Приготовление раствора диазометана.

Внимание! Диазометан взрывоопасен и очень ядовит. Все работы необходимо проводить в вытяжном шкафу!

В коническую колбу на 100 мл вносят 20 мл 40 %-ного раствора гидроксида калия и 50 мл диэтилового эфира, колбу помещают в баню со льдом и охлаждают до температуры 2—4 °С. В охлажденную смесь порциями при перемешивании на магнитной мешалке или стеклянной палочкой вносят 5 г нитрозометилмочевины. Реакционную смесь выдерживают на холоде 10 мин. Затем эфирный слой сливают в чистую коническую колбу емкостью 100 мл, добавляют 10—15 гранул гидроксида калия и колбу оставляют в бане со льдом или холодильнике на 2—3 ч для осушения раствора.

Раствор диазометана в эфире хранят в морозильнике в течение 1—2 суток. При хранении сосуды с раствором нельзя плотно закрывать!

2.3.3. Приготовление стандартных растворов

Взвешивают 50 мг Мезотриона в мерной колбе на 50 мл, растворяют навеску в ацетоне и доводят объем до метки ацетоном (стандартный раствор № 1, концентрация 1 мг/мл).

Стандартный раствор № 1 можно хранить в холодильнике в течение 6 мес.

Методом последовательного разбавления готовят стандартные растворы Мезотриона в ацетоне с концентрацией 0,5; 1,0; 2,0; и 5,0 мкг/мл для построения калибровочного графика и внесения в контрольный образец.

2.3.3.1. Гидролиз стандартных растворов и проб.

Из полученных стандартных растворов Мезотриона отбирают по 1 мл и помещают в вials или пузырьки с плотно закрывающимися крышками, имеющими тефлоновые прокладки. Содержимое вial высушивают в токе теплого воздуха, затем в каждый пузырек добавляют по 2 мл реактива Джонса (см. п. 2.3.2.1), закрывают вials крышками и

перемешивают содержимое, обмывая стенки виал. Помещают виалы в песчаную баню или драй-блок, нагретый до температуры 88—89 °С, и выдерживают их в течение 13 мин. Через 5 мин после начала гидролиза содержимое виал быстро перемешивают еще раз и продолжают гидролиз. Внимание! При гидролизе температура не должна опускаться ниже 85 °С.

По окончании гидролиза виалы охлаждают при комнатной температуре. В каждую виалу добавляют по 10 мл деионизированной бидистиллированной воды, 2—3 г сульфата натрия и 10 мл этилацетата, плотно закрывают крышками, встряхивают содержимое виал в течение 30 с и оставляют на 5 мин для полного разделения слоев. Из верхнего слоя этилацетата пипеткой отбирают 8—9 мл и переносят в чистую виалу (следить за тем, чтобы конец пипетки не касался нижнего слоя! Использовать каждый раз чистые пипетки!).

К отобранной порции этилацетата добавляют 2 мл реактива А (п. 2.3.2.2), закрывают виалу крышкой, встряхивают 20 с и оставляют на 5 мин. Из верхнего слоя отбирают 6—7 мл этилацетата, переносят в чистую виалу, добавляют 2 мл реактива А, встряхивают 30 с и оставляют на 5 мин. Затем отбирают из верхнего слоя 5 мл этилацетата и переносят в концентратор емкостью 100 мл. Этилацетат в концентраторе упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 50 °С.

При гидролизе Мезотриона получают 4-(метилсульфонил)-2-нитробензойную кислоту – MNBA.

Гидролиз проб, содержащих Мезотрион, проводится аналогичным образом.

2.3.3.2. Метилирование стандартных растворов и проб.

Для получения метилового эфира MNBA (MNBA-Me) к сухому остатку в концентраторе добавляют 2 мл раствора диазометана в диэтиловом эфире, плотно закрывают концентратор, перемешивают содержимое, обмывая стенки концентратора, и оставляют при комнатной температуре на 30 мин. По окончании метилирования эфир из концентратора удаляют током воздуха или азота. Сухой остаток в концентраторе разводят в 5 мл толуола.

Метилирование проб, содержащих MNBA, проводится аналогичным образом.

2.3.4. Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика вводят в хроматограф последовательно по 1 мкл каждого из полученных четырех растворов (для каждой концентрации делают не менее 3 вводов) и измеряют высоту или площадь пиков. По полученным данным рассчитывают среднее значение высоты пика или его площади для каждой концентрации и строят график зависимости высоты пика или его площади от концентрации Мезотриона в мкг/мл.

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 воды и почвы хранятся в холодильнике в закрытых бутылках и запаянных пластиковых пакетах соответственно; пробы зеленой массы кукурузы хранятся в запаянных пластиковых пакетах в замороженном виде при температуре $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$. Пробы зерна кукурузы подсушивают до стандартной влажности и хранят в закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре при комнатной температуре.

Почву растирают в ступке и просеивают через сито с размером отверстий 3 мм. Зерно измельчают на лабораторной мельнице, зеленую массу измельчают ножницами.

2.5. Описание определения

2.5.1. Вода

Отбирают 200 мл анализируемой пробы воды в стакан объемом 250 мл, подкисляют ее концентрированной хлороводородной кислотой до $\text{pH} = 2$ при интенсивном перемешивании стеклянной палочкой или на механической мешалке и переливают пробу в делительную воронку емкостью 500 мл. Добавляют в воронку 5 г хлорида натрия, 50 мл этилацетата и встряхивают содержимое воронки в течение 1—2 мин. После разделения слоев нижний водный слой сливают в стакан емкостью 250 мл, а этилацетат собирают в концентратор, пропуская его через безводный сульфат натрия. Водную фазу возвращают в делительную воронку и повторяют экстракцию еще два раза порциями этилацетата по 30 мл. Объединенные в концентраторе порции эти-

лацетата выпаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 50 °С.

Сухой остаток растворяют в 1—2 мл ацетона, тщательно обмывают стенки концентратора и переносят раствор Пастеровской пипеткой в виалу. Концентратор ополаскивают небольшими порциями ацетона еще 2 раза, собирая ацетон в ту же виалу. Из виалы ацетон удаляют током теплого воздуха.*

После этого сухой остаток заливают 2 мл реактива Джонса (п. 2.3.2.1), плотно закрывают крышками и проводят гидролиз пробы, как указано в п. 2.3.3.1 и ее метилирование, как указано в п. 2.3.3.2.

По окончании метилирования эфир из концентратора удаляют током воздуха или азота. Сухой остаток в концентраторе разводят в 10 мл толуола. В хроматограф вводят 1 мкл пробы.

2.5.2. Почва

2.5.2.1. Экстракция. Навеску почвы 25 г помещают в пластиковую банку емкостью 250 мл, заливают 50 мл смеси ацетонитрил : вода – 1 : 1 и экстрагируют Мезотрион в течение 30 мин на встряхивателе. По окончании встряхивания пробу центрифугируют 10 мин со скоростью 2000 об/мин. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр в концентратор емкостью 250 мл. Экстракцию повторяют еще раз, используя 50 мл экстрагирующей смеси и встряхивая пробу в течение 30 мин, центрифугируют и отфильтровывают экстракт в тот же концентратор. Объединенный экстракт упаривают до водного остатка на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 40 °С.

2.5.2.2. Очистка экстракта, гидролиз и метилирование. К водному остатку в концентраторе добавляют 10 мл 5 %-ного бикарбоната натрия, подщелачивая раствор до pH = 8, перемешивают содержимое и переносят в делительную воронку емкостью 250 мл. Концентратор обмывают 50 мл воды и сливают ее в ту же делительную воронку. К содержимому воронки добавляют 50 мл дистиллированной воды, 5 г хлорида натрия и 20 мл диэтилового эфира. Встряхивают воронку в течение 30 с, промывая водную фазу эфиром. После разделения фаз нижнюю водную фазу сливают в стакан емкостью 250 мл, а эфир отбрасывают. Водную фазу возвращают в делительную воронку и промывают 20 мл эфира еще раз. Эфирную фракцию отбрасывают.

*При необходимости, анализ можно прервать на данном этапе. Концентраторы или виалы закрывают пробками и оставляют до следующего дня в холодильнике.

Промытую эфиром водную фазу сливают в стакан, и подкисляют ее концентрированной хлороводородной кислотой до $\text{pH} = 2$, добавляя кислоту по каплям при интенсивном перемешивании пробы стеклянной палочкой или механической мешалкой. (Осторожно! Возможно вспенивание!)

Подкисленную водную фазу переносят в чистую делительную воронку и встряхивают, удаляя остатки CO_2 . После этого в делительную воронку наливают 50 мл этилацетата и реэкстрагируют Мезотрион в этилацетат, встряхивая воронку 1—2 мин. После разделения фаз нижней водную фазу сливают в стакан емкостью 250 мл, а этилацетат собирают в концентратор, пропуская его через безводный сульфат натрия. Водную фазу возвращают в делительную воронку и повторяют экстракцию еще два раза порциями этилацетата по 50 мл. Объединенные в концентраторе порции этилацетата упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 50 °С.

Сухой остаток растворяют в 1—2 мл ацетона, тщательно обмывают стенки концентратора и переносят раствор Пастеровской пипеткой в виалу. Концентратор ополаскивают небольшими порциями ацетона еще 2 раза, собирая ацетон в ту же виалу.

Из виалы ацетон удаляют током теплого воздуха. После этого сухой остаток заливают 2 мл реактива Джонса (п. 2.3.2.1), виалу плотно закрывают крышкой и проводят гидролиз пробы с последующей переэкстракцией продуктов гидролиза в этилацетат, как указано в п. 2.3.3.1 и ее метилирование, как указано в п. 2.3.3.2.

По окончании метилирования эфир из концентратора удаляют током воздуха или азота. Сухой остаток в концентраторе разводят в 5 мл толуола.

2.5.3. Зеленая масса кукурузы

Навеску измельченного растительного материала 10 г помещают в пластиковую банку емкостью 250 мл, заливают 50 мл смеси ацетонитрил: вода – 1 : 1 и экстрагируют Мезотрион в течение 30 мин на встряхивателе. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр в концентратор емкостью 250 мл. Экстракцию повторяют еще раз, используя 50 мл экстрагирующей смеси, и встряхивая пробу в течение 30 мин. Экстракт фильтруют в тот же концентратор. Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка при температуре не выше 40 °С. (Осторожно! При интенсивном вскипании пробы возможен ее переброс в приемную колбу!).

К водному остатку в концентраторе добавляют 30 мл 5 %-ного водного раствора бикарбоната натрия, подщелачивая раствор до pH = 8, перемешивают содержимое и отфильтровывают через бумажный фильтр в делительную воронку емкостью 500 мл. Концентратор обмывают 50 мл дистиллированной воды и отфильтровывают ее в ту же делительную воронку. К содержимому воронки добавляют еще 100 мл дистиллированной воды, 5 г хлорида натрия и 30 мл диэтилового эфира.

Далее анализ проводят по схеме, указанной в п.2.5.2.2.

2.5.4. Зерно кукурузы

Навеску измельченного зерна 10 г помещают в пластиковую банку емкостью 250 мл, заливают 50 мл смеси ацетонитрил : вода –1 : 1 и экстрагируют Мезотрион, как указано в п. 2.5.2. Объединенный экстракт упаривают на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка при температуре не выше 40 °С. (Осторожно! При интенсивном вскипании пробы возможен ее переброс в приемную колбу!).

Далее анализ проводят по схеме, указанной в п. 2.5.2.2.

2.6. Условия хроматографирования и обработка результатов

2.6.1. Условия хроматографирования

Хроматограф «Кристалл 2000 м» с электронозахватным детектором (ЭЗД ⁶³Ni) с пределом детектирования по Линдану $5 \cdot 10^{-14}$ г/см³.

Колонка капиллярная кварцевая НР-5 (Crosslinked 5 % PH ME Siloxane), длина 15 м, внутренний диаметр 0,32 мм, толщина пленки 0,25 мкм.

Температура термостата колонки программированная. Начальная температура – 180 °С, выдержка 3 мин; нагрев колонки по 2 градуса в минуту до температуры 200 °С, выдержка 7 мин; нагрев колонки по 30 градусов в минуту до температуры 260 °С выдержка 4 мин.

Температура испарителя – 250 °С, детектора – 320 °С.

Газовый режим – Нормальный.

Газ-носитель – гелий (Г1). Тип регулятора расхода гелия – РРГ 11, линейная скорость – 20 см/с, давление на входе 28,56 кПа.

Газ 2 (Г2) – гелий (продувка испарителя), расход 1 мл/мин, сброс 1 : 20.

Газ 3 (Г3) – азот (поддув в детектор), расход во время анализа – 35 мл/мин.

Продувка системы после анализа при температуре 260 °С в течение 4 мин: продувка испарителя гелием – 50 мл/мин; продувка детектора азотом – 65 мл/мин.

Абсолютное время удерживания Мезотриона – 9 мин 52 с – 10 мин 05 с.

Объем вводимой пробы – 1 мкл.

Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,05—0,5 нг.

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

2.6.2. Обработка результатов анализов

Содержание Мезотриона в пробах воды, почвы, зеленой массе и зерне кукурузы рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

$$X = \frac{H_1 \cdot A \cdot V}{H_0 \cdot m \cdot 100} \cdot P, \text{ где}$$

X – содержание Мезотриона в пробе, мг/кг или мг/л;

H_1 – высота пика образца, мм;

H_0 – высота пика стандарта, мм;

A – концентрация стандартного раствора по Мезотриону, мкг/мл;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования (мл);

m – масса или объем анализируемого образца, г или мл.

P – содержание Мезотриона в аналитическом стандарте.

3. Требования техники безопасности

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

4. Разработчики

Калинин В. А., проф., к. с-х. н., Калинина Т. С., к. с-х. н., Довгилевич А. В., к. хим. н., Фролова Н. С.

Московская сельскохозяйственная академия им. К. А. Тимирязева. Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов», 127550, Москва, Тимирязевская ул. д. 53, стр. 1, Телефон/факс: 976-37-68 / 976-43-26.