

Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ
КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ,
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ
И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2076—4.1.2088—06

Издание официальное

Москва, 2009

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАТОРЫ

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ
КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ,
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОМ СЫРЬЕ
И ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

Сборник методических указаний

МУК 4.1.2076—4.1.2088—06

Издание официальное

ББК 51.21

О37

О37 Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009 — 188с.

1. Сборник подготовлен Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (академик РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); при участии специалистов Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека. Разработчики методов указаны в каждом из них.

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

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

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Формат 60x88/16

Тираж 100 экз.

Печ. л. 11,75

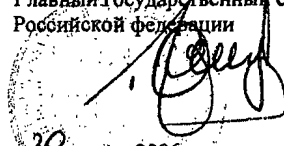
Тиражировано отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

Содержание

1. Методические указания по определению остаточных количеств глифосинат аммония и его метаболита в зерне гороха газохроматографическим методом. МУК 4.1.2076-06.....	4
2. Методические указания по измерению концентраций дикамбы в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2077-06.....	22
3. Методические указания по определению остаточных количеств квинклорака в зерне риса методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2078-06.....	35
4. Методические указания по определению остаточных количеств квинклорака в зерне риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2079-06.....	49
5. Методические указания по определению остаточных количеств лиофсурона в томатах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2080-06.....	62
6. Методические указания по определению остаточных количеств метамитрона в воде, почве, ботве и корнеплодах сахарной, столовой и кормовой свеклы методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2081-06.....	72
7. Методические указания по определению остаточных количеств Трибенурон-метила в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2082-06.....	87
8. Методические указания по определению остаточных количеств тиаметоксама в семенах и масле подсолнечника методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2083-06.....	106
9. Методические указания по определению остаточных количеств тебуконазола в семенах, масле и зеленой массе рапса методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2084-06.....	120
10. Методические указания по измерению концентраций тринексапак-этила в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2085-06.....	132
11. Методические указания по определению остаточных количеств тринексапак-этила и его основного метаболита тринексапаку-кислоты в воде, тринексапак-этила по метаболиту тринексапаку-кислоте в почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2086-06.....	142
12. Методические указания по определению остаточных количеств Альфа-циперметрина в семенах и масле рапса методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2087-06.....	162
13. Методические указания по измерению концентраций эсфенвалерата в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2088-06.....	176

УТВЕРЖДАЮ

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



Г.Г. Онищенко

« 20 » июля 2006г.

Дата введения: с 1 сентября 2006г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ЛЮФЕНУРОНА В ТОМАТАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

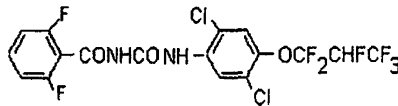
МЧБ 4.1.2080-06

Настоящие методические указания устанавливают метод высокоэффективной жидкостной хроматографии для определения массовой концентрации люфенурона в томатах в диапазоне 0,02-0,2 мг/кг.

Люфенурон – действующее вещество инсектицида Матч, КЭ (50 г/л), фирма производитель Сингента Кроп Протекшн АГ (Швейцария).

(RS)-1-/2,5-дихлор-4-(1,1,2,3,3,3-гексафторпропокси)фенил/-3-(2,6-дифтор-бензоил)мочевина (ИЮПАК)

N-///2,5-дихлор-4-(1,1,2,3,3,3-гексафторпропокси)фенил/амино/карбонил/-2,6-дифторбензамид (С.А.).



$C_{17}H_8Cl_2F_8N_2O_3$

Мол. масса: 511,2

Бесцветное кристаллическое вещество без запаха, Температура плавления: 168,7-169,4°C. Давление паров при 25°C: 4×10^{-6} Па. Коэффициент распределения н-октанол-

вода: $K_{ow} \log P = 5,12$. Растворимость ($г/дм^3$) при $20^{\circ}C$: ацетон – 460, толуол – 72, этанол – 41, гексан – 0,13; растворимость в воде – 0,00006.

Вещество стабильно на воздухе и на свету, медленно гидролизуеться в водных растворах при pH 5-9 ($DT_{50} = 160$ дней (pH 5), 70 дней (pH7) и 32 дня (pH9)).

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

Краткая токсикологическая характеристика

Острая пероральная токсичность (LD_{50}) для крыс и мышей – более 2000 мг/кг; острая дермальная токсичность (LD_{50}) для крыс - более 2000 мг/кг; острая ингаляционная токсичность (LD_{50}) для крыс – более 2350 мг/м³ воздуха. Люфенурон не оказывает раздражающего действия на кожу и слизистую оболочку глаз кролика. LC_{50} для рыб 30-70 мг/дм³ (96 час.). Инсектицид нетоксичен для диких животных, птиц, пчел, земляных червей, почвенных микроорганизмов и токсичен для дафний.

Рекомендуемый норматив для люфенурана в томатах – 0,1 мг/кг.

Область применения препарата

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

Зарегистрирован в России под торговым названием Матч, КЭ (50 г/л) в качестве инсектицида для обработки яблоневых садов, посадок картофеля и томатов при норме расхода препарата 0,3-1,0 л/га и одно- или двукратной обработке.

1. Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1

Метрологические параметры

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P=0,95, n= 20					
	Предел обнаружения мг/кг	Диапазон определяемых концентраций мг/кг	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение, S, %	Относительное отклонение DS, %	Доверительный интервал среднего %
Томаты	0,02	0,02-0,2	84,2	3,6	1,6	+/-3,4

Полнота определения люфенурана в модельной матрице (n = 5)

Матрица	Внесено мг/кг	Открыто %	Доверительный интервал среднего результата, %
Томаты	0,02	81,2	+/- 3,6
	0,04	84,1	+/- 3,3
	0,1	85,0	+/- 2,7
	0,2	86,5	+/- 2,8

2. Метод измерений

Методика основана на определении вещества с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым детектором. Контроль люфенурана в матрице осуществляется по содержанию вещества после экстракции его из плодов метанолом, очистки экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей, а также на колонке с силикагелем и концентрирующем патроне Диапак С8.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1 Средства измерений

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирма Кнауег, Германия)	Номер Госреестра № 16848-03
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 2104
Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности +/- 0,038 г	ГОСТ 7328
Колбы мерные вместимостью 2-100-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770
Меры массы	ГОСТ 7328
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см ³	ГОСТ 29227
Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой вместимостью 5 см ³	ГОСТ 1770

Цилиндры мерные 2-го класса точности
емкостью 25, 50, 100, 500 и 1000 см³ ГОСТ 1770

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Люфенурон, аналитический стандарт с содержанием
д.в. 99,7% (Сингента, Швейцария)

Ацетонитрил для хроматографии, хч ТУ 6-09-3534-87

Вода бидистиллированная или деионизованная ГОСТ 6702

n-Гексан, хч ТУ 6-09-3375

Метилен хлористый (дихлорметан), хч ГОСТ 12794

Метиловый спирт (метанол), хч ГОСТ 6995

Натрий сернокислый, безводный, хч ГОСТ 4166

Этиловый эфир уксусной кислоты, чч ГОСТ 22300

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Ванна ультразвуковая, модель D-50, фирма Branson Instr. Co. (США)

Воронка Бюхнера ГОСТ 0147

Воронки делительные емкостью 250 см³ ГОСТ 25336

Воронки конусные диаметром 30-37 и 60 мм ГОСТ 25336

Гомогенизатор МРТУ 42-1505

Дефлегматор елочный ГОСТ 9737

Колба Бунзена емкостью 500 см³ ГОСТ 5614

Колбы круглодонные на шлифе емкостью 50 и 100 см³ ГОСТ 9737

Колонка хроматографическая стеклянная, длиной 25 см и
внутренним диаметром 8-10 мм

Колонка хроматографическая, стальная, длиной 15 см, внутренним
диаметром 4,0 мм, содержащая Диасфер 110-С18 (5 мкм)

Насос водоструйный вакуумный ГОСТ 10696

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М или ТУ 25-11-917

ротационный вакуумный испаритель В-169 фирмы Buchi (Швейцария)

Стаканы химические емкостью 100 и 500 см³ ГОСТ 25336

Стекловата

Установка для перегонки растворителей

Фильтры бумажные «красная лента», обеззоленные ТУ 6-09-2678

или фильтры из хроматографической бумаги Ватман 3ММ

Шприц для ввода образцов для жидкостного хроматографа
емкостью 20-100 мм³

Шприц медицинский с разъемом Льюера емкостью 10 см³ ГОСТ 22090

Допускается применение другого оборудования с аналогичными или лучшими 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 жидкостной 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 допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя с опытом работы на жидкостном хроматографе.

К проведению пробоподготовки допускают оператора с квалификацией «лаборант», имеющего опыт работы в химической лаборатории.

6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20±5)⁰С и относительной влажности не более 80%.
- выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Измерениям предшествуют следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, установление

градуировочной характеристики, подготовка колонки с силикагелем и концентрирующих патронов Диапак С8.

7.1. Очистка органических растворителей

7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил кипятят с обратным холодильником над пентоксидом фосфора не менее 1 часа, после чего перегоняют. Перед употреблением ацетонитрил повторно перегоняют над прокаленным карбонатом натрия.

7.1.2. Очистка n-гексана

Растворитель последовательно промывают порциями концентрированной серной кислоты до прекращения ее окрашивания в желтый цвет, затем водой до нейтральной реакции промывных вод, перегоняют над поташом.

7.1.3. Очистка этилацетата

Этилацетат промывают последовательно 5%-ым водным раствором карбоната натрия, насыщенным раствором хлористого кальция, сушат над безводным карбонатом калия и перегоняют.

7.2. Подготовка колонки с силикагелем для очистки экстракта

Нижнюю часть стеклянной колонки длиной 25 см и внутренним диаметром 8-10 мм уплотняют тампоном из стекловаты, медленно выливают в колонку (при открытом кране) суспензию 5 г силикагеля в 20 см³ гексана. Дают растворителю стечь до верхнего края сорбента и помещают на него слой безводного сульфата натрия высотой 1 см. Колонку промывают 20 см³ этилацетата со скоростью 1-2 капли в сек., затем 30 см³ смеси гексан-этилацетат (9:1, по объему). После этого колонка готова к работе.

7.3. Проверка хроматографического поведения люфенурана на колонке с силикагелем

В круглодонную колбу вместимостью 10 см³ помещают 1 см³ градуировочного раствора № 1 люфенурана с концентрацией 1 мкг/см³ в ацетонитриле (п. 7.6.2) и отдувают растворитель током азота. Остаток растворяют в 0,3 см³ этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., добавляют 2,7 см³ гексана, перемешивают и вновь помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку с силикагелем, подготовленную по п.7.2. Промывают колонку 50 см³ смеси гексан-этилацетат (9:1, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек., элюат отбрасывают. Затем колонку промывают 60 см³ смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему). Фракционно (по 10 см³) отбирают элюат, упаривают, остатки растворяют в 1 см³ ацетонитрила, помещая

в ультразвуковую ванну на 1 мин., вносят 1 см³ подвижной фазы, подготовленной по п. 7.5., перемешивают и анализируют на содержание люфенурана по п. 9.5.

7.4. Подготовка концентрирующего патрона Диапак С8

Концентрирующий патрон Диапак С8 промывают с помощью медицинского шприца 5 см³ ацетонитрила со скоростью прохождения растворителя через патрон 1-2 капли в сек., затем 5 см³ бидистиллированной воды. Патрон готовят непосредственно перед использованием для очистки экстракта.

7.5. Подготовка подвижной фазы для ВЭЖХ

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 700 см³ ацетонитрила, 300 см³ деионизованной воды, перемешивают, фильтруют через мембранный фильтр.

7.6. Кондиционирование хроматографической колонки

Промывают колонку для ВЭЖХ подвижной фазой, приготовленной по п. 7.5., при скорости подачи растворителя 1 см³/мин. не менее 2-х часов до установления стабильной базовой линии.

7.7. Приготовление градуировочных растворов

7.7.1. *Исходный раствор люфенурана для градуировки (концентрация 100 мкг/см³).* В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,010 г люфенурана, растворяют в 40-50 см³ ацетонитрила, доводят ацетонитрилом до метки, тщательно перемешивают.

Раствор хранят в морозильной камере при температуре -18⁰С в течение 3-х месяцев.

7.7.2. Раствор люфенурана № 1 для градуировки (концентрация 10 мкг/см³).

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 10 см³ исходного раствора люфенурана с концентрацией 100 мкг/см³ (п.7.7.1.), разбавляют ацетонитрилом до метки. Этот раствор используют для приготовления рабочих градуировочных растворов №№ 2-5, а также проб плодов томата с внесением при оценке полноты извлечения люфенурана из исследуемых образцов.

Градуировочный раствор № 1 хранят в морозильной камере при температуре не выше -18⁰С в течение месяца.

7.7.3. *Рабочие растворы №№ 2-5 люфенурана для градуировки (концентрация 0,05 – 0,5 мкг/см³).* В 4 мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают 0,5 . 1,0 , 2,5 и 5,0 см³ градуировочного раствора № 1 люфенурана с концентрацией 10 мкг/см³ (п. 7.7.2.), доводят до метки подвижной фазой, приготовленной по п. 7.5., тщательно

перемешивают, получают рабочие растворы №№ 2-5 с концентрацией люфенуона 0,05 , 0,1 , 0,25 и 0,5 мкг/см³, соответственно.

Растворы готовят непосредственно перед употреблением.

7.8. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика (мм) от концентрации люфенуона в растворе (мкг/см³), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4 растворам для градуировки.

В инжектор хроматографа вводят по 20 мм³ каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.5.

8. Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с правилами, определенными ГОСТом 1725-85 «Томаты свежие». Пробы плодов томата хранят в стеклянной или полиэтиленовой таре в холодильнике не более 1 дня; для длительного хранения пробы замораживают и хранят при температуре -18⁰С. Перед анализом плоды томата измельчают ножом.

9. Выполнение определения

9.1. Экстракция люфенуона

Образец плодов томата массой 25 г помещают в гомогенизатор, добавляют 100 мл метанола и гомогенизируют 3 минуты при 10000 об/мин. Суспензию фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Остаток на фильтре промывают 50 мл метанола. Экстракт и промывную жидкость переносят в химический стакан вместимостью 500 см³, перемешивают, измеряют объем раствора, 1/5 его часть (эквивалентна 5 г образца) переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³. Далее проводят очистку экстракта по п. 9.2.

9.2. Очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей

К экстракту, полученному по п. 9.1. и помещенному в делительную воронку, прибавляют 60 см³ деионизованной воды, перемешивают. В воронку вносят 30 см³ хлористого метилена, интенсивно встряхивают воронку в течение 2 минут. После полного разделения фаз нижний дихлорметановый слой отделяют, фильтруют через слой безводного сульфата натрия в круглодонную колбу вместимостью 100 см³. Операцию экстракции воднометанольной фазы повторяют еще дважды, используя по 20 см³ хлористого метилена. Объединенный дихлорметановый экстракт упаривают

досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 30⁰С и подвергают дополнительной очистке на колонке по п.9.3.

9.3. Очистка экстракта на колонке с силикагелем

Сухой остаток в круглодонной колбе, полученный по п.9.2., растворяют в 0,5 см³ этилацетата, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., добавляют 2,5 см³ гексана, перемешивают, вновь помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносят на колонку, подготовленную по п.7.2. Колбу обмывают 3 см³ смеси гексан-этилацетат (9:1, по объему), которые также наносят на колонку. Промывают колонку 50 см³ смеси гексан-этилацетат (9:1, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек., элюат отбрасывают. Люфенурон элюируют с колонки 50 см³ смеси гексан-этилацетат (8:2, по объему), собирая элюат непосредственно в круглодонную колбу вместимостью 100 см³. Раствор упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40⁰С, и остаток подвергают дополнительной очистке на концентрирующем патроне Диапак С8 по п. 9.4.

9.4. Очистка экстракта на концентрирующем патроне Диапак С8

Сухой остаток в круглодонной колбе, полученный по п. 9.3., растворяют в 0,8 см³ ацетонитрила, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., добавляют 1,2 см³ деионизованной воды, перемешивают, вновь помещают в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор вносят с помощью медицинского шприца на концентрирующий патрон Диапак С8, подготовленный по п. 7.4., со скоростью 1-2 капли в сек. Колбу обмывают 1 см³ смеси ацетонитрил-вода (4:6, по объему), которые также вносят на патрон. После нанесения пробы патрон промывают 6 см³ смеси ацетонитрил-вода (4:6, по объему), элюат отбрасывают. Люфенурон элюируют с патрона 17 см³ смеси ацетонитрил-вода (5:5, по объему), отбрасывая первые 6 см³ элюата и собирая последующие 11 см³ элюата в круглодонную колбу вместимостью 50 см³. Раствор упаривают досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 40⁰С. Остаток в колбе растворяют в 1 см³ ацетонитрила, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин., вносят 1 см³ подвижной фазы, подготовленной по п. 7.5., перемешивают и анализируют на содержание люфенурана по п.9.5.

9.5. Условия хроматографирования

Жидкостной хроматограф с ультрафиолетовым детектором (фирмы Клауер, Германия)

Колонка стальная длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, заполненная Диасфером 110-С18 (5 мкм)

Температура колонки: комнатная

Подвижная фаза: ацетонитрил - вода (7:3, по объему)

Скорость потока элюента: 0,7 см³/мин

Рабочая длина волны: 254 нм

Чувствительность детектора: 0,005 ед. абсорбции на шкалу

Объем вводимой пробы: 20 мм³

Время удерживания люфенуона: 12,5 мин.

Линейный диапазон детектирования: 1 – 10 нг

Образцы, дающие пики большие, чем стандартный раствор с концентрацией 0,5 мкг/мл, разбавляют подвижной фазой, приготовленной по п. 7.5.

Альтернативная неподвижная фаза: Диасорб 130-С16 (5 мкм)

Время удерживания люфенуона: около 12 минут

10. Обработка результатов анализа

Содержание люфенуона рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле:

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

X – содержание люфенуона в пробе, мг/кг;

H₁ – высота пика образца, мм;

H₀ – высота пика стандарта, мм;

A – концентрация стандартного раствора люфенуона, мкг/см³;

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, см³;

m – масса анализируемой части образца, г (для плодов – 5 г).

11. Контроль погрешности измерений

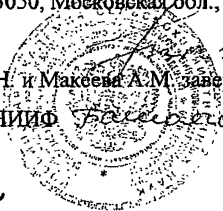
Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1-6. 2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

12. Разработчики

Талалакина Т.Н., науч. сотр., Макеев А.М., зав. лаб., канд. биол. наук.

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

Подпись руки Талалакиной Т.Н. и Макеева А.М. заверяю

Зав. канцелярией ВНИИФ  (Банюлис Г.Г.)