

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 4.1.2048—4.1.2061—06

*Издание официальное*

Москва, 2009

**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 — 148с.

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. 9,25

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 сульфометурон-метила в воде и почве методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2048-06.....	4
2. Методические указания по измерению концентраций глифосата в атмосферном воздухе населенных мест методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2049-06.....	17
3. Методические указания по измерению концентраций Карбосульфана в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2050-06.....	28
4. Методические указания по измерению концентраций тефлутрина в воздухе рабочей зоны методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2051-06.....	35
5. Определение остаточных количеств метальдегида в воде, почве, овощах (капуста, салат, Китайская капуста, шпинат, редис и др.), фруктах (яблоки, сливы и др.), ягодах (земляника, смородина и др.) и винограде методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2052-06.....	44
6. Методические указания по определению остаточных количеств метамитрона в ботве и корнеплодах сахарной свеклы методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2053-06.....	58
7. Методические указания по определению остаточных количеств Прохлораз в воде, почве, зерне и соломе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2054-06.....	67
8. Методические указания по определению остаточных количеств флудиксонила в зерне и масле сои методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2055-06.....	80
9. Методические указания по определению остаточных количеств оксифлуорфена в семенах и масле подсолнечника методом газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2056-06.....	91
10. Методические указания по определению остаточных количеств карбоксина в клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2057-06.....	101
11. Методические указания по определению остаточных количеств флуазифоп-п-бутила в семенах и масле рапса, подсолнечника, зерне и масле сои, зерне гороха и луке по основному метаболиту флуазифоп-п кислоте методом капиллярной газожидкостной хроматографии. МУК 4.1.2058-06.....	109
12. Методические указания по определению остаточных количеств прометрина в семенах и масле подсолнечника и сои, зерне и масле кукурузы, зерне гороха, клубнях картофеля и корнеплодах моркови методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2059-06.....	117
13. Методические указания по определению остаточных количеств никосульфурона в масле кукурузы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2060-06.....	126
14. Методические указания по определению остаточных количеств абамектина в ягодах и соке винограда, перце и баклажанах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. МУК 4.1.2061-06.....	137

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

« 10 » апреля



#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ, ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

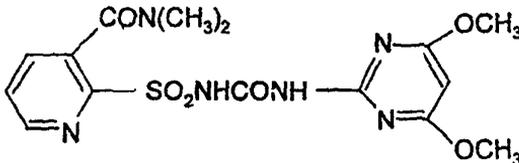
### МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ НИКОСУЛЬФУРОНА В МАСЛЕ КУКУРУЗЫ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Настоящие методические указания устанавливают метод газожидкостной хроматографии для определения в масле кукурузы массовой концентрации Никосульфурона в диапазоне 0,01 - 0,1 мг/кг.

Никосульфурон - действующее вещество препарата Милагро, КС, 40 г/л; фирма - производитель: Сингента;

Название действующего вещества по ИЮПАК: 2-(4,6-диметоксипиримидин-2-илкарбомил-сульфамонил)-N,N-диметилникотинамид

Структурная формула:



Эмпирическая формула:  $C_{15}H_{18}N_6O_6S$

Молекулярная масса: 410,40

агрегатное состояние: бесцветное кристаллическое вещество; без запаха;

температура плавления: 172-173 °C;

летучесть (давление паров):  $< 8 \cdot 10^{-7}$  мПА (25 °C);

106

Растворимость в воде при 20 °С: (в мг/л): 44(рН 3,5) и 120000 (рН 7,0); растворимость в органических растворителях (г/л при 20°С): дихлорметане – 64; хлороформе – 160; ацетонитриле – 23; гексане - <0,02; ацетоне – 18; этаноле – 4,5.

Никосульфурон стабилен в щелочной среде и быстро гидролизруется кислотами; DT<sub>50</sub> (при 22°С) – 15 дней (рН 5).

коэффициент распределения в системе октанол/вода при 25 °С: Kow logP от 0,36 (рН 5), до - 2,0 (рН 9)..

***Краткая гигиеническая характеристика:***

Никосульфурон относится к малоопасным веществам по острой оральной (LD<sub>50</sub> для крыс – 5000 мг/кг) и дермальной токсичности (LD<sub>50</sub> для крыс > 2000 мг/кг), но к умеренно опасным по ингаляционной токсичности (LC<sub>50</sub> для крыс 5470 мг/м<sup>3</sup>).

Не раздражает кожу и слизистую оболочку глаз.

В России установлены следующие гигиенические нормативы:

МДУ в зерне кукурузы - 0,2 мг/кг.

ВМДУ в масле кукурузы – 0,1 мг/кг.

***Область применения:***

Никосульфурон – избирательный системный гербицид, ингибирующий активность ацетолактатсинтетазы в растениях, проникающий, в основном, через листья. Препарат на основе Никосульфурона фирмы Сингента - Милагро; СК, 40 г/кг - применяется для борьбы со злаковыми и некоторыми однолетними двудольными сорняками при возделывании кукурузы при нормах расхода 1,0 - 1,5 кг/га путем опрыскивания в фазу 3 - 4-х листьев культуры.

**1. Метрологическая характеристика метода.**

**Масло кукурузы**

Предел обнаружения: 0,01 мг/кг

Диапазон определяемых концентраций: 0,01- 0,1 мг/кг

Среднее значение извлечения: 81%

Стандартное отклонение: 1,4%

Доверительный интервал среднего результата: ± 0,83%

Полнота извлечения Никосульфурона из масла кукурузы  
(5 повторностей для каждой концентрации,  $P = 0,95$ )

Предел обнаружения, мг / кг (л)	Среднее значение определения, мкг / кг (л)	Полнота определения, %	Стандартное отклонение SD, %	Доверительный интервал среднего результата $\pm SE$ , %
<i>Масло кукурузы</i>				
0,01	0,00824	82,4	1,61	0,0018
0,02	0,00161	81,9	1,91	0,0043
0,05	0,00404	80,8	1,89	0,0110
0,10	0,08120	81,2	1,68	0,0190

## 2. Метод измерений

Метод основан на извлечении Никосульфурона из гексанового раствора масла кукурузы фосфатным буфером, очистки экстракта гексаном и хлороформом, перээкстракции в хлороформ, очистке полученного экстракта от мешающих анализу веществ на концентрирующем патроне Диапак С16, и окончательным определением Никосульфурона методом ВЭЖХ с использованием ультрафиолетового детектора.

В предлагаемых условиях анализа метод специфичен и может применяться для определения остатков Никосульфурона в масле кукурузы в присутствии других пестицидов.

## 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ.

### 3.1. Средства измерений

Хроматограф жидкостный Уотерс-510 с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны и чувствительностью не ниже 0,005 единиц адсорбции на шкалу или другой аналогичного типа.

Весы аналитические ВЛА-200

ГОСТ 34104-80 Е

Весы лабораторные общего назначения, с наибольшим пределом взвешивания до 500 г и пределом допустимой погрешности  $\pm 0,038$  г

ГОСТ 19491-74.

Колбы мерные на 10, 25, 50, 500 мл

ГОСТ 1770-74.

Микрошприц для жидкостного хроматографа на 50-100 мкл фирмы Гамильтон.

pH-метр – милливольтметр pH 150M

ГОСТ 22261

Пипетки мерные на 1,0; 2,0; и 5,0 мл

ГОСТ 20292-74

Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

### 3.2. Реактивы

Аналитический стандарт Никосульфурона с содержанием 99,5% д.в., фирма Сингента;

Ацетонитрил для хроматографии, хч, ТУ-6-09-4326-76

Вода бидистиллированная, деионизованная или перегнанная над КМпО<sub>4</sub>

n-Гексан, ч, ТУ-6-09-3375-78

Хлороформ (Фармакопея СССР)

Хлористый метилен, ГОСТ 12794-80

Кислота уксусная, ледяная, ГОСТ 61-75, 0,005%-ный водный раствор

Кислота хлороводородная, хч, ГОСТ 3118-77

Натрия гидроксид, хч, ГОСТ 11078-78,

Натрий хлористый, ГОСТ 4233-77

Натрий серноокислый, безводный, хч, ГОСТ 4166-76, предварительно прокаленный в муфельной печи при 600 °С в течение 4-х часов

Калий фосфорнокислый дзузамещенный, 3-х водный, чда, ГОСТ 2493-75

Концентрирующие патроны Диапак С16, ТУ-4215-002-05451931-94 (БиоХимМак, Москва)

Универсальная индикаторная бумага

Стандартный раствор Никосульфурона в ацетонитриле - 1 мг/мл (хранить в холодильнике, срок годности 120 сут).

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

### 3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Алонж прямой с отводом для вакуума для работы с концентрирующими патронами

Дистиллятор

Ванна ультразвуковая

Воронки делительные на 500 мл

ГОСТ 25336-82Е.

Воронки конические, стеклянные диаметром 50-60 мм

ГОСТ 25336-082Е

Колонка хроматографическая стальная, длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, Summenlyu Shield RP8, зернение 5 мкм, фирма Уотерс.

Колбы конические, инвекандные на 250 мл

ГОСТ 9737-70

189

Концентраторы круглодонные, объемом 100 и 250 мл

ГОСТ 10394-75

Насос диафрагменный

Палочки стеклянные

Испаритель ротационный вакуумный Буши, Ротавапор R-114 с баней RE-114

Стаканы стеклянные на 100 мл

ГОСТ 25366-80Е.

Установка для перегонки растворителей

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 газовый 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  $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$  и относительной влажности не более 80%.

выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## 7. Подготовка к выполнению измерений

### 7.1. Подготовка органических растворителей

#### 7.1.1. Очистка ацетонитрила

Ацетонитрил очищают путем перегонки.

#### 7.1.2. Очистка гексана

Гексан встряхивают с концентрированной серной кислотой, промывают бледно-розовым раствором перманганата калия до тех пор, пока раствор не перестанет обесцвечиваться, затем промывают водой, сушат над безводным хлористым кальцием и перегоняют (А.Гордон, Р.Форд Спутник химика, Москва, 1976 г., с.441).

#### 7.1.3. Очистка хлористого метилена хлороформа.

Хлористый метилен или хлороформ встряхивают с концентрированной серной кислотой, промывают водным раствором карбоната натрия, водой, сушат над безводным хлористым кальцием и перегоняют над оксидом (V) фосфора (А.Гордон, Р.Форд Спутник химика, Москва, 1976 г., с.440)

#### 7.1.4. Очистка бидистиллированной воды.

Бидистиллят кипятят в течение 6 часов с марганцовокислым калием, добавленным из расчета 1 г/л и затем перегоняют.

### 7.2. Подготовка подсыжной фазы для ВЭЖХ и кондиционирование колонки.

7.2.1. Отмеряют мерным цилиндром 300 мл ацетонитрила, прозрачного при 254 нм, переносят в колбу на 1000 мл, добавляют 1 мл уксусной кислоты и 700 мл бидистиллированной воды, фильтруют, дегазируют.

#### 7.2.2. . Кондиционирование колонки

Промыть колонку для ВЭЖХ системой ацетонитрил – вода - уксусная кислота (300-700-1) в течение 30 мин при скорости подачи растворителя 1 мл/мин. Включить детектор и подождать стабилизации базовой линии (5-15 мин).

### 7.3. Приготовление рабочих растворов

#### 7.3.1. Приготовление 0,05 М раствора двузамещенного фосфорнокислого калия

5,7 г  $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$  переносят в мерную колбу на 500 мл, добавляют 200-300 мл бидистиллированной воды, перемешивают до полного растворения осадка, доводят водой до метки, проверяют pH полученного раствора с помощью потенциометра. Если pH раствора менее 9, доводят его до указанного значения с помощью 1 М раствора едкого натра, контролируя pH с помощью потенциометра.

### 7.3.2. Приготовление 1 М раствора гидроокиси натрия

20 г гидроксида натрия переносят в мерную колбу на 500 мл, добавляют 200-300 мл дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения и доводят водой объем в колбе до метки.

### 7.3.3. Приготовление 6 М раствора хлористоводородной (соляной) кислоты

Отбирают мерным цилиндром 246 мл концентрированной соляной кислоты и осторожно переносят в мерную колбу на 500 мл, куда предварительно наливают около 100 мл дистиллированной воды; затем раствор перемешивают и после охлаждения доводят водой объем в колбе до метки (при приготовлении раствора соблюдать осторожность и работать под тягой).

### 7.4. Приготовление градуировочных растворов

10 мг Никосульфурона (аналитического стандарта) взвешивают в мерной колбе вместимостью 100 мл, растворяют навеску в ацетонитриле и доводят объем до метки ацетонитрилом (стандартный раствор №1, концентрация 100 мкг/см<sup>3</sup>). Раствор хранится в холодильнике около 120 суток.

Методом последовательного разбавления исходного раствора №1 подвижной фазой готовят рабочие растворы Никосульфурона с концентрацией 0,1; 0,2; 0,4; 1,0 мкг/см<sup>3</sup>, которые могут храниться в холодильнике не более 3 сут.

### 7.5. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) пика от концентрации Никосульфурона в растворе (мкг/см<sup>3</sup>), устанавливают методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки с концентрацией 0,1; 0,2; 0,4; 1,0 мкг/см<sup>3</sup>.

В испаритель хроматографа вводят по 20 им<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора и анализируют в условиях хроматографирования по п. 9.2. Осуществляют не менее 3-х параллельных измерений.

### 7.6. Подготовка концентрирующего патрона Диапак-С16 для очистки экстракта и проверка хроматографического поведения Никосульфурона.

Все процедуры происходят с использованием вакуума, скорость потока растворов через патрон не должна превышать 5 мл/мин. При работе на патронах Диапак-С16 используют очищенную воду.

### *7.6.1. Подготовка концентрирующего патрона Диапак-С16.*

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

Кондиционирование: концентрирующий патрон промывают 10 мл ацетонитрила, затем 15 мл бидистиллированной воды. Элюат отбрасывают.

Нельзя допускать высыхания поверхности патрона!

### *7.6.2. Проверка хроматографического поведения Никосульфурона на концентрирующем патроне Диапак-С16.*

Из стандартного раствора Никосульфурона в ацетонитриле, содержащего 1 мкг/мл, отбирают 1 мл, помещают в круглодонную колбу объемом 100 мл и выпаривают на ротационном вакуумном испарителе досуха при температуре не выше 30°C.

Сухой остаток растворяют в 5 мл фосфатного буфера. Содержимое колбы интенсивно перемешивают и помещают в ультразвуковую ванну на 1-2 минуты, а затем пропускают с помощью медицинского шприца через предварительно подготовленный в соответствии с п. 7.6.1 патрон Диапак С16 со скоростью 1-2 капли в секунду.

Промывают патрон 10 мл 0,005%-ной уксусной кислоты. Элюат собирают в концентратор, выпаривают досуха, сухой остаток растворяют в 2 мл подвижной фазы и хроматографируют.

Патрон сушат потоком воздуха и затем Никосульфурон элюируют 5 мл ацетонитрила в грушевидный концентратор на 100 мл. Растворитель выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не более 40°C досуха и хроматографируют.

Определяют фракции, содержащие Никосульфурон, и объединяют их. Высчитывают процент элюирования и необходимый объем элюанта.

## **8. Отбор и хранение 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 г.

Пробы кукурузного масла хранят в холодильнике в стеклянной таре при температуре 0-4 °С в течение не более 30 суток. Экстракцию сырого масла из семян проводят непосредственно перед началом подготовки к анализу.

## 9. Выполнение определения

### 9.1. Масло кукурузы.

#### *9.1.1. Экстракция и очистка экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей*

Образец масла кукурузы массой 20 г помещают в химический стакан объемом 100 мл, прибавляют 40 мл гексана, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и переносят в сухую делительную воронку объемом 500 мл. Затем химический стакан обмывают двумя порциями гексана объемом по 30 мл и объединяют с раствором в делительной воронке. В воронку с гексановым раствором масла приливают 30 мл фосфатного буфера, предварительно обмыв им стаканчик, и осторожно встряхивают воронку в течение 1 мин. После разделения слоев в делительной воронке нижний эмульсионный водный слой собирают в коническую колбу объемом 250 мл, куда предварительно насыпают около 5 г хлорида натрия. Повторяют операцию еще раз, приливая в воронку 30 мл фосфатного буфера. Гексан, оставшийся в воронке, отбрасывают.

Водный эмульсионный экстракт переносят обратно в делительную воронку и промывают его тремя порциями гексана объемом 50, 30 и 30 мл. Гексан отбрасывают. (Если эмульсия плохо расслаивается, то добавляют в нее 30-50 мл гексана и 30 мл буфера для лучшего разделения жидкостей).

Водный экстракт собирают в колбу и затем проверяют его pH на потенциометре; если pH окажется ниже 9, то экстракт подщелачивают 0,1 н раствором гидроксида натрия. После этого водный экстракт возвращают в делительную воронку и промывают хлороформом 3 раза, используя по 20 мл растворителя каждый раз. Хлороформ отбрасывают.

Оставшийся водный экстракт в воронке осторожно подкисляют 6 н соляной кислотой до pH – 3,0, тщательно контролируя pH, и перекстрагируют Никосульфурон в дихлорметан, тремя порциями по 30 мл каждая. Дихлорметан собирают в концентратор, пропуская его через слой безводного сернистого натрия. Водную фазу отбрасывают. Объединенный дихлорметановый экстракт выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре не выше 30°C досуха.

#### 9.1.2. Очистка экстракта на концентрирующем патроне Диапак С16.

К сухому остатку в колбе, полученному после упаривания хлороформного экстракта по п. 9.1.1., добавляют 5 мл 0,05 М раствора двузамещенного фосфата калия. Содержимое колбы интенсивно перемешивают и помещают в ультразвуковую ванну на 1-2 минуты, а затем пропускают с помощью медицинского шприца через предварительно подготовленный в соответствии с п. 2.5.3 патрон Диапак С16 со скоростью 1-2 капли в секунду. Промывают

патрон 10 мл 0,005%-ной уксусной кислоты, сушат потоком воздуха. Затем Никосульфурон элюируют 5 мл ацетонитрила в грушевидный концентратор на 100 мл. Растворитель выпаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не более 40°C досуха.

Остаток растворяют в 1 мл подвижной фазы для ВЭЖХ (п.2.5.1.) и анализируют по п. 9.2.

### 9.2. Условия хроматографирования

Хроматограф "Waters" или другой с аналогичными характеристиками с ультрафиолетовым детектором с изменяемой длиной волны.

Колонка стальная Symmetry Shield RP18, 4,6 мм x 25 см, зернением 5 мкм.

Температура колонки: 25°C.

Подвижная фаза: ацетонитрил - вода - уксусная кислота в соотношении 300:700:1

Длина волны 254 нм

Время удерживания Никосульфурона около 12,1 мин.

Чувствительность 0,005 ед. оптической плотности на шкалу.

Объем вводимой пробы 20 мкл.

Линейный диапазон детектирования сохраняется в пределах 2-20 нг

Каждую анализируемую пробу вводят в хроматограф 3 раза и вычисляют среднюю площадь пика.

Образцы, дающие пики больше, чем стандартный раствор с концентрацией Никосульфурона 1,0 мкг/мл соответственно, разбавляют.

Количественное определение Никосульфурона проводят по методу абсолютной калибровки посредством сравнения с хроматограммами стандартных растворов Никосульфурона с концентрацией 0,1 – 1,0 мкг/мл.

## 10. Обработка результатов анализа

Для определения содержания Никосульфурона в пробах методом ГЖХ используют следующую формулу:

$$X = \frac{S_{пр} \cdot A \cdot V}{100 \cdot S_{ст} \cdot m} \times P$$

где X - содержание Никосульфурона в пробе, мг/кг;

S<sub>ст</sub> - площадь пика-стандарта, мВ;

S<sub>пр</sub> - площадь пика образца, мВ;

A - концентрация стандартного раствора, мкг/мл;

V -

$V$  - объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл;

$m$  - масса анализируемого образца, г;

$P$  - содержание Никосульфурона в аналитическом стандарте, %.

### **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.**

Калинин В.А. профессор, канд. с-х. наук, Довгилевич Е.В. ст. н. сотр., канд. биол. наук, Калинин А.В. мл. н. сотр., Третьякова О.А., инж.

Российский государственный аграрный университет- МСХА имени К.А. Тимирязева.  
Учебно-научный консультационный центр «Агроэкология пестицидов и агрохимикатов».  
127550, Москва, Тимирязевская ул., д. 53/1. Телефон: (095) 976-37-68, факс: (095) 976- 43-26..