

**ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ
ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ
ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ,
КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ**

Часть XV-я

Москва — 1984 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В
ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками
при МСХ СССР

Москва -- 1984 г

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза СССР и лабораторий других министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и био-препаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР (председатель Группы экспертов д.б.н. М.А.Клисенко).

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИГиЛ им. Маршановского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, **С.В.Донатко** (секретарь),
М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук,
М.В.Письменная (зам.председателя), Г.А.Хохолькова.

"УТВЕРЖДАЮ"

ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО ГОСУДАРСТ
ВЕННОГО САНИТАРНОГО ВРАЧА СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 12 " МАЯ 1983 г.

№ 2787-83

Временные методические указания по определению стомпа в воде, почве и растительных объектах методами газожидкостной, тонкослойной хроматографии и УФ - спектрофотометрии.

Настоящие методические указания составлены на основании следующих разработок авторских коллективов:

1. Временные методические указания по определению стомпа в воде методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии. - А.М.Шмигидина, М.А.Клисенко, Д.Б.Гиренко (ВНИИГИНТОКС, Киев).

2. Временные методические указания по определению стомпа в воде, почве и растительных объектах методом тонкослойной хроматографии. - Н.В.Бажанова, Ж.А.Арутюнян (НИИ защиты растений ЮСХ Арм.ССР, г.Ереван).

3. Временные методические указания по определению стомпа в зеленом луке, моркови, томатах, сое, воде и почве методами тонкослойной хроматографии и УФ - спектрофотометрии. - К.Б.Баратов, Х.А.Касимов, А.Э.Меньшикова, И.И.Бабаев (Таджикский НИИ эпидемиологии и гигиены, г.Душанбе).

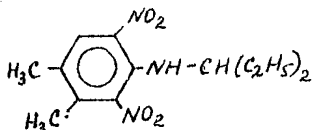
4. Временные методические указания по определению стомпа в картофеле, свекле, моркови методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии. - А.М.Шмигидина, М.А.Клисенко, Д.Б.Гиренко, Л.А.Соломко (ВНИИГИНТОКС, г.Киев).

В настоящих методических указаниях даны ссылки на вышеперечисленные методики.

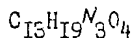
I. Краткая характеристика стомпа

Стомп (пеноксалин) - *N* - (1-этилпропил)-3,4-диметил -
2,6 - динитробензоламин

Структурная формула



Эмпирическая формула



Молекулярная масса

281,3

В чистом виде стомп представляет собой оранжево-желтые кристаллы без запаха. Растворимость в воде 0,3 мкг/мл при 20°C, хорошо растворим в органических растворителях. $T_{пл}$ - 56-57°C, давление насыщенного пара $3 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст. при 25°C. Устойчив в кислой и щелочной среде. Выпускается в форме концентрата эмульсии /330 г д.в. на 1 л препарата/, 50% смачивающегося порошка и 33% гранулированного препарата. Препарат слабоядовит. LD_{50} для белых крыс 2700 - 2930 мг/кг.

Стомп рекомендуется как гербицид в дозах 3 - 6 л/га или 1 - 2 кг/га по д.в. на посевах фасоли, сои, лука, моркови, капусты, подсолнечника, хлопчатника, а также в яблоневых садах в борьбе с мятликом, лисохвостом, куриным просом, щетинниками и другими однолетними злаковыми сорняками. Может применяться как предпосевной, предвсходовый и послевсходовый гербицид: уничтожает злаковые и некоторые двудольные сорняки.

Длительность сохранения в почве через 3 месяца (при поверхностном применении) - около 50% препарата, после одного года - около 10%, ДОК стомпа в продуктах питания и воде не установлены.

2. Методика определения стомпа

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Определение основано на анализе отомпа методами газожидкост-

ной, тонкослойной хроматографии и УФ - спектрофотометрии после извлечения препарата из пробы органическим растворителем и очистки экстракта.

2.1.2. Метрологическая характеристика методов.

См. табл. 1.2.3.

2.1.3. Избирательность метода.

Определению мешают трефлан и нитрофен.

2.2. Реактивы и растворы

Стомп, х.ч.

н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75

Спирт этиловый, ректификат, ТУ 1911-39-69, 96%

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79.

Оксид алюминия, ч.д.а., II степени активности.

Хлороформ, ч.д.а., ГОСТ 20015-74.

Кальций сернокислый, ч.д.а., ГОСТ 3210-76 (медицинский гипс просушивают 5 ч в сушильном шкафу при 225°C; хранят в банке с притертой пробкой).

Силикагель марки КЖ, ТУ 6-09-2523-72, дробленный и просеянный через сито 100 меш.

Индигокармин, индигодисульфонат натрия, чда,

0,1% водный раствор

Натрий сернокислый безводный, хч, ГОСТ 4166-76, 2% водный р-р

Петролейный эфир, ч.

Серная кислота, чда, ГОСТ 4204-66

Пластинки "silufol", 15 x 15 см (ЧССР)

Натрий хлористый, ГОСТ 4233-77, насыщенный водный раствор

Хроматон M-AW - ДМСО, I 6-0,20 мм/ с 5% SE-30 (ЧССР)

Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9 293-74 /в баллоне с редуктором/

Дистиллированная вода, ГОСТ 7602-72

Стандартный раствор стомпа /основной/, содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 10 мг стомпа в н-гексане в мерной колбе на 100 мл.

Таблица I.

Метрологическая характеристика метода определения стоппа
с помощью газожидкостной хроматографии^{1,4}.

Анализируемый объект	Предел обнаружения мг/л; мг/кг	Число парал- лельных опре- делений n	Размах вари- рования, % R	Среднее значение определе- ния, % \bar{C}	Стандарт- ное отклоне- ние, % S	Относительное стандартное отклонение, % S_z
Вода	0,00025	5	90,0 - 95,0	98,2	4,1	4,9
Картофель	0,0088	5	75,0 - 86,0	77,2	4,9	5,9
Свекла	0,0088	5	75,0 - 86,0	79,4	6,0	7,2

Таблица 2.

Метрологическая характеристика метода определения стомпа с помощью тонкослойной хроматографии

Анализируемый объект	Предел обнаружения, мг/л; мг/кг	Число параллельных определений n	Размах варьирования, % R	Среднее значение определения, % \bar{c}	Стандартное отклонение, % S	Относительное стандартное отклонение, % S_2
Вода	0,0025	5	88,0 - 96,0	92,0	8,5	10,2
Картофель ⁴	0,02	5	70,0 - 90,0	78,0	11,0	13,2
Свекла ⁴	0,02	5	70,0 - 90,0	80,0	10,0	12,0
Морковь ^{2,4}	0,2 / 0,02	6/5	75,0 - 95,0 70,0 - 90,0	80,0/78,0	6,5/11,0	/13,2
Зеленый лук ^{2,3}	0,1/0,02	6	75,0 - 95,0	80,0/80,0	6,5/6,2	6,5/7,4
Томаты ³	0,02	6	--	84,0	6,1	7,2
Соя ³	0,02	6	--	89,0	5,8	6,7
Чеснок ²	0,10	6	75,0 - 95,0	80,0	6,5	6,5
Капуста ²	0,10	6	75,0 - 95,0	80,0	6,5	6,5
Яблоки ²	0,20	6	75,0 - 95,0	80,0	6,5	6,5
Почва ^{2,3}	0,15 / 0,01	6	75,0 - 95,0	80,0/92,0	6,5/5,6	6,5/6,3

Метрологическая характеристика метода определения в воде приведена по данным работы 1.

В числителе результаты по данным работы 2, в знаменателе - по данным работ 3,4.

Таблица 3.

Метрологическая характеристика метода определения стомпа с помощью УФ - спектрофотометрии

Анализируемый объект	Предел обнаружения мг/л; мг/кг	Число параллельных определений n	Размах варьирования, % R	Среднее значение определения, % \bar{x}	Стандартное отклонение, % S	Относительное стандартное отклонение, % S_x
Зеленый лук	0,03	6	--	75,0	6,5	7,7
Морковь	0,03	6	--	84,0	6,3	7,5
Томаты	0,03	6	--	79,0	6,4	7,6
Соя	0,03	6	--	81,0	6,2	7,4
Почва	0,03	6	--	85,0	5,9	7,1
Вода	0,03	6	--	90,0	5,8	6,9

Стандартные растворы /рабочие/, содержащие 0,05-50 мкг/мл стом-па, готовят в градуированных пробирках емкостью 10 мл соответствующим разбавлением гексаном основного стандартного раствора. Растворы можно хранить длительное время (30 дней) в Эклияках с пришлифованной пробкой в холодильнике.

Вата гигроскопическая.

2.3. Приборы и посуда

Хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации или аналогичный прибор.

Спектрофотометр СФ-4а, ТУ 670601-74

Ротационный вакуумный испаритель, ИР-1М, ТУ 25-11-917-74 или аналогичный прибор для отгонки растворителей под вакуумом

Облучатель настольный ОКН-11.

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76.

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10396-75

Воронки делительные, емк. 250-500 мл, ГОСТ 10054-75

Воронки химические, диаметр 6 см, ГОСТ 8613-75

Посуда лабораторная мерная по ГОСТ 1770-74

Шкаф сушильный электрический ТУ 16-531-299-71

Аппарат для встряхивания проб АБУ-1, ТУ 64-1-1081-73

Вентилятор

Весы равноплечие ручные (ВР-1; ВР-2; ВР-100), ГОСТ 359-54

Набор сит (диаметр отверстий 0,15; 0,50 мм)

Центрифуга

Пульверизатор

Камера для опрыскивания

Колбы плоскодонные емкостью 100-250 мл, ГОСТ 10394-72

Микропипетки для нанесения проб и стандартов на 0,1 и 0,2 мл, ГОСТ 20292-74

Мельница для измельчения силикагеля

Пластинки стеклянные 9 x 12 см

Палочки стеклянные

Ступки фарфоровые

Колбы круглодонные н/л емк. 100 мл, ГОСТ 10394-72

Чашка фарфоровая, ГОСТ 9147-73

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-63

Микрошприц на 10 мкл

Вата стеклянная
 Секундомер
 Скальпель
 Линейка

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.1979 г. за № 2051-79.

2.4.2. Получение чистого препарата²

К эмульсии технического препарата добавить равные количества петролейного эфира и воды для разделения слоев. Петролейно-эфирную вытяжку смыть несколько раз водой и высушить, пропуская ее через бумажный фильтр с безводным сернокислым натрием (50-70 г). Фильтрат упарить под вентилятором на водяной бане (35-40°C) и полученные кристаллы для повторной очистки растворить в этиловом спирте. Полученный раствор пропустить через бумажный фильтр, выпарить, образовавшиеся кристаллы препарата досушить на часовом стекле.

2.4.3. Приготовление пластинок с тонким слоем сорбента²

Для приготовления сорбционной массы берут 100 г окиси алюминия просеянной через сито 100 меш и 10 г сернокислого кальция. Окись алюминия тщательно растирают в фарфоровой ступке с сернокислым кальцием, переносят в коническую колбу с притертой пробкой, прибавляют 100 мл дистиллированной воды и встряхивают до образования однородной массы. Полученную массу наносят тонким слоем на пластинку. Пластинку сушат в течение 12-15 часов при комнатной температуре, активируют в течение 30 мин под УФ-лампой. Готовые пластинки хранят в эксикаторе.

2.4.4. Приготовление хроматографической колонки³.

В стеклянную колонку (диаметр 10 мм) помещают ватный тампон и последовательно 4 г безводного сернокислого натрия, 10 г силикагеля марки КСК, затем снова 2 г безводного сернокислого натрия.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция стоппа из исследуемых проб.

Вода. Вариант 1⁹. В делительную воронку емкостью 500 мл помещают 200 мл исследуемой воды и экстрагируют стопп н-гексаном, трижды, порциями по 20-25 мл, встряхивая каждый раз содержимое воронки в течение 2 - 8 минут. Гексановые экстракты объединяют в другой делительной воронке, приливают 25 мл дистиллированной воды, перемешивают. После четкого разделения фаз водный слой отбрасывают, гексановый экстракт фильтруют через безводный сернокислый натрий /8 - 10 г/ в химической воронке в колбу ротационного испарителя или фарфоровую чашку. Растворитель испаряют на водяной бане при температуре 50-60°C до объема 2 мл. Остаток растворителя удаляют досуха с помощью резиновой груши.

Вариант 2². Препарат экстрагируют из 200 мл воды н-гексаном или хлороформом по 20-25 мл трижды, встряхивая пробу каждый раз 15-20 мин на аппарате для встряхивания. Экстракты объединяют, фильтруют через слой безводного сернокислого натрия (50-70 г) в колбу для отгонки растворителя, выпаривают до объема 0,1-0,3 мл.

Почва. Вариант 1⁹. 25 г воздушно-сухой почвы помещают в коническую колбу на 250 мл трехкратно экстрагируют в течении 30 мин хлороформом по 50 мл. Экстракты объединяют, выпаривают до 5 - 10 мл на ротационном испарителе или водяной бане при температуре 35-40°C. Затем экстракт пропускают через колонку с силикагелем КСК, предварительно промытой хлороформом, в другую выпарительную колбу и выпаривают досуха на ротационном испарителе или водяной бане.

Вариант 2². 100 г воздушно-сухой почвы, просеянной через сито с отверстиями 0,5 мм, помещают в колбу на 250 мл, заливают ацетоном с насыщенным раствором поваренной соли (NaCl) в отношении 8 : 2 до покрытия пробы и ставят на 2 часа на аппарат для встряхивания. Экстракт отфильтровывают через слой ваты, переносят в делительную воронку и добавляют хлороформ. Последним извлекают трижды (по 25 мл), экстракты объединяют, отфильтровывают через бумаж-

ный фильтр со слоем безводного сернокислого натрия и упаривают на ротационном испарителе.

Чеснок². 50 г измельченного в ступке чеснока заливают петролейным эфиром (20–25 мл) и, слегка растирая, сливают декантацией в коническую колбу. Эту манипуляцию повторяют 2–3 раза. Объединенные экстракты без очистки ставят на выпаривание.

Если нет ротационного испарителя, можно пробу поместить в небольшую фарфоровую чашку и под вентилятором в водяной бане (35–40°C) выпаривать до небольшого объема (0,2–0,3 мл) или сухого остатка.

Капуста, лук². 50 г полученной из указанных объектов мязки заливают петролейным эфиром до покрытия пробы и ставят на качалку на 30 мин. Экстракцию проводят еще дважды по 25 мл и встряхивают 10–15 мин. Полученные петролейно-эфирные экстракты объединяют и выпаривают. Очистку от восков и других коэкстрактивных веществ можно провести одним из следующих способов:

1) к сухому остатку добавляют 15 мл H_2SO_4 (10%), оставляют на 2 часа, после чего препарат извлекают небольшими порциями петролейного эфира (10–15 мл) трижды, выпаривают до 0,2–0,3 мл объема и хроматографируют.

2) к сухому остатку добавляют 15 мл спирта, 75 мл 0,1 М HCl и держат 30 мин на водяной бане при 40–50°C, последующие операции те же, что и в пункте 1.

Зеленый лук, томаты³. Продукты тщательно измельчают, отбирается навеска в 50 г. Экстракцию проводят трехкратно хлороформом по 50 мл. Полученные экстракты объединяют и выпаривают до объема 5–10 мл на ротационном испарителе или на водяной бане при температуре 35–40°C. Экстракт пропускают через колонку с силикагелем КСК, предварительно промытым хлороформом. Колбу из под экстракта несколько раз ополаскивают небольшими порциями хлороформа и смывы пропускают через колонку. Общий объем хлороформа, пропущенного через колонку, должен составлять 60–70 мл. Очищенный на колонке экстракт упаривают досуха на ротационном испарителе или водяной бане.

Соя³. Из измельченной пробы, усредненной, отбирают 10 г, заливают ацетоном и встряхивают 1–2 мин. Затем приливают 10 мл

этилового спирта и продолжают встряхивание в течение 1 - 1,5 часа. Эту операцию повторяют трижды. Экстракты объединяют и фильтруют через бумажный фильтр в колбу емкостью 250 мл. Фильтр промывают смесью ацетон-этиловый спирт в соотношении 2 : 2 (10 мл).

После завершения фильтрации, в экстракт приливают 100 мл 2% раствора сернокислого натрия и 2 - 3 мин взбалтывают. Содержимое колбы переносят в делительную воронку на 250 мл и оставляют до полного расслоения. Затем раствор осторожно фильтруют через бумажный фильтр в колбу на 250 мл. Полученный фильтрат выпаривают на ротационном испарителе или водяной бане до удаления ацетона. Оставшуюся водную фракцию экстракта сливают в делительную воронку на 250 мл и трижды экстрагируют хлороформом по 25 мл в течении 10 мин. Экстракт фильтруют через безводный сернокислый натрий и выпаривают досуха на ротационном испарителе или водяной бане.

Яблоки². 50 г измельченной мяски заливают хлороформом до покрытия пробы и оставляют на ночь. Затем выпаривают на ротационном испарителе. На сухой остаток добавляют 25 мл 20% H_2SO_4 на 30 мин, после чего препарат извлекают петролевым эфиром по 25 мл трижды. Петролевым эфиром отмыкают 2-3 раза произвольным количеством воды, высушивают, пропуская через безводный сернокислый натрий (50-70 г), выпаривают.

Свекла⁴, картофель⁴, морковь^{3, 4}. Образец мелко нарезают скальпелем. 25 г средней пробы помещают в коническую колбу емкостью 100 мл, заливают 35 мл n-гексана и оставляют на 30 мин, периодически перемешивая содержимое колбы. Гексановый экстракт фильтруют через слой безводного сернокислого натрия (7-10 г) в химической воронке в фарфоровую чашку. Остаток пробы в колбе промывают трижды гексаном порциями по 10, 10 и 5 мл, отфильтровывают в ту же чашку. Растворитель испаряют досуха при комнатной температуре в токе воздуха. Остаток в чашке с пробой моркови после испарения растворителя сливают со стенок 5-6 мл n-гексана и помещают чашку под УФ-лучи на расстоянии 25-27 см от источника излучения для обесцвечивания раствора (выдерживают 7 - 10 минут). Остаток растворителя испаряют.

Морковь. Вариант². К 50 г измельченной на терке моркови добавляют 20% H_2SO_4 (до покрытия пробы) и оставляют на ночь. Для

лучшей очистки экстракт следует провести через бумажный фильтр со слоем активированного угля и затем извлекать из него петролейным эфиром препарат. Фильтрат выпаривают на ротационном испарителе или в фарфоровой чашке до небольшого объема (0,2-0,4мл)

2.5.2. Анализ методом ГЭХ.

Сухой остаток в колбе или чашке растворяют в 1 мл н-гексана (анализ воды) или в 4 мл (анализ картофеля, свеклы) и аликвоту раствора (5 л) анализируют на газовом хроматографе с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации.

Для подготовки к проведению анализа хроматографическую колонку заполняют хроматоном *N*-AW- ДМСС (0,16-0,20 мм) с 5% SE-30 с применением вакуума, концы колонки закрывают стекловатой и кондиционируют при скорости азота 60 мл/мин при температуре 230°C в течение 6 часов без подсоединения к детектору. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Условия определения на хроматографе:

Колонка стеклянная спиральная, длина - 1 м, диаметр - 3 мм

Твердый носитель хроматон *N* - AW - ДМСС /0,16 - 0,20 мм/

Жидкая фаза SE-30 /5%/

Температура колонки - 210°C

Температура испарителя - 200°C

Температура детектора - 230°C

Скорость потока азота для продувки колонки 60 мл/мин

Скорость потока азота для продувки детектора 150 мл/мин

Скорость диаграмной ленты самописца 240 мм/час

Рабочая шкала электрометра 20.10⁻¹²а

Абсолютное время удерживания стопа в указанных выше условиях хроматографирования составляет 3 мин 7 с.

Количественное определение пестицида проводят сравнением высот пиков исследуемого вещества из экстракта и стандартного раствора.

Содержание стомпа в анализируемой пробе в мг/кг мг/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot H_2 \cdot V_2 \cdot 100}{H_1 \cdot V_1 \cdot P \cdot K},$$

где X - содержание стомпа в анализируемой пробе, мг/кг(мг/л),

A - содержание препарата в объеме стандартного раствора, введенном в хроматограф, мг

H_1 - высота пика стандартного раствора, мм

H_2 - высота пика анализируемой пробы, мм

V_1 - объем аликвоты экстракта, введенный в хроматограф, мкл

V_2 - конечный объем экстракта пробы, мл

P - навеска (объем) анализируемого образца, г(мл),

K - среднее значение определения препарата, % (см. табл. I)

2.5.3. Анализ методом ТСХ

Сухой остаток в фарфоровой чашке или колбе растворяют в 0,2 - 0,3 мл н-гексана и количественно наносят микропипеткой на стартовую линию пластинки. Рядом с пробой наносят по 0,1 мл каждого рабочего стандартного раствора стомпа, чтобы получить шкалу с содержанием 0,5; 1,0; 3,0; 5,0 мкг стомпа в пятне. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда за 10-15 мин до хроматографирования наливают одну из смесей растворителей указанных в таблице 4 в таком количестве, чтобы глубина погружения слоя сорбента в растворитель оставила 0,5 см. После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту 10 см хроматографирование прекращают. О наличии стомпа в пробе свидетельствует появление на хроматограмме желтого пятна препарата.

Величины R_f стомпа приведены в таблице 4.

Если на хроматограмме присутствуют пигменты, особенно при анализе моркови, то для более четкого проявления пятен препарата можно пластину опрыснуть 0,1% водным раствором индигокармина² (5-7 мл). Пигменты при этом исчезают, препарат приобретает желто-зеленую окраску. Рекомендуется также пластинку поставить под УФ на 3-5 мин.

Зоны локализации препарата при этом обнаруживаются в виде яркожелтых пятен.

Таблица 4.

Условия определения стомпа методом ТСХ и величины R_f

Сорбент :	Подвижная фаза :	Величина R_f
Силуфол ^{1,4}	гексан-бензол(1:1)	0,62 - 0,65
Силуфол ²	гексан-ацетон(94:6)	0,52 - 0,55
Силуфол ²	петролейный эфир-ацетон (94:6)	0,52 - 0,55
Окись алюминия ³	хлороформ - гексан (1 : 9)	0,44 - 0,56

Количество стомпа в пробе определяют по площади пятна. Для этого вычисляют площадь пятна стомпа из пробы и площадь пятна стандарта, близкого по интенсивности окраски к пятну из пробы. Площадь пятен вычисляют аналогично вычислению площади прямоугольника, используя в качестве множителей размеры пятна по вертикальной и горизонтальной оси.

Содержание стомпа в анализируемой пробе в мг/кг, мг/л вычисляют по формуле

$$X = \frac{A \cdot S_2 \cdot 100}{P \cdot S_1 \cdot K}, \text{ где:}$$

X - содержание стомпа в анализируемой пробе, мг/л

A - количество стомпа в пятне стандарта, близком по окраске к пятну пробы, мкг

S_1 - площадь пятна стандарта, мм²

S_2 - площадь пятна пробы, мм²

P - навеска (объем) анализируемой пробы, г(мл).

K - среднее значение определения препарата, % (см. табл. 2),

2.5.4. Анализ методом УФ - спектрофотометрии³

Для определения стоппа методом УФ-спектрофотометрии обнаруженные на пластинке пятна стоппа разграничивают иглой, отмеченный участок снимают скальпелем вместе с сорбентом, переносят в центрифужную пробирку и добавляют 3 мл гексана. Пробирку закрывают корковой пробкой и оставляют на 1 час, через каждые 15 мин смесь интенсивно взбалтывают. Спустя час содержимое центрифугируют в течение 15 мин при 1500 об/мин. После этого гексановый слой осторожно переливают в другую центрифужную пробирку и гексаном доводят объем до 3 мл. Этот раствор спектрофотометрируют на спектрофотометре СФ-4а при длине волны 230 нм в кюветках с толщиной слоя 1 см. Количество стоппа определяют по градуировочному графику. Для построения графика в ряд пробирок вносят 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,1; 0,2 ... 0,5 мл стандартного раствора стоппа (концентрация 100 мкг/мл), что соответствует 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20, 30, 40, 50 мкг. Объем жидкости доводят гексаном до 3 мл и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 230 нм в кюветках с толщиной слоя 1 см.

Каждую вышеуказанную концентрацию необходимо определить 5 - 10 раз.

Прямолинейная зависимость оптической плотности от концентрации препарата сохраняется в пределах от 1 до 50 мкг.

Содержание стоппа в анализируемой пробе в мг/кг, мг/л вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P} \text{ где:}$$

X - содержание стоппа в пробе, мг/кг

A - количество препарата, найденное по градуировочному графику, мкг

P - навеска (объем) анализируемой пробы, г, (мл).

2.6. Требования техники безопасности.

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

2.7. Методика разработана А. М. Шмигидиной, М. А. Клисенко, Д. Б. Гиренко, Я. А. Соломко (ВНИИГИНТОКС, г. Киев), Н. В. Бажановой, Л. А. Арутюнян (НИИ защиты растений, г. Ереван), К. Б. Баратовым, Х. А. Касимовым, А. Э. Меньшиковой, И. И. Бабеевым (Таджикский НИИ эпидемиологии и гигиены, г. Душанбе).

СОДЕРЖАНИЕ

ГАМОИДОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ		стр
1.	Временные методические указания по газохроматографическому определению альфа-3 в почве, воде и растительном материале	I
2.	Временные методические указания по определению даконила в растительной продукции, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией	8
3.	Временные методические указания по определению дактала в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии	14
4.	Методические указания по определению остаточных количеств далапона в воде, почве, моркови, винограде и в хлопковых семенах тонкослойной хроматографией	19
5.	Методические указания по определению ДД и ДДБ в почве методом газожидкостной хроматографии	27
6.	Временные методические указания по фотоэлектроколориметрическому определению глифтора в органах и тканях животных	35
7.	Методические указания по определению пентадина методом газожидкостной хроматографии в семенах и зеленой массе люпина и люпина .	43
8.	Временные методические указания по определению сумицидина в корневых клубнеплодах, молоке, растениях, почве методом газожидкостной хроматографии.	52
9.	Временные методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в мясе, органах и тканях животных хроматографическими методами	58
10.	Методические указания по определению тиодана в растительных маслах методом газожидкостной хроматографии	65
11.	Временные методические указания по определению остаточных количеств тотрила в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии	69

ФОСФОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (дифос, ДДВФ, хостаквик, цианокс, циодрин) в почве хромато-энзимным методом 74

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Временные методические указания по определению бутылкап-такса в почве, воде и растительном материале методом газожидкостной хроматографии 83
2. Временные методические указания по определению остаточных количеств дифенамида в почве, растениях и эфирных маслах ^{ДР 40 ДРС} газожидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефолианта дронпа методом хроматографии в тонком слое в волокнах, листьях, семенах хлопчатника и в почве 96
4. Временные методические указания по определению остаточных количеств картоцида (фитона) в картофеле, огурцах, томатах луке, свекле и воде методом тонкослойной хроматографии 102
5. Временные методические указания по определению КН-77 в воде методом тонкослойной хроматографии 107
6. Временные методические указания по определению лигурона и лирониона в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии 113
7. Временные методические указания по определению метирама в растительных образцах (яблоках, огурцах, томатах) газохроматографическим методом 121
8. Временные методические указания по определению митака в растительном материале, почве, воде, органах, тканях и моче животных методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 129
9. Временные методические указания по определению нимрода в почве, воде, огурцах методом тонкослойной хроматографии 136

10. Временные методические указания по определению роданида натрия в семенах подсолнечника и воде методом тонкослойной хроматографии. 144
11. Временные методические указания по определению рубигина в яблоках и огурцах хроматографическим методом 149
12. Временные методические указания по определению остаточных количеств сангора в воде, почве и в растительных объектах методом газожидкостной хроматографии 155
13. Временные методические указания по определению стомпа в воде, почве и растительных объектах методами газожидкостной, тонкослойной хроматографии и УФ-спектрофотометрии 167
14. Временные методические указания по определению сумилекса в воде, почве, семенах подсолнечника и биосредах методом тонкослойной хроматографии 183
15. Временные методические указания по определению остаточных количеств суффикса в почве хроматографическими методами 193
16. Временные методические указания по определению ТИ-78 в клубнях картофеля и воде 199
17. Методические указания по определению остаточных количеств ташигарена в почве тонкослойной хроматографией 206
18. Временные методические указания по определению томилола в воде, почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 211
19. Временные методические указания по определению ФДН / КI, КI -диметил-КI-(3-хлорфенил)-гуанидина / в почве методом тонкослойной хроматографии 218
20. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурон, которан, монурон, диурон, арезин, линурон, паторан, малоран) в почве, растительном материале и овощах методом газожидкостной хроматографии 225
21. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурона, которана, монурона, диурона, дикурана, дозанекса, тенорана, фалорана, арезина, линурона, паторана, малорана) в воде, почве, растительной массе, овощах методом тонкослойной хроматографии 254
22. Методические указания по хроматографическому определению феномедифама (бетанала) в воде, почве, сахарной свекле и биологических средах 244

ОЛОВООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- I. Временные методические указания по определению перофала в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата пликтран и его метаболитов (окись дихлоргексилолова, циклогексилоловая кислота) в воде, почве и растительном материале хроматографическим методом и неорганического олова в тех же средах спектрофотометрическим методом 263

РАЗНОЕ

- I. Методические указания . Общие требования к методикам измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны 273

Л - 64298 от 200385, Тираж 2000 экз., Заказ № 1020

Типография ВАСХНИЛ