Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Редакционная коллегия:

Новикова К.Ф.-начальник сектора ННХСЗР; Калинин В.А.-к.с.н., профессор, зав.кафедры ТСХА; Гиренко Д.Б.-к.х.н., зав.аналитической лаборатории УКР ВНИИГИНТОКС; Борисов Г.С.-зав. КТЛ РРСТАЗР; Устинова Т.Н.-ведущий специалист КТЛ РРСТАЗР.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

Ответственный за выпуск - Орехов Д.А., заместитель председателя Госхимкомиссии -
тел. 207-63-90

Сборник подготовлен к изданию Российской республиканской станцией защиты растений "Главхимзащиты" МСХ РФ
г.Раменское Московской обл., ул.Нефтегазосъемки 11/41 тел.(246) 3-09-52

ОГЛАВЛЕНИЕ

Хлорорганические пестициды стр.

1. Методические указания по групповой идентификации хлорорганических пестицидов и их метаболитов в биоматериале, продуктах питания и объектах окружающей среды методом адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографией.

29 июля 1991г. № 6129-91.....9..

2. Временные методические указания по определению модауна в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6109-91.....18..

Фосфорорганические пестициды

3. Методические указания по определению бициклада в растительном материале хроматографией в тонком слое.

29 июля 1991г, № 6113-91.....26...

4. Временные методические указания по определению офтанола-Т (по изофенфосу) в воде, почве, зерне и семенах сахарной свеклы.

29 июля 1991г, № 6105-91.....31...

5. Временные методические указания по определению метаболитов ФОП, производных тио- и дитиофосфорных кислот в биоматериале методом тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6072-91.....36....

6. Методические указания по определению метаболитов фосфамида в биологических средах методом тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, № 6133-91.....48....

7. Методические указания по определению этримфоса в зерновых культурах методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6129-91.....57....

8. Методические указания по газохроматографическому определению остаточных количеств этамона в столовой и сахарной свекле,зеленой массе

растений и почве.

29 июля 1991г, № 6094-91.....62.....

9. Методические указания по определению эфаля (этилфосфита алюминия и фосфористой кислоты) в растительных культурах, продуктах их переработки, воде, почве методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6132-91.....70...

Пиретроиды

10. Временные методические указания по определению изатрина в растительном материале методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6070-91.....85....

11. Временные методические указания по определению пиретроидов (перметрина, циперметрина, фенвалерата и декаметрина) в молоке и мясе методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6093-91.....91...

12. Временные методические указания по определению суми-α в биологическом материале методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6101-91.....103....

Гетероциклические соединения

13. Временные методические указания по определению остаточных количеств азовита в зерне злаковых, зеленой массе растений, сахарной свекле, яблоках, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 5371-91.....110.....

14. Методические указания по определению байфидана в зерновых и лекарственных культурах, воде и почве методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6131-91.....123....

15. Методические указания по определению бутизана С в воде и почве ме-

тодом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6139-91.....131....

16. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина и его метаболита, 2,6-лутидина в воде, овощах (картофель,огурцы,томаты).

29 июля 1991г, N 6079-91.....136.....

17. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина в биологическом материале.

29 июля 1991г, N 6078-91.....143.....

18. Временные методические указания по определению остаточных количеств ивина и его комплексов в воде методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6077-91.....149.....

19. Временные методические указания по определению кентавра в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6100-91.....155....

20. Временные методические указания по определению лентаграна в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6111-91.....162.....

21. Временные методические указания по определению рейсера в эфирных маслах лаванды и мяты методом газожидкостной хроматографии

29 июля 1991 г, N 6074-91.....168.....

22. Методические указания по определению топаза в сельскохозяйственных культурах газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

8 июня 1989г, N 5009-89.....174....

23. Временные методические указания по определению харелли в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6102-91.....182...

24. Временные методические указания по определению экспромта в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6107-91.....191...

25. Методические указания по определению эллипса в почве, зерне зерновых культур методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6273-91.....199...

Нитрофенолы и их производные

26. Методические указания по определению акрекса и диносеба в крови и моче тонкослойной хроматографией.

4 октября 1988г, N 4707-88.....210...

27. Методические указания по определению трефлана в зеленой массе и зерне зерновых культур методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6125-91.....215..

Производные мочевины и карбаминовой кислоты

28. Временные методические указания по определению остаточных количеств димилина в яблоках тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6075-91.....222..

29. Временные методические указания по определению остаточных количеств картолина-2 в зерне ячменя, пшеницы и других злаков,гречихи, бобах сои,сухих кормовых травах, почве и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г. N 6097-91.....228.

30. Методические указания по определению картолина-2 в биосубстратах методом тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6115-91.....240.

Алканкарбоновые кислоты и их производные

31. Методические указания по ускоренному определению 2,4-Д и ТХА в биоматериале (органы и ткани мелких наземных и почвенных животных) методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6128-91.....247..

32. Методические указания по определению 2,4-Д в воде методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6127-91.....253..

Прочие пестициды

33. Временные методические указания по определению набу в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6110-91.....260..

34. Временные методические указания по определению остаточных количеств нафталевого ангидрида в зерне кукурузы, льна и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991 г, N 6096-91.....265...

Методические указания по измерению концентраций пестицидов и полупродуктов их получения в воздухе рабочей зоны

1. Методические указания по газохроматрографическому измерению концентраций бутизана в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6138-91.....272....

2. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций виджила в воздухе рабочей зоны.

26 февраля 1991г, N 5325-91.....276....

3. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций глина в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6134-91.....281.....

4. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций грамекса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г. N 6082-91.....285.....

5. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций гранстара в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6090-91.....289....

6. Методические указания по измерению концентраций оксиме дикамбы в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6117-91.....295.....

7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дикната и адила в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6154-91.....300.....

8. Методические указания по измерению концентраций C_7- C_9 - эфиров 2,4-ДМ; 2,4-Д и 2,4,5 - ТП- кислот в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6119-91.....308.....

9. Временные методические указания по измерению концентраций дуала в воздухе рабочей зоны методом фотометрии, тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991 г, N 6086-91.....314.....

10 Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций кентавра в воздухе рабочей зоны

29 июля 1991 г, № 6085-91.....323.....

11.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций лондакса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6104-91.....329.....

12.Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-нитро-о-ксилола и 3-нитро-о-ксилола в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6116-91.....334.....

13.Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций омайта в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6269-91.....339....

14.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций офтанола-Т (по изофенфосу) в воздухе рабочей зоны

29 июля 1991г, N 6087-91.....344....

15.Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-родан-2-нитроанилина в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6118-91.....349.....

16.Временные методические указания по измерению коонцентраций тиадиазола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

29 июля 1991г, N 6084-91.....354.....

17.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций тотрила в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6089-91.....358.....

18.Временные методические указания по измерению концентраций фоликура в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

29 июля 1991г, N 6112-91.....362.....

19.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фюзилада в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6088-91.....369.....

20.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций харэлли в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, № 6071-91. ....373.....

21.Временные методические указания по измерению концентраций экспромта в воздухе методом газожидкостной хроматографии

29 июля 1991г, № 6081-91.....378.....

22.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций эллипса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, № 6083-91.....383.....

23.Методические указания по измерению концентраций эфаля в воздухе рабочей зоны фотометрическим и газохроматографическим методом.

29 июля 1991г, № 6120-91.....387.....

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

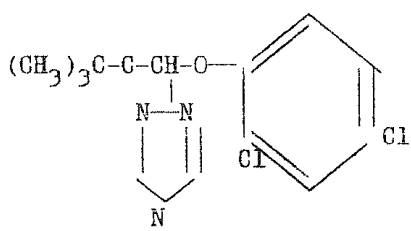
Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 27 " июля 1991 г
№ 5371-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ АЗОВИТА В ЗЕРНЕ ЗЛАКОВЫХ, ЗЕЛЕНОЙ МАССЕ РАСТЕНИЙ, САХАРНОЙ СВЕКЛЕ, ЯБЛОКАХ, ПОЧВЕ И ВОДЕ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

1.Краткая характеристика препарата

Азовит - системный фунгицид, эффективен против широкого спектра грибковых заболеваний зерновых культур.

Действующее начало препарата: 1-(2,4-дихлорфенокси)-3,3-диметил-1--(1,2,4-триазол-1-ил)-бутан-2-он.



$C_{14}H_{15}Cl_2N_3O_2$

Мол.масса 328,2

В чистом виде - бесцветный порошок с Т. пл. 70-73°С.Упругость пара при 20°С 5.10^{-7} мм рт.ст.Хорошо растворим в большинстве органических растворителей.

Препарат малотоксичен.

МДУ азовита в продуктах питания и ПДК в воде и почве еще не установлены.

Разработчики: Ф.Р.Мельцер, Л.И.Лещинская,Т.В.Алдошина,К.Ф.Новикова,
ВНИИХСЗР, г.Москва

2.Методика определения азовита в зерне, зеленой массе растений, сахарной свекле, яблоках, воде и почве хроматографическими методами.

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод основан на извлечении азовита из анализируемого объекта этилацетатом, а из воды - хлороформом, очистке на колонке с оксидом алюминия и определении тонкослойной и газожидкостной хроматографией.

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в таблице 1.

2.1.3.Избирательность метода

Прочие пестициды определению не мешают.Избирательность метода обеспечивается сочетанием колонок (при ГЖХ) и системы подвижных растворителей (при ТСХ) различной полярности.

2.2.Реактивы и растворы

Ацетон, хч., ГОСТ 2603-79.

Гексан, чда, ТУ 6-09-3375-78.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75.

Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74, свежеперегнанный.

Этилацетат, хч., ГОСТ 22300-76, свежеперегнанный.

Четыреххлористый углерод, чда,ГОСТ 20288-74.

Сульфат натрия, хч., ГОСТ 4166-76, безводный.

Хлорид натрия, хч, ГОСТ 4333-77.

Уксусная кислота, чда, ГОСТ 61-75, ледяная.

Азотнокислое серебро, чда, ГОСТ 1277-75.

Бромфеноловый синий, чда, ТУ 6-09-1058-76.

Проявляющий реактив: смешать перед определением в равных объемах 0,4%-ный ацетоновый раствор бромфенолового синего с 2%-ным водным раствором азотнокислого серебра.Раствор хранят в темной склянке. Пригоден к употреблению в течение длительного времени.На каждое

определение расходуется 3-5 мл раствора.

Оксид алюминия, II степени активности по Брокману, нейтральный, фирмы Лахема, ЧССР или отечественный, для хроматографии, МРТУ 6-09-5296-68.

Хроматон N-супер с 3% SE-30 (0,16-0,20 мм), готовый товарный носитель фирмы Хемапол, ЧССР.

Хроматон N-AW-DMCS (0,20-0,25 мм) с 5% XE-60, готовый товарный носитель фирмы Хемапол, ЧССР.

Газообразный азот из баллона, осч., ГОСТ 9293-74, с редуктором.

Водород, получаемый из генератора водорода или из баллона с водородом, ГОСТ 3023-80, с редуктором.

Воздух из баллона с редуктором или нагнетаемый компрессором.

Стандартные растворы азовита с содержанием 100 и 10 мкг/мл в ацетоне. Стандартные растворы стабильны при хранении в холодильнике в течение 6 месяцев.

Пластинки "Силуфол", производства ЧССР.

2.3.Приборы, аппаратура и посуда

Хроматограф Цвет-106 или аналогичный прибор с термоионным детектором.

Хроматографические колонки стеклянные , длиной 110 и 150 см, внутренним диаметром 3 мм.

Хроматографические камеры с пришлифованными крышками, ГОСТ 25336-82 или аналогичные.

Ротационный вакуумный испаритель, ИР-1М, ТУ 25-11-917-76 с набором колб.

Колбы круглодонные, ГОСТ 25336-82,вместимостью 500 и 50 мл.

Колбы плоскодонные, ГОСТ 25336-82, вместимостью 100 и 250 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74У, вместимостью 100 мл.

Делительные воронки, ГОСТ 25336-82Е, вместимостью 1 л.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82, вместимостью 50 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74Е,вместимостью 10 и 1 мл с делениями.

Воронки химические, ГОСТ 25336-82Е.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 25336-82Е.

Стеклянная хроматографическая колонка с краном и оттянутым носиком, длиной 10 см, внутренним диаметром 1 см.

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-1081-73.

Микрошприц на 10 мкл, ТУ 2-833-106-80,или аналогичный.

Микрошприц на 100 мкл или микропипетка на 0,1 мл, ГОСТ 20292-74.

Кофейная мельница для измельчения зерна.

Почвенное сито.

2.4.Подготовка к определению

Хроматографическую камеру заполняют системой подвижных растворителей бензол:этилацетат (9:1). ксан:ацетон (72:28) и бензол:ацетон (7:2) за 1 час до начала хроматографирования.Объем подвижного растворителя в камере должен находиться не выше,чем 0,7-1,0 см над уровнем дна.

Таблица

Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Нижний предел обнаружения в пробе нг(ГЖХ)	Нижний предел определения, мг/кг, мг/л	Диапазон измеряемых концентраций мг/кг, мг/л	Среднее значение определения с при n=20,%	Стандартное отклонение S при n=20, ±%	Доверительный интервал среднего определения при n=5,	Размах варьирования, R,%
			Газожидкостная хроматография				
Зерно	2	0,025	0,025-1,75	91,3	7,5	$91,3^{\pm}9,3$	82,5-110
Зеленая масса	2	0,05	0,05-3,5	88,1	4,7	$88,1^{\pm}5,9$	71-88
Сахарная свекла	2	0,02	0,02-0,8	86,7	9,1	$86,7^{\pm}11,3$	75,0-99,4
Яблоки	2	0,02	0,02-0,8	86,9	8,4	$86,9^{\pm}10,5$	75,0-89,1
Почва	2	0,025	0,025-1,75	84,3	9,6	$84,3^{\pm}13,3$	70,3-99,0
Вода	2	0,001	0,001-0,07	89,1	7,8	$89,1^{\pm}10,9$	79,5-105,0
			Тонкослойная хроматография				
Зерно	0,1	0,2	0,2-2,0	80	5,0	$80^{\pm}6$	79,1-95,0
Зеленая масса	0,1	0,4	0,4-4,0	83	5,0	$83^{\pm}6$	75-90
Сахарная свекла	2	0,04	0,04-0,8	89	11,0	$89^{\pm}14$	75-100
Яблоки	2	0,04	0,04-0,8	88	8,0	$88^{\pm}10$	75-100
Почва	0,1	0,2	0,2-2,0	81	9,0	$81^{\pm}13$	70-90
Вода	0,1	0,004	0,004-0,04	88	6,0	$88^{\pm}8$	80-90

В стеклянную хроматографическую колонку помещают ватный тампон, затем вливают суспензию оксида алюминия в четыреххлористом углероде (при открытом кране).Когда сорбент заполнит всю колонку ,дают стечь избытку растворителя, оставляя маленький слой его (0,2-0,3 см) на поверхности оксида алюминия.Кран закрывают.Колонка готова к работе.

2.5.Отбор проб

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Минздравом СССР 21 августа 1979 г № 2051-79.

2.6.Подготовка проб к анализу

Зеленую массу растений измельчают ножницами на полоски длиной 0,5-0,7 см, подготавливают навеску массой 10 г.Зерно измельчают на кофейной мельнице до консистенции муки грубого помола и отбирают навеску массой 20 г.Сахарную свеклу трут на крупной терке и отбирают навеску массой 25 г, яблоки режут на небольшие кубики с величиной грани около 0,5 см и отбирают навеску с массой 25 г., почву просеивают через почвенной сито и отбирают навеску массой 20 г.

2.7.Проведение определения

Зерно.Навеску размолотого на кофейной мельнице зерна (20 г) помещают в плоскодонную колбу вместимостью 500 мл и проводят экстракцию азовита этилацетатом порциями по 100 мл трижды при помощи механического встряхивания колбы в течение 30 минут.Экстракт фильтруют в круглодонную колбу для отгона растворителей вместимостью 500 мл и удаляют этилацетат полностью при помощи ротационного вакуумного испарителя.К сухому остатку добавляют 2-3 мл CCl_4 и полученный раствор переносят на колонку с оксидом алюминия, приготовленную к работе, как описано в пункте 2.4.Открывают кран колонки и дают раствору полностью впитаться в сорбент.Колонку промывают 15 мл смеси четыреххлористый углерод-бензол-гексан (1:1:1)

со скоростью 1 кап/сек.Равномерность потока растворителя обеспечивается вакуумом, регулируемым водоструйным насосом.Поменяв приемную колбу на грушевидную, вместимостью 20 мл,элюируют азовит 20 мл этилацетата. С помощью ротационного вакуумного испарителя полностью удаляют растворитель. К сухому остатку пипеткой добавляют 1 мл ацетона, закрывают колбу пробкой и тщательно обмывают растворителем его стенки.Далее проводят определение азовита газожидкостной или тонкослойной хроматографией.

Зеленая масса растений.К 10 г измельченной ножницами зелени приливают 100 мл этилацетата.Экстракцию и остальные операции проводят как при анализе зерна.

Сахарная свекла.Навеску измельченной сахарной свеклы (25 г) помещают в плоскодонную колбу вместимостью 500 мл и проводят экстракцию этилацетатом порциями по 75 мл при помощи механического встряхивания колбы в течение 30 минут.Все остальные операции проводят как при анализе зерна.

Яблоки.К навеске измельченных яблок (25 г добавляют 2-3 капли концентрированной HCl, массу перемешивают, экстрагируют азовит трижды этилацетатом порциями по 75 мл.Все остальные операции проводят как описано выше.

Почва.Навеску подготовленной почвы (20 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл и тщательно увлажняют почву 10 мл дистиллированной воды.Экстракцию азовита проводят этилацетатом и остальные операции проводят, как при анализе зерна.

Вода.Воду (500 мл) помещают в делительную воронку вместимостью 1 л, добавляют 5-7 г (1 чайную ложку) хлорида натрия и 50 мл хлороформа. Смесь несколько минут энергично встряхивают.После разделения слоев, нижний, хлороформный слой сливают в плоскодонную колбу вместимостью 250 мл.Экстракцию азовита проводят еще два раза тем же количеством хлороформа.Объединенный хлороформный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия (10 г).Раствор порциями фильтруют в грушевидную колбу вместимостью 50 мл.Каждую порцию фильтрата концентрируют с

помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 1-2 мл.Сульфат натрия промывают несколько раз небольшими порциями хлороформа, общим объемом 10-12 мл и фильтрат также переносят в грушевидную колбочку.Из последней порции фильтрата растворитель удаляют полностью.К сухому остатку пипеткой добавляют 1 мл ацетона.Колбочку закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно обмывают растворителем.Далее проводят определение ГЖХ или ТСХ.

2.7.1.Определение газожидкостной хроматографией

При определении азовита ГЖХ из экстракта, полученного по п.2.7. в хроматограф вводят 2-5 мкл полученного раствора.

Условия хроматографирования

	I колонка	II колонка
Хроматограф Цвет 106 с ТИД	3% SE-30 на хроматоне N-super (0,20-0,16мм)	5%XE-60 на хроматоне N-AW-DMCS (0,2-0,35мм)
Длина и внутренний диаметр колонки, см х мм	150 х 3	110 х 3
Рабочая шкала электрометра	2 . 10 -10а	2 . 10 -10а
Скорость протяжки ленты самописца	0,4см/мин	0,4см/мин
Скорость потока азота	60 мл/мин	70 мл/мин
Скорость потока воздуха	400 мл/мин	400 мл/мин
Скорость потока водорода	14-15 мл/мин	14-15 мл/мин
Температура колонки,град.С	220	230
Температура испарителя,град.С	220	230
Объем вводимой пробы	2-5 мкл	2-5 мкл
Время удерживания азовита	3 мин 50 с	2 мин 50 с
Линейный диапазон определения	2-70 нг	5-100 нг

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пика.Серию стандартов готовят следующим образом: из стандартного раствора азовита с содержанием 10 мкг/мл в градуиро-

ванные пробирки пипеткой вносят 0,55; 1,0; 1,5; 2,0 и 3,0 мл раствора что соответствует 5,10,15,20 и 30 мкг,а из стандартного раствора с содержанием 100 мкг/мл отбирают 0,5 и 0,7 мл, что соответствует 50 и 70 мкг.Доводят растворы ацетоном до 10 мл.Пробирки закрывают пробками и тщательно перемешивают растворы.В хроматограф вводят по 2-5 мкл полученных растворов.Расчет проводят по стандартному раствору,высота пика которого наиболее близка высоте пика рабочей пробы.

2.7.2.Определение тонкослойной хроматографией

Зерно.При определении азовита в зерне ТСХ требуется дополнительная очистка двухмерной хроматографией.На пластинку в левом нижнем углу (1,5-2 см от края) наносят 25 мкл очищенного на колонке экстракта. Пластинку помещают в камеру с системой подвижных растворителей бензол-этилацетат (9:1).Развивают хроматограмму на высоте 10 см. Пластинку вынимают из камеры и высушивают на воздухе.Повернув пластинку на 90 градусов в левом нижнем углу (отступив от краев на 1,5-2,0 см) наносят 3 стандарта (0,1;0,3 и 0,5 мкг).Погружают пластинку в систему гексан-ацетон (72:28) и дают фронту растворителя подняться на высоту 10 см.Хроматограмму сушат на воздухе и опрыскивают проявляющим реагентом до появления синего фона.Фон снимают опрыскиванием пластинки 0,5%-ным раствором лимонной кислоты.Азовит проявляется на хроматограмме в виде темно-синих пятен на лимонно-желтом фоне с $R_f = 0,3 \pm 0,02$.Линейный диапазон определения 0,1-1,0 мкг.Пятна стабильны в течение длительного времени.

Зеленая масса.Для зеленой массы растений определение азовита методом тонкослойной хроматографии проводят обычным путем.На пластинку силуфол наносят 50 мкл (0,025 мл), полученного по п.2.7. раствора.Рядом наносят ряд стандартов с содержанием 0,1;0,3;0,5...1,0 мкг азовита.Пластинку помещают в хроматографическую камеру с системой подвижных растворителей бензол-этилацетат (9:1) или гексан-ацетон (72:28).После окончания

хроматографирования пластинку сушат на воздухе и затем опрыскивают проявляющим реагентом до появления синего фона.Фон снимают 0,5%-ным раствором лимонной кислоты.На желтом фоне появляются темные пятна азовита с R_f 0,33±0,05 в первой системе и R_f 0,30±0,02 - во второй. Пятна стабильны в течение длительного времени.Линейность определения сохраняется в пределах 0,1-1,0 мкг.При более высокой концентрации хроматографируют меньшую аликвотную часть раствора.

Сахарная свекла, яблоки.На пластинку силуфол наносят 0,1 мкл экстракта, полученного по п.2.7.Рядом наносят серию стандартов с содержанием 0,1;0,3;0,5....1,0 мкг азовита.Хроматограмму развивают в системе бензол-этилацетат (9:1) или гексан-ацетон (72:28).Проявляют хроматограмму как описано выше.

Почва.Для определения азовита в почве ТСХ требуется очистка экстракта, полученного по п.2.7. методом двухмерной хроматографии.На пластинку в левом нижнем углу (1,5-2,) см от края) наносят 50 мл экстракта. Пластинку помещают в хроматографическую камеру с системой подвижных растворителей гексан:ацетон (72:28).Развивают хроматограмму на высоту 10 см.Пластинку вынимают из камеры и высушивают на воздухе.Повернув пластинку на 90 градусов в леввом нижнем углу (отступив от краев на 1,5-2,0 см) наносят 3 стандарта (0,1; 0,5 и 0,3 мкг).Погружают пластинку в систему бензол:этилацетат (9:1) и дают фронту растворителя подняться на высоту 10 см.Хроматограмму сушат на воздухе и опрыскивают проявляющим реагентом, как описано для зерна и зеленой массы, азовит проявляется синим пятном на желтом фоне с Rf 0,35±0,05.

Вода.Из подготовленного по п.2.7. экстаркта на хроматографическую пластинку силуфол микрошприцом на 100 мкл наносят аликвотную часть раствора 50-100 мкл (0,05-0,1 мл при нанесении пипеткой).Справа и слева от рабочей пробы наносят серию стандартов с содержанием 0,1;

0,2;0,3....1 мкг.Хроматограмму развивают в одной из систем подвижных растворителей бензол:этилацетат (9:1), гексан:ацетон (72:28) или бензол:ацетон (7:2).После высушивания хроматограмму обрабатывают проявляющим реактивом, как описано выше.Азовит проявляется на хроматограммах с R_f 0,33±0,05 в первой системе подвижных растворителей; 0,30±0,02 - во второй и 0,64±0,02 - в третьей.

2.8.Обработка результатов анализа

2.8.1.При газохроматографическом определении содержания азовита в анализируемой пробе (X) в мг/кг вычисляют по формуле:

$$X=\frac{Сст \cdot Нрп \cdot V}{Нст \cdot Va \cdot A}$$ мг/кг, где:

Сст - количество стандарта, вводимого в хроматограф, нг;

Нрп - высота пика рабочей пробы, мм;

Нст - высота пика стандарта, мм;

V - общий объем рабочего раствора, мл;

Va - объем аликвоты, вводимой в хроматограф, мкл;

A - навеска анализируемого образца, г.

Если при введении в хроматограф получаются слишком большие пики, к рабочему раствору пипеткой добавляют известное количество ацетона и анализируют более разбавленный раствор.

2.8.2.При определении тонкослойной хроматографией

Количественное определение азовита в пробе проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен рабочей пробы и серии стандартов При большом количестве азовита на пластинку наносят меньшую аликвотную часть раствора.

Содержание азовита в анализируемой пробе (X) в мг/кг вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V}{Va \cdot A}$$ мг/кг, где

C - количество азовита, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

V - общий объем раствора, мл;

Va-объем аликвоты, нанесенной на хроматографическую пластинку, мл (при нанесении всей пробы V=Va);

A - навеска анализируемой пробы,г.

3. Требования безопасности

Соблюдать требования безопасности, принятые для работы с легковоспламеняющимися жидкостями и пестицидами.

gost.e-ecolog.ru