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

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,
болезнями растений и сорняками

Москва — 1987 г.

gost.e-ecolog.ru

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

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии, болезнями растений и сорняками

Москва- 1987 г.

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

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических нормативов.

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

Методические указания согласованы и одобрены Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

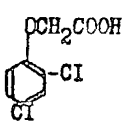
РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председателя), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук, Г.А.Хохолькова, А.М.Шмигидина.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО
" 27 " 04 1984 г.
№3025-84

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ 2,4-ДИХЛОРФЕНОКСИУКСУСНОЙ (2,4-Д), 2-(2,4-ДИХЛОРФЕНОКСИ)ПРОПИОНОВОЙ (2,4-ДП), 4-(2,4-ДИХЛОРФЕНОКСИ)МАСЛЯНОЙ (2,4-ДМ), 4-ХЛОР-2-МЕТИЛФЕНОКСИУКСУСНОЙ (2М-4Х), 2-(2-МЕТИЛ-4-ХЛОРФЕНОКСИ)ПРОПИОНОВОЙ (2М-4ХП) И 4-(2-МЕТИЛ-4-ХЛОРФЕНОКСИ)МАСЛЯНОЙ КИСЛОТ В ВОДЕ И ПОЧВЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ

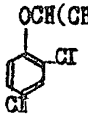
I. Краткая характеристика препаратов



$C_8H_6O_3Cl_2$ Мол.масса 221,04

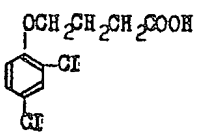
2,4-дихлорфеноксиуксусная кислота (2,4 Д) - белое кристаллическое вещество, стабильное при хранении. Т.пл. 141°С, Т.кип. 160°С/53,3 па. Константа диссоциации $2,3.10^{-3}$: Стабильна при хранении в растворах различных органических растворителей. При 20°С в I л воды растворяется 540 мг кислоты, 24,3 г кислоты в 100 мл диэтилового эфира, 130 г кислоты в 100 мл этилового спирта хорошо растворяется в ацетоне, четыреххлористом углероде и бензоле. Применяется для борьбы с двудольными сорняками в посевах зерновых культур в виде солей (натриевая, аминная) и эфиров (бутиловый, октиловый, пропиловый, малолетучие эфиры C_6-C_9). Препа-

рат среднетоксичен для крыс и мышей: $ЛД_{50}$=350-560 мг/кг.



$C_9H_8O_3Cl_2$ Мол.масса 235,00

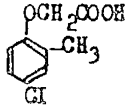
2-(2,4-дихлорфенокси)-пропионовая кислота (2,4-ДП, дихлорпроп)- белое кристаллическое вещество, без запаха, стабильное при хранении. Т.пл. 117,5-118,1°С, имеет незначительную упругость паров при комнатной температуре. 2,4-ДП стабильна к нагреванию и устойчива к восстановителям, гидролизу и атмосферному окислению. Растворимость в воде при 20°С 350 мг в 1 л. Хорошо растворима в большинстве органических растворителей (диэтиловый эфир, ацетон и др.). Технический продукт имеет слабый фенольный запах. Т.пл.114°С. Наличие ассиметрического атома углерода в молекуле 2,4-ДП обуславливает существование двух оптически активных форм. 2,4-ДП корродирует металлы в присутствии воды. Растворимость калиевой, натриевой и диэтаноламиновой солей 2,4-ДП в 100 мл воды при 20°С составляет в пересчете на кислоту 90,66 и 74 г соответственно. Эфиры низших спиртов 2,4-ДП - летучие жидкости. Применяется для борьбы в посевах зерновых культур.



$C_{10}H_{10}O_3Cl_2$ мол.масса 284,56

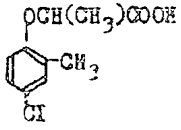
4-(2,4-дихлорфеноксимасляная кислота (2,4-ДМ, бутирак 118, бутоксон, легумекс Д) представляет собой бесцветные кристаллы с Т.пл.117-119°С. Растворимость в воде при 25°С 46 мг/л, в ацетоне 10%. Растворима в бензоле, этаноле и эфире. Соли щелочных металлов и аминные соли 2,4-ДМ растворимы в воде, но в жесткой воде выпадают в осадок в виде кальциевых и магниевых солей. 2,4-ДМ,

соли и эфиры 2,4-ДМ стабильны при хранении. В растениях и окружающей среде 2,4-ДМ разлагается до 2,4-Д и 2,4-дихлорфенола. Применяется как селективный гербицид в посевах люцерны и зерновых культур; препарат малотоксичен для крыс $ЛД_{50}$= 2 г/кг. ПДК в воде 0,01 мг/л.



$C_9H_9O_3Cl$ мол.масса 200,62

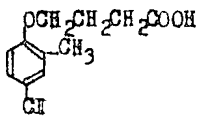
4-хлор-2-метилфеноксиуксусная кислота (2М-4Х, метаксон, дикотекс, МСРА, аграксон) - белое кристаллическое вещество, без запаха, с Т.пл. 118,0-120,2°С, стабильное при хранении как в кристаллическом состоянии, так и в виде растворов. Константа диссоциации $3,4 \cdot 10^{-4}$. Растворимость в воде при комнатной температуре составляет 825 мг/л. Хорошо растворима в органических растворителях (25°С): в этаноле 153 г/100 г, в диэтиловом эфире 77 г/100 г, в толуоле 6 г/100 г, в ксилоле 5 г/100 г; хорошо растворима в четыреххлористом углероде, дихлорэтане, бензоле, хлорбензоле, ацетоне. 2М-4Х образует растворимые соли щелочных металлов и органических оснований, которые могут выпадать в осадок в жесткой воде. Технический продукт имеет запах хлорбензола. Применяется в качестве гербицида в посевах льна, зерновых и злаковых культур чаще всего в виде натриевых солей (дикотекс 40, дикотекс 60 и дикотекс 80). Препарат среднетоксичен для крыс: $ЛД_{50}$ - 700 мг/кг



$C_{10}H_{11}O_3Cl$ Мол.масса 214,7

2-(2-метил-4-хлорфенокси)-пропионовая кислота (2М-4ХП, мекопроп, МСРР) - бесцветное кристаллическое вещество, без запаха, с Т.пл. 94-95°С. Стабильна при хранении. В 100 мл воды при 20°С растворяет-

ся 0,062 г кислоты. Хорошо растворима в большинстве органических растворителей (диэтиловый эфир, ацетон и др.). Образует растворимые соли со щелочными металлами и этаноламинами. Растворимость натриевой соли в воде при 15°С 46% (в/о), калиевой соли - 79,5% (в/о) при 0°С и диэтаноламинной соли 58% (в/о) при 20°С. Технический продукт имеет слегка фенольный запах и Т.пл. 90°С. 2М-4ХП стабильна при хранении, к нагреванию, восстановителям, гидролизу и атмосферному окислению. Корродирует металлы в присутствии влаги. Применяется на посевах зерновых культур в виде аминной и калиевой солей. Препарат среднетоксичен для крыс и мышей: $ЛД_{50}$ = 650 - 680 мг/кг. ПДК в воде 2,0 мг/л.



$C_{10}H_{13}O_3Cl$ Мол.масса 228,68

4-(2-метил-4-хлорфенокси)-масляная кислота (2М-4ХМ, бексон, трипотокс) - белое кристаллическое вещество с Т.пл.100°-101°С. Растворимость в воде при 20°С 44 мг/л. Хорошо растворима в органических растворителях: в этаноле растворимость составляет 15% (в/о), в ацетоне больше 20% (в/о), хорошо растворима в диэтиловом эфире. Образует водно-растворимые соли со щелочными металлами, которые в жесткой воде выпадают в осадок. Применяется для борьбы с сорняками в посевах бобовых, злаковых и других культур в виде натриевой соли. Препарат среднетоксичен для крыс и мышей: $ЛД_{50}$= 650-700 мг/кг.

2. Методика определения 2,4-Д, 2,4-ДП, 2,4-ДМ, 2М-4Х, 2М-4ХП и 2М-4ХМ в воде и почве хроматографическими методами

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода. Метод основан на экстракции хлорфеноксиа-

алканкарбоновых кислот из воды и почвы органическими растворителями с последующим определением методом газожидкостной и двумерной тонкослойной хроматографии.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода приведена в таблицах I и 2

2.2. Реактивы и растворы

Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Аммиак, водный, чда, ГОСТ 3760-79

Нитрат серебра, чда, ГОСТ I277-8I

Ацетон, хч, ГОСТ 2603-79

Бензол, хч, ГОСТ 5955-75

Гидрокарбонат натрия, чда, ГОСТ 4201-79, 0,4 М водный раствор

Бромкрезоловый зеленый, чда, ТУ 6-09-I4I5-74

н-Гексан, хч., ТУ 6-09-3375-78

Гидроксид натрия, хч., ГОСТ 4328-77, 0,I М водный раствор

Эфир для наркоза (перегнанный). Фармакопея СССР

Гидроксид калия, хч., ГОСТ 9285-78, 0,5 М водный раствор

Этиловый спирт,хч., ТУ 6-09-77I0-72

Серная кислота, хч., ГОСТ 4204-77

Хлористоводородная кислота, ч., ГОСТ 3II8-67

Трифторуксусный ангидрид, ч., МРТУ 6-09-5876-69

2,2,2-трихлорэтанол, ч., ТУ I5II-II0-69, 20%-ный раствор в трифторуксусном ангидриде

Изо-октан, эталонный, ГОСТ 5994-70

Уксусная кислота, ледяная, хч., ГОСТ I8270-72

Хлороформ, хч., ТУ 6-09-4263-76

Хроматон N, 0,I6-0,20 мм, промытый кислотой и силанизированный ДМХС с 5% SE-30 (ЧССР)

Хромосорб W , 80/100 меш, промытый кислотой и силанизированный ДМХС с 3% OV -17

Пластинки для тонкослойной хроматографии типа "Силуфол" (ЧССР), 15 х 15 см

Проявляющий реактив №1: в мерную колбу на 100 мл помещают 0,5 г нитрата серебра, 5 мл дистиллированной воды, 7 мл аммиака и доводят до метки ацетоном; при хранении в плотнозакрытой склянке без доступа света годен для применения в течении месяца.

Проявляющий реактив №2: в мерную колбу на 100 мл помещают 0,04 г бромкрезолового зеленого, растворяют в 96%-ном этаноле, добавляют 0,1 М раствор гидроксида натрия до явно выраженного синего окрашивания и доводят до метки этанолом. Срок применения не ограничен.

Стандартные растворы хлорфеноксиалканкарбоновых кислот в ацетоне с концентрацией 100 мкг/мл.

2.3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов (Цвет-5, Цвет-106, Цвет-110 и др.)

Делительная воронка на 1 л, ГОСТ 8613-75

Колба Бунзена на 500 мл, ГОСТ 6514-75

Воронка Бюхнера, диаметр 13 см, ГОСТ 9147-73

Грушевидные колбы на 100 мл, ГОСТ 10394-72

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74

Источник УФ-света, ВКО-1, ТУ-3-3-1304-75

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

Мерные колбы на 10 и 100 мл, ГОСТ 1770-74

Вакуумный водоструйный стеклянный насос, ГОСТ 10696-75

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-63

Микропипетки, ГОСТ 20292-74

Сушильный шкаф, ТУ 64-I-I4II-76Е
Пульверизатор стеклянный для обработки пластинок, ГОСТ I9391-74
Конические колбы на 500 мл, ГОСТ I0394-72
Стеклянный лабораторный холодильник, ХПТ, ГОСТ 9499-70
Электроплитка, ТУ 92-275-76

2.4. Отбор проб

Отбор проб проводится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденных Заместителем Главного государственного санитарного врача СССР 27.08.79 за № 2051-79

2.5. Проведение определения

2.5.I. Экстракция препаратов из анализируемых проб и очистка экстрактов.

Вода. Пробу воды (0,25-0,75 л) помещают в делительную воронку подкисляют хлористоводородной кислотой до pH ~ I (индикаторная бумага) и экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира (I00, 50 и 50 мл). Объединенный эфирный экстракт переносят в делительную воронку и экстрагируют 0,4 М водным раствором гидрокарбоната натрия (3 х 50 мл). Объединенный гидрокарбонатный экстракт промывают двумя порциями н-гексана по 25 мл, отбрасывая этот гексан, подкисляют хлористоводородной кислотой до pH ~ I и трижды экстрагируют диэтиловым эфиром (3 х 50 мл). Объединенный эфирный экстракт упаривают на ротационном испарителе до объема I-2 мл и затем досуха током сухого воздуха.

Почва. Сухая почва: I00 г почвы, растертой и просеянной через сито с размером отверстий I мм, помещают в коническую колбу с притертой пробкой на 500 мл, приливают 25-35 мл дистиллированной воды, добавляют 5 мл концентрированной хлористоводородной кислоты, тщательно перемешивают, приливают I50 мл ацетона и поме-

ают на аппарат для встряхивания на I час. Затем растворитель отфильтровывают под вакуумом на воронке через бумажный фильтр и почву в колбе и на фильтре трижды промывают ацетоном (3 х 20 мл). Затем ацетон удаляют на ротационном испарителе в грушевидной колбе на 250 мл, водный остаток из колбы переносят 100 мл дистиллированной воды, подкисленной до pH~I хлористоводородной кислотой, в делительную воронку, проводят экстракцию диэтиловым эфиром и далее поступают так, как это описано при определении в воде.

Влажная почва: 100-200 г влажной почвы, помещают в коническую колбу с притертой пробкой на 500 мл, приливают 5-10 мл концентрированной хлористоводородной кислоты, тщательно перемешивают, помещают на аппарат для встряхивания, приливают 150-300 мл ацетона и далее поступают, как это описано выше.

2.5.2. Идентификация и количественное определение хлорфеноксиалканкарбоновых кислот.

2.5.2.I. Тонкослойная хроматография

Сухой остаток после упаривания эфирного экстракта растворяют в I мл ацетона, количественно наносят на хроматографическую пластинку "Силуфол" и развивают хроматограмму в системе растворителей хлороформ-уксусная кислота (I9:I). Для хроматографирования используют насыщенную камеру. Для насыщения стенки камеры обкладывают фильтровальной бумагой, которая касается смеси растворителей и пропитывается. Через 2 часа быстро открывают крышку камеры и помещают пластинку для развития хроматограммы. После окончания процесса хроматографирования пластинку извлекают из хроматографической камеры, сушат на воздухе в вытяжном шкафу и затем помещают в сушильный шкаф на 3 минуты при II0°С, после чего поворачивают пластинку на 90°, и развивают хроматограмму в другом направлении в системе растворителей бензол-н-гексан-уксусная кислота

(5:10:2). После окончания процесса хроматографирования пластинку извлекают из хроматографической камеры, сушат на воздухе в вытяжном шкафу и обрабатывают проявляющим реактивом №1. Затем пластинку облучают УФ-светом в течении 10-15 минут. Хлорфеноксиалканкарбоновые кислоты на пластинке обнаруживаются в виде серо-черных пятен на белом фоне. Величины R_f приведены в таблице 3.

В качестве второго проявляющего реактива может быть использован бромкрезоловый зеленый. После развития хроматограммы во второй системе подвижных растворителей пластинку извлекают из хроматографической камеры, сушат на воздухе в вытяжном шкафу и помещают в сушильный шкаф при 110°С на 20 минут для удаления следов уксусной кислоты. Затем пластинку обрабатывают проявляющим реактивом №2. Хлорфеноксиалканкарбоновые кислоты обнаруживаются в виде желтых пятен на голубом фоне.

Стандартные соединения (по 5 мкг каждого) наносят на ту же пластинку, что и пробу или на отдельную пластинку, которую помещают для развития хроматограммы в камеру вместе с пластинкой, на которую нанесена проба.

2.5.2.2. Газожидкостная хроматография

К сухому остатку после упаривания эфирного экстракта прибавляют 1 мл 20%-ного раствора 2,2,2-трихлорэтанола в трифторуксусном ангидриде, 5 мкл концентрированной серной кислоты, энергично встряхивают и помещают на кипящую водяную баню с обратным холодильником на 15 минут. Затем удаляют растворитель током сухого воздуха до ~0,1 мл, прибавляют 2 мл изо-октана, энергично встряхивают, прибавляют 6 мл 0,5 М водного раствора КОН и содержимое вновь энергично встряхивают в течении 2-х минут. После расслоения фаз вводят в хроматограф 2-3 мкл изо-октанового слоя. Условия хроматографирования (хроматограф Цвет-106 с детектором по захва-

ту электронов постоянной скорости рекомбинации): стеклянная спиральная колонка (длина I м, внутренний диаметр 3 мм) заполненная 5% SE-30 на Хроматоне N, 0,I6-0,20 мм, промытым кислотой и силанизированным ДМХС, скорость газа-носителя (азот особой чистоты) через колонку 50 мл/мин, скорость продувочного газа (азот особой чистоты) через детектор I50 мл/мин, температура термостата колонок 2I0°С, температура испарителя 230°С, температура термостата детектора 280°С, шкала электрометра 20 . $I0^{-I2}$а, скорость движения диаграммной ленты потенциометра 240 мм/час.

Для повышения надежности идентификации хроматографирование может быть проведено на колонке, заполненной 3% OV-I7 на Хромосорбе W . Параметры удерживания и степени разделения трихлорэтиловых эфиров хлорфеноксиалканкарбоновых кислот приведены в таблице 4. Близость параметров удерживания трихлорэтиловых эфиров 2М-4Х и 2,4-ДП не позволяет провести раздельное определение этих соединений при их совместном присутствии в анализируемой пробе.

Количественное определение хлорфеноксиалканкарбоновых кислот проводится методом абсолютной калибровки. Для построения калибровочного графика 2 мкг соответствующей кислоты подвергают этерификации так, как это описано выше. Сухой остаток растворяют в 5 мл ацетона и вводят в хроматограф различные количества этого раствора. На оси ординат откладывают высоту пика соответствующего эфира, а на оси абсцисс количество кислоты, введенное в хроматограф. При использовании такого графика потери на стадии этерификации не сказываются на полученных результатах и для выполнения определения не нужно располагать стандартами трихлорэтиловых эфиров кислот.

Таблица I

Метрологическая характеристика метода определения хлорфеноксиалканкарбоновых кислот с помощью двумерной тонкослойной хроматографии

Диапазон определяемых концентраций 0,05-I,00 мг/л или мг/кг

Анализируемая проба	Предел обнаружения мг/л или мг/кг	Число параллельных определений	Размах варьирования %	Среднее значение определения,%
Вода	0,05	6	85-95[а]	90
			85-95[б]	90
			70-80[в]	75
			70-85[г]	78
			85-95[д]	90
			75-85[е]	80
Почва	0,5	6	75-85[а]	80
			80-90[б]	85
			60-70[в]	65
			70-80[г]	75
			75-85[д]	80
			65-75[е]	70

а - 2,4-I, б - 2,4-III, в - 2,4-IV, г - 2I-4X, д - 2I-4XII, е - 2I-4XI

Таблица 2

Метрологические характеристики метода определения хлорфеноксиалканкарбоновых кислот с помощью газожидкостной хроматографии
Диапазон определяемых концентраций 0,0002-0,02 мг/л или мг/кг

Анализируемая проба	Предел обнаружения мг/л или мг/кг	Число параллельных определений	Размах варьирования %	Среднее значение определения, %
Вода	0,0003[а]	6	85,3 - 88,0	86,6
	0,0002[б]		84,9 - 85,3	85,I
	0,0004[в]		85,7 - 87,5	86,6
	0,0004[г]		88,6 - 89,8	89,2
	0,0003[д]		82,5 - 87,4	84,9
	0,0005[е]		82,2 - 86,5	84,3
Почва	0,0020[а]	6	83,2 - 86,7	84,9
	0,0010[б]		82,8 - 86,I	84,5
	0,0020[в]		83,2 - 85,4	84,3
	0,0020[г]		85,8 - 87,3	86,5
	0,0010[д]		80,4 - 83,2	8I,8
	0,0030[е]		83,8 - 85,6	84,7

а - 2М-4Х, б - 2М-4ХМ, в - 2М-4ХМ, г - 2,4-Д, д - 2,4-ДП, е - 2,4-ДМ

Таблица 3

Величины R_f хлорофенолкарбоновых кислот

Кислота	R_{f_1}	R_{f_2}
2,4-I	0,68	0,31
2М-4Х	0,70	0,38
2,4-II	0,73	0,43
2М-4ХМ	0,74	0,45
2,4-III	0,76	0,47
2М-4ХМ	0,76	0,51

Параметры удерживания и степени разделения трихлорэтиловых эфиров хлорфеноксиалканкарбоновых кислот

Кислота	Видимая фаза	Время удерживания	Относительное удерживание[x]	Характеристики разделения с другими эфирами	
				второй компонент разделяемой пары	степень разделения
1	2	3	4	5	6
2М-4ХП	SE-30	126,9	0,41	2М-4Х	0,2
				2,4-ДП	0,3
				2,4-Д	0,5
				2,4,5-Т	1,1
				2М-4ХМ	1,3
				2,4-ДМ	1,5
	OV-17	109,2	0,32	2М-4Х	0,4
				2,4-ДП	0,4
				2,4-Д	0,9
				2,4,5-Т	1,7
				2М-4ХМ	1,7
				2,4-ДМ	2,2
2М-4Х	SE-30	148,8	0,49	2,4-ДП	0,03
				2,4-Д	0,3
				2,4,5-Т	0,9
				2М-4ХМ	1,1
				2,4-ДМ	1,3
	OV-17	150,8	0,44	2,4-ДП	0,03
				2,4-Д	0,4
				2,4,5-Т	1,1
				2М-4ХМ	1,1
				2,4-ДМ	1,6

[x]/Относительное удерживание измерено по отношению к трихлорэтиловому эфиру 2,4,5-трихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4,5-Т)

Продолжение таблицы 4

I	2	3	4	5	6
2,4-III	S E-30	134,6	0,51	2,4-II	0,9
				2,4,5-T	1,0
				2M-4IM	1,1
				2,4-IM	1,9
	OV-17	147,2	0,42	2,4-II	0,3
				2,4,5-T	1,2
				2M-4IM	1,1
				2,4-IM	1,7
2,4-II	S E-30	190,8	0,62	2,4,5-T	0,6
				2M-4IM	0,7
				2,4-IM	1,0
	OV-17	216,0	0,63	2,4,5-T	0,7
				2M-4IM	0,7
				2,4-IM	1,2
2,4,5-T	S E-30	204,6	1,00	2M-4IM	0,005
				2,4-IM	0,3
	OV-17	243,2	1,00	2M-4IM	0,05
				2,4-IM	0,06
2M-4IM	S E-30	206,0	1,00	2,4-IM	0,4
	OV-17	333,0	0,97	2,4-IM	0,6
	S E-30	391,0	1,25	-	-
	OV-17	476,1	1,39	-	-

2.6. Обработка результатов анализа

Для оценки содержания хлорфеноксиалканкарбоновых кислот в пробах при определении с помощью тонкослойной хроматографии используют следующую формулу.

$$X = \frac{10^5 \cdot A}{a \cdot R}$$, где

X - содержание хлорфеноксиалканкарбоновой кислоты в пробе, мг/л или мг/кг;

A - количество хлорфеноксиалканкарбоновой кислоты в пробе, найденное визуальным сравнением со стандартом, мг;

a - объем или вес пробы, мл или г;

R - процент определения (процент возврата), найденный предварительно, %

Для определения содержания хлорфеноксиалканкарбоновых кислот в пробах с помощью газожидкостной хроматографии по методу абсолютной калибровки используют следующую формулу:

$$X = \frac{100 \cdot A \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot V \cdot R}$$, где

X - содержание хлорфеноксиалканкарбоновой кислоты в пробе, мг/л или мг/кг;

A - количество стандарта хлорфеноксиалканкарбоновой кислоты, введенного в хроматограф, мг;

H_1 - высота пика трихлорэтилового эфира хлорфеноксиалканкарбоновой кислоты (стандарт), мм;

H_2 - высота пика трихлорэтилового эфира хлорфеноксиалканкарбоновой кислоты в пробе, мм;

V - объем или вес анализируемой пробы, л или кг;

V_1 - объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл;

V_2 – общий объем экстракта, полученный после растворения сухого остатка, мкл;

A – процент определения, найденный предварительно, %

3. Требования безопасности

Соблюдаются требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с химическими реактивами.

4. Настоящие методические указания разработаны В.Д.Чиляевым и С.В.Чулковой (ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров и пластических масс, Киев).

gost.e-ecolog.ru