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.

gost.e-ecolog.ru

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 биопрепаратов 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 НИИиТМ им.Марциновского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ
Л.Г.Александрова, Д.Е.Тиренко, С.В.Лопатко (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 обьектах методами газожидкостной, тонкослойной хроматографии и УФ - спектрофотометрии.

Настоящие методические указания составлены на основании следующих разработок авторских коллективов:

I. 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 обьектах методом тонкослойной хроматографии.- Н.В.Бажанова, Ж.А.Арутюнян (НИИ защиты растений МСХ 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.З.Меньшикова, И.И.Бабаев (Таджикский НИИ эпидемиологии и гигиены, г.Душанбе).

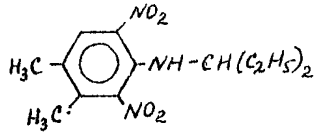
4. Временные методические указания по определению стомпа в картофеле, свекле, моркови методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.- А.М.Шмигидина, М.А.Клисенко, Д.Б.Гиренко, Л.А.Соломко (ВНИИГИНТОКС, г.Киев).

В настоящих методических указаниях даны ссылки на вышеперечисленные методики.

I.Краткая характеристика стомпа

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

Структурная формула



Эмпирическая формула

$C_{I3}H_{I9}N_3O_4$

Молекулярная масса 28I,3

В чистом виде стомп представляет собой оранжево-желтые кристаллы без запаха.Растворимость в воде 0,3 мкг/мл при 20°С, хорошо растворим в органических растворителях.$T_{пл.}$ - 56-57°С, давление насыщенного пара 3.10^{-5}мм рт.ст. при 25°С.Устойчив в кислой и щелочной среде.Выпускается в форме концентрата эмульсии /330 г д.в. на I л препарата/,50%смачивающегося порошка и 33% гранулированного препарата.Препарат слабоядовит. $ЛД_{50}$ для белых крыс 2700 - 2930 мг/кг.

Стомп рекомендуется как гербицид в дозах 3 - 6 л/га или I - 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 I0%, ДОК стомпа в продуктах питания и воде не установлены.

2.Методика определения стомпа

2.I.Основные положения.

2.I.I.Принцип метода.

Определение основано на анализе стомпа методами газожидкост-

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

2.I.2.Метрологическая характеристика методов.
См.табл.I.2.3.

2.I.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 I9II-39-69, 96%
Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79.
Окись 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°С; хранят в банке с притертой пробкой).
Силикагель марки КСК, ТУ 6-09-2523-72, дробленный и просеянный через сито I00 меш.
Индигокармин, индигодисульфонат натрия, чда,
0,I% водный раствор
Натрий сернокислый безводный, хч, ГОСТ 4I66-76, 2% водный р-р
Петролейный эфир, ч,
Серная кислота, чда, ГОСТ 4204-66
Пластинки "silufol", I5 х I5 см (ЧССР)
Натрий хлористый, ГОСТ 4233-77, насыщенный водный раствор
Хроматон N-AW- ДМСS/0,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 I00мкг/мл, готовят растворением I0 мг стомпа в н-гексане в мерной колбе на I00 мл.

Таблица I.

Метрологическая характеристика метода определения стомпа с помощью газожидкостной хроматографии [I,4].

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_r
Вода	0,00025	5	90,0 - 95,0	93,2	4,I	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_r
Вода	0,0025	5	88,0 - 96,0	92,0	8,5	I0,2
Картофель[4]	0,02	5	70,0 - 90,0	78,0	II,0	I3,2
Свекла[4]	0,02	5	70,0 - 90,0	80,0	I0,0	I2,0
Морковь[2,4]	0,2 / 0,02	6/5	75,0 - 95,0 / 70,0- 90,0	80,0/78,0	6,5/II,0	/I3,2
Зеленый лук[2,3]	0,I/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,I	7,2
Соя[3]	0,02	6	--	89,0	5,8	6,7
Чеснок[2]	0,I0	6	75,0 - 95,0	80,0	6,5	6,5
Капуста[2]	0,I0	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,I5 /0,0I	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 I.
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, % $\bar{c}$	Стандартное отклонение, % S	Относительное стандартное отклонение, % S_r
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 стомпа,готовят в градуированных пробирках емкостью 10 мл соответствующим разбавлением гексаном основного стандартного раствора. Растворы можно хранить длительное время (30 дней) в склянках 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 67060I-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 АВУ-1,ТУ64-1-1081-73
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 х 12 см
Палочки стеклянные
Ступки фарфоровые
Колбы круглодонные н/ш 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.I.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 2I.08.I979 г. за № 205I-79.

2.4.2.Получение чистого препарата[2]

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°С) 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 сорбента[2]

Для приготовления сорбционной массы берут I00 г окиси алюминия просеянной через сито I00 меш и I0 г сернокислого кальция. Окись алюминия тщательно растирают в фарфоровой ступке с сернокислым кальцием, переносят в коническую колбу с притертой пробкой, прибавляют I00 мл дистиллированной воды и встряхивают до образования однородной массы. Полученную массу наносят тонким слоем на пластинку. Пластинку сушат в течении I2-I5 часов при комнатной температуре, активируют в течении 30 мин под УФ-лампой. Готовые пластинки хранят в эксикаторе.

2.4.4.Приготовление хроматографической колонки[3].

В стеклянную колонку (диаметр I0 мм) помещают ватный тампон и последовательно 4 г безводного сернокислого натрия, I0 г силикагеля марки КСК, затем снова 2 г безводного сернокислого натрия.

2.5.Проведение определения

2.5.I.Экстракция стомпа из исследуемых проб.

Вода.Вариант I^3. В делительную воронку емкостью 500 мл помещают 200 мл исследуемой воды и экстрагируют стомп н-гексаном, трижды, порциями по 20-25 мл, встряхивая каждый раз содержимое воронки в течение 2 - 3 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 - I0 г/ в химической воронке в колбу ротационного испарителя или фарфоровую чашку. Растворитель испаряют на водяной бане при температуре 50-60°С до объема 2 мл. Остаток растворителя удаляют досуха с помощью резиновой груши.

Вариант 2^2. Препарат экстрагируют из 200 мл воды н-гексаном или хлороформом по 20-25 мл трижды, встряхивая пробу каждый раз I5-20 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,I-0,3 мл.

Почва. Вариант I^3. 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 - I0 мл на ротационном испарителе или водяной бане при температуре 35-40°С. Затем экстракт пропускают через колонку с силикагелем КСК, предварительно промытым хлороформом, в другую выпарительную колбу и выпаривают досуха на ротационном испарителе или водяной бане.

Вариант 2^2. I00 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.

Чеснок[2]. 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°С) выпаривать до небольшого объема (0,2-0,3 мл) или сухого остатка.

Капуста, лук[2]. 50 г полученной из указанных объектов мязги 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°С, последующие операции те же, что и в пункте 1.

Зеленый лук, томаты[3]. 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°С. 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.

Соя[3]. 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 I - I,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 (I0 мл).

После завершения фильтрации,в экстракт приливают I00 мл 2%-ного 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 I0 мин.Экстракт фильтруют через безводный сернокислый натрий и выпаривают досуха на ротационном испарителе или водяной бане.

Яблоки[2]. 50 г измельченной мязги 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 петролейным эфиром по 25мл трижды.Петролейный эфир отмывают 2-3 раза произвольным количеством воды,высушивают,пропуская через безводный сернокислый натрий (50-70 г), выпаривают.

Свекла[4],картофель[4],морковь[3,4]. Образец мелко нарезают скальпелем.25 г средней пробы помещают в коническую колбу емкостью I00 мл,заливают 35 мл н-гексана и оставляют на 30 мин,периодически перемешивая содержимое колбы.Гексановый экстракт фильтруют через слой безводного сернокислого натрия (7- I0 г) в химической воронке в фарфоровую чашку.Остаток пробы в колбе промывают трижды гексаном порциями по I0,I0 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 смывают со стенок 5-6мл н-гексана и помещают чашку под УФ- лучи на расстоянии 25-27 см от источника излучения для обесцвечивания раствора (выдерживают 7 - I0 минут).Остаток растворителя испаряют.

Морковь.Вариант[2]. 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 ГЖХ.

Сухой остаток в колбе или чашке растворяют в I 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- ДМСS(0,I6-0,20 мм) с 5% SE-30 с применением вакуума, концы колонки закрывают стекловатой и кондиционируют при скорости азота 60 мл/мин при температуре 230°С в течение 6 часов без подсоединения к детектору. Общую подготовку прибора проводят согласно инструкции.

Условия определения на хроматографе:

Колонка стеклянная спиральная, длина - I м, диаметр - 3 мм
Твердый носитель хроматон N - AW - ДМСS /0,I6 - 0,20 мм/
Жидкая фаза SE-30 /5%/
Температура колонки - 2I0°С
Температура испарителя - 200°С
Температура детектора - 230°С
Скорость потока азота для продувки колонки 60 мл/мин
Скорость потока азота для продувки детектора I50 мл/мин
Скорость диаграмной ленты самописца 240 мм/час
Рабочая шкала электрометра 20.10^{-12}а
Абсолютное время удерживания стомпа 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

$$X = \frac{A \cdot H_2 \cdot V_2 \cdot 100}{H_I \cdot V_I \cdot P \cdot K},$$

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

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

H_I - высота пика стандартного раствора, мм

H_2 - высота пика анализируемой пробы, мм

V_I - объем аликвоты экстракта, введенный в хромтограф, 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,I мл каждого рабочего стандартного раствора стомпа, чтобы получить шкалу с содержанием 0,5; I,0; 3,0; 5,0 мкг стомпа в пятне. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда за I0-I5 мин до хроматографирования наливают одну из смесей растворителей указанных в таблице 4 в таком количестве, чтобы глубина погружения слоя сорбента в растворитель составила 0,5 см. После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту I0 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,I% водным раствором индигокармина[2] (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(I:I)	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 (I : 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 сомножителей размеры пятна по вертикальной и горизонтальной оси.

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

$$X = \frac{A \cdot S_2 \cdot 100}{P \cdot S_1 \cdot K}$$, 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, мм^2

S_2 - площадь пятна пробы, мм^2

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

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

2.5.4.Анализ методом УФ - спектрофотометрии[3]

Для определения стомпа методом УФ-спектрофотометрии обнаруженные на пластинке пятна стомпа 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 I час,через каждые I5 мин смесь интенсивно взбалтывают.Спустя час содержимое центрифугируют в течение I5 мин при I500 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 кюветах с толщиной слоя I см.Количество стомпа определяют по градуировочному графику.Для построения графика в ряд пробирок вносят 0,0I;0,02;0,03;0,04;0,05;0,I;0,2 ....0,5 мл стандартного раствора стомпа (концентрация I00 мкг/мл),что соответствует I,2,3,4,5,I0,20,30,40,50 мкг.Объем жидкости доводят гексаном до 3 мл и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 230 нм в кюветах с толщиной слоя I см.

Каждую вышеуказанную концентрацию необходимо определить 5 - I0 раз.

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

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

$$X = \frac{A}{P}$$ где;

X - содержание стомпа 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 сжатыми газами.

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

СОДЕРЖАНИЕ

ГАЛОИДОРГАНИЧЕСКИЕ 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 I4
4. Методические указания по определению остаточных количеств далапона в воде, почве, моркови, винограде и в хлопковых семенах методом тонкослойной хроматографией I9
5. Методические указания по определению ДД и ДДЭ 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 пентацина методом газожидкостной хроматографии в семенах и зеленой массе люпина желтого. 43
8. Временные методические указания по определению сумицидина в корнеклубнеплодах, 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

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (дифос,ДДВФ,хостаквик,цианокс,циодрин) в почве хроматоэнзимным методом 74

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению бутилкантакса 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 методом газожидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефолианта дроппа 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 линурона и дипрониона 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 молоке 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 рубигана 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 соъектах 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 тачигарена в почве тонкослойной хроматографией 205
18. Временные методические указания по определению томилона в воде,почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 211
19. Временные методические указания по определению ФДН / N,N -диметил-N-(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 фенмедифама (бетанала) в воде,почве,сахарной свекле и биологических средах 244

ОЛОВООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению перопала в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата пликтран и его метаболитов (окись дициклогексилолова, циклогексилоловянная 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 № 1929

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru