Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний

Выпуск 4
Часть 7
МУК 4.1.1449—4.1.1452—03

Издание официальное

Москва • 2006

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды

Сборник методических указаний

Выпуск 4
Часть 7
МУК 4.1.1449—4.1.1452—03

ББК 51.23+51.21
О60

О60 **Определение** остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах, сельскохозяйственном сырье и объектах окружающей среды: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2006.—48 с.—Вып. 4.—Ч. 7.

ISBN 5—7508—0649—9

1. Сборник подготовлен: Федеральным научным центром гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана (чл.-корр. РАМН, проф. В. Н. Ракитский, проф. Т. В. Юдина); Московской сельскохозяйственной академией им. К. А. Тимирязева (проф. В. А. Калинин, к. хим. н. А. В. Довгилевич); при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. П. Веселов). Разработчики методик указаны в конце каждой из них.

2. Методические указания рекомендованы к утверждению Комиссией по госсанэпиднормированию при Минздраве России.

3. Утверждены Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, академиком РАМН Г. Г. Онищенко 24 июня 2003 г.

4. Введены с 30 июня 2003 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.23+51.21

Редакторы Л. С. Кучурова, Е. И. Максакова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 10.10.06

Формат 60x88/16 Печ. л. 3,0

Тираж 500 экз. Заказ 34

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
113105. Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел. 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2006
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2006

Содержание

Определение остаточных количеств ацифлуорфена в почве, воде, зерне и масле сои хроматографическими методами 4
Определение остаточных количеств биспирибака-натрия в почве, воде, зерне и зеленой массе риса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии 17
Определение остаточных количеств глюфосината аммония и его метаболита в воде, семенах и масле подсолнечника газохроматографическим методом 26
Определение остаточных количеств дикамбы в зерне, соломе, зеленой массе растений, воде и почве газожидкостной и тонкослойной хроматографией 38

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра
здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
24 июня 2003 г.
Дата введения – 30 июня 2003 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение остаточных количеств дикамбы в зерне, соломе, зеленой массе растений, воде и почве газожидкостной и тонкослойной хроматографией

Методические указания
МУК 4.1.1452—03

1. Вводная часть

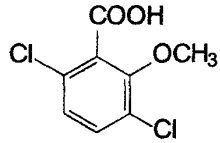
Фирма-производитель: «Гарда», Индия.

Торговое название: дикамба.

Название действующего вещества по ISO: дикамба.

Название действующего вещества по IUPAC: 3,6–дихлор–*о*–анисовая кислота.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_8H_6Cl_2O_3$.

Молекулярная масса: 221,05.

В чистом виде белые кристаллы с $T_{пл}$ 114—116 °С. Упругость паров при 25 °С $4,5 \cdot 10^{-3}$ Па ($3,4 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.) Разлагается при 200 °С. Растворимость при 25 °С в воде 6,5 г/л, ацетоне 810 г/л, дихлорметане 260 г/л, диоксане 1,18 г/л, этаноле 922 г/л. Растворимость в воде натриевой соли 360 г/л, калиевой соли — 480 г/л, диметиламинной соли 720 г/л по эквиваленту кислоты.

Коэффициент распределения *n*-октанол–вода Log K_{ow} 0,60 (при pH 5); – 0,80 (при pH 7); – 0,24 (при pH 9).

ПДК в воде 0,02 мг/л, ПДК в почве 0,2—0,25 мг/кг.

МДУ в зерне хлебных злаков «не допускается». Норматив «не допускается» установлен при нижнем пределе методом ТСХ 0,3—0,5 мг/кг и методом ГЖХ 1,5 мг/кг см. в книге «Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде» /Под ред. М. А. Клисенко, М.: Колос, 1997, с. 188—238.

МДУ в США в зерне – 0,5 мг/кг, в молоке – 0,05 мг/кг.

2. Методика определения дикамбы в зерне, соломе, зеленой массе растений, воде и почве

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении дикамбы из подкисленной пробы диэтиловым эфиром, очистке экстракта перераспределением в водно-щелочную среду, а затем, после подкисления раствора, в хлороформ с последующей доочисткой сублимацией в вакууме. Для зеленой массы растений перед сублимацией проводится очистка активированным углем.

Определение дикамбы проводят ГЖХ в виде метилового эфира или ТСХ.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1.

2.1.3. Избирательность метода

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода

Объект	Нижний предел определения, мг/кг	Диапазон измеряемых концентраций, мг/кг	Среднее значение определения C, при $n = 25$, %	Стандартное отклонение, S при $n = 25$, ± %	Доверительный интервал среднего определения при $n = 5$, $n = 0,95$, %	Размах варьирования R, %
1	2	3	4	5	6	7
Г Ж Х						
Зерно (ячмень, овес, пшеница, рожь)	0,005	0,005—0,1	84,2	9,7	84,2 ± 13,5	72—110
Солома	0,02	0,02—0,4	81,8	10,2	81,8 ± 14,1	65,4—103

Продолжение табл. 1

1	2	3	4	5	6	7
Зеленая масса	0,02	0,02—0,4	82,5	11,6	82,5 ± 16,1	60,4—112
Вода	0,0002	0,0002—0,004	75,6	12,8	75,6 ± 17,6	70,3—98,5
Почва	0,005	0,005—0,1	85,5	9,6	85,5 ± 13,4	73—100
ТСХ						
Зерно (ячмень, овес, пшеница, рожь)	0,25	0,25—0,5	77	10	77 ± 14	60—100
Солома	1,0	1—5	79	13	79 ± 18	60—100
Зеленая масса	1,0	1—5	78	8	78 ± 11	70—90
Почва	0,25	0,25—0,5	78	9	78 ± 13	72—95

Метод селективен. Селективность метода обеспечивается сочетанием метода ГЖХ с использованием двух альтернативных колонок, а ТСХ — двух альтернативных систем подвижных растворителей.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, хч, перегнанный над $KMnO_4$ и обезвоженный над Na_2SO_4 безводным	ГОСТ 2603—79
Гексан, хч, свежеперегнанный	ТУ 6-09-3375—78
Хлороформ, хч	ГОСТ 20015—74
Диэтиловый эфир, хч	ГОСТ 6265—79
Кислота ортофосфорная, H_3PO_4, хч, 2 %-й раствор, по объему	ГОСТ 6552—80
Калия хлорид, хч, 20 %-й раствор в 0,5 %-м растворе КОН	ГОСТ 4161—77
Калия гидроксид, хч, 0,5 %-й раствор	ГОСТ 24363—80
Натрия сульфат, хч, безводный	ГОСТ 4166—76
Хроматон N–AW–DMCS с 5 % SE–30 (0,16—0,2 мм) или аналогичный носитель	
Хроматон N–AW–DMCS с 5 % OV–17 (0,16—0,2 мм) или аналогичный носитель	
Активированный уголь, БАУ	ТУ 6-09-3247—73
Кислота серная, осч	ГОСТ 14262—78
Серебро азотно-кислое, AgNO3	ГОСТ 1277—75

Аммиак, концентрированный	ГОСТ 3760—79
Азот осч, из баллона с редуктором	ГОСТ 9293—74
Кислота уксусная, ледяная, чда	ГОСТ 61—75
Гидразин-гидрат, чда	ГОСТ 58322—65
Метиловый спирт, хч	ГОСТ 6995—77
Кальция хлорид, хч	ГОСТ 4460—77
Стеариновая или любая твердая органическая кислота	
Дикамба, с содержанием д.в. не менее 95 %	
Стандартный раствор дикамбы в ацетоне с концентрацией 100 мкг/мл (раствор 1) и 1 мкг/мл (раствор 2)	

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Газожидкостный хроматограф Цвет 500 М или аналогичный с детектором «по захвату электронов»	
Хроматографические колонки длиной 170 см и 200 см, внутренним диаметром 3 мм	
Камера хроматографическая или аналогичная	ГОСТ 25336—82
Ротационный вакуумный испаритель ИР–1М или аналогичный с набором колб	ТУ 25-11-917—76 ГОСТ 25336—82
Прибор для микросублимации в вакууме (рис. 1)	
Прибор для получения диазометана (рис. 2)	
Кофейная мельница	
Мерные колбы, вместимостью 100 мл	ГОСТ 1770—74
Пипетки с делениями, на 5, 1 мл	ГОСТ 20292—74
Пульверизаторы стеклянные	ГОСТ 25336—82
Посуда лабораторная стеклянная	ГОСТ 25336—82 ГОСТ 1770—74 ГОСТ 9737—70
Градуированные пробирки с пробками на шлифах, вместимостью 5 мл	ГОСТ 1770—74
Делительные воронки, вместимостью 150 мл, 1 000 мл	ГОСТ 25336–82
Хроматографические пластинки «Силуфол», Чехия	
Хроматографические пластинки «Сорбфил», 10 × 10 см	ТУ 26-11-17—89
Баня водяная или аналогичная	ТУ 64-1-2850—76
Лампа ртутно-кварцевая или аналогичная	ТУ 16-535-280—74
Микрошприцы МШ-10, на 10 мкл и МШ-100 на 100 мкл или аналогичные	

Почвенное сито
Механический встряхиватель

2.4. Отбор проб

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с «Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов», утвержденными Минздравом СССР от 21.08.79 № 2051–79.

2.5. Подготовка к определению

2.5.1. Приготовление стандартных растворов

Для приготовления стандартного раствора 1 с содержанием 100 мкг/мл в мерную колбу вместимостью 100 мл помещают навеску дикамбы (10 мг), взятую с точностью до ± 0,2 мг. Навеску растворяют в ацетоне и доводят до метки тем же растворителем.

Для приготовления раствора 2 из раствора 1 пипеткой отбирают 1 мл и переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки ацетоном.

Стандартные растворы стабильны при хранении в холодильнике в течение 6 месяцев.

2.5.2. Для ГЖХ определения

2.5.2.1. Приготовление диазометана.

В круглодонную колбу 1 вместимостью 100 мл, снабженную капельной воронкой с байпасом и обратным холодильником, помещают 12 г (0,2 моля) КОН, 6 мл метилового спирта, 6 мл или 6,1 г (0,12 моля) гидразин-гидрата. Колбу охлаждают до +5 °С смесью воды со льдом и начинают медленно, по каплям прибавлять из капельной воронки 10 мл (0,12 моля) хлороформа, постепенно увеличивая скорость. При этом реакционная масса становится желтой.

Выделяющийся в ходе реакции диазометан через обратный холодильник, соединенный с капилляром стеклянным переходом, поступает в двугорлую колбу-приемник 2, вместимостью 100 мл, содержащую 50 мл осушенного серного эфира. Колба 2 погружена в баню, содержащую смесь воды со льдом.

По окончании прибавления хлороформа реакционную колбу нагревают до 40 °С на водяной бане для полного удаления диазометана из реакционной массы. После обесцвечивания реакционной массы и стенок холодильника реакцию считают законченной. Диазометан хранят в склянке с притертой пробкой в морозильной камере.

2.5.2.2. Подготовка газохроматографической колонки.

Для газохроматографического анализа используют готовый товарный носитель хроматон N–AW–DMCS (0,16—0,20 мм) с 5 % SE–30 и хроматон N–AW–DMSC (0,16—0,20 мм) с 5 % OV–17. Хроматографическую колонку заполняют насадкой с подсоединением слабого вакуума. Достаточная плотность набивки обеспечивается равномерной загрузкой и непрерывным постукиванием по колонке. Колонку кондиционируют при скорости азота 30 мл/мин в режиме программирования температуры от 50 до 220 °С со скоростью нагрева 2 °С/мин, а затем в изотермическом режиме при температуре 220 °С в течение 6—8 ч без подсоединения колонки к детектору.

Общую подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции.

2.5.3. Для ТСХ измерения

2.5.3.1. Приготовление градуировочных растворов.

Градуировочные растворы дикамбы в ацетоне с концентрацией от 10 до 60 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора в пробирках с притертыми пробками вместимостью 5 мл, согласно табл. 2.

Таблица 2

Номер стандарта	Стандартный раствор (100 мкг/мл), мл	Добавлено ацетона, мл	Концентрация дикамбы, мкг/мл	Содержание дикамбы в 0,1 мл хроматографируемой пробы, мкг
1	0,5	4,5	10	1
2	1,0	4,0	20	2
3	1,5	3,5	30	3
4	2,0	3,0	40	4
5	2,5	2,5	50	5
6	3,0	2,0	60	6

Допустимый срок хранения градуировочных растворов при комнатной температуре не более 10 дней.

2.5.3.2. Приготовление проявляющих растворов.

Проявляющий реагент. Растворяют 0,5 г $AgNO_3$ в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 5 мл концентрированного аммиака до растворения осадка и 90 мл ацетона. Хранить в темном месте.

2.5.3.3. Приготовление хроматографической камеры

Хроматографическую камеру за 1 час до начала хроматографирования заливают смесью подвижных растворителей хлороформ–ацетон (3 : 1) и хлороформ–уксусная кислота (20 : 1). Объем подвижных рас-

творителей в камере должен по высоте находиться не выше, чем на 0,7—1,0 см от дна камеры.

2.6. Подготовка проб к анализу

Зерно размалывают на кофейной мельнице до консистенции манной крупы. Отбирают навеску массой 20 г. Солому и зеленую массу растений измельчают ножом или ножницами и отбирают навески массой 5 г. Почву просеивают через почвенное сито отбирают навески массой 20 г.

2.7. Проведение определения

2.7.1. Экстракция и очистка экстрактов

Зерно. Навеску анализируемой пробы (20 г) помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл, добавляют 2 %-й H_3PO_4, тщательно увлажняют пробу. Дикамбу экстрагируют этиловым эфиром трижды, порциями 100, 80 и 70 мл при помощи механического встряхивания колбы в течение 30 и два раза по 15 мин. Декантируют экстракт через складчатый бумажный фильтр в круглодонную колбу вместимостью 500 мл. Дважды промывают остаток в колбе и фильтр диэтиловым эфиром, порциями по 30 мл.

Объединенный экстракт концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 30—40 мл. Остаток переносят в делительную воронку вместимостью 150 мл и несколько раз ополаскивают колбу 20 %-м щелочным раствором KCl, общим объемом 20 мл. Промывные воды также переносят в делительную воронку и проводят экстракцию калиевой соли дикамбы путем встряхивания воронки в течение одной-двух минут. После разделения слоев, нижнюю, водную фазу, сливают в другую делительную воронку вместимостью 150 мл. Экстракцию повторяют еще один раз тем же количеством раствора KCl.

Объединенный водный раствор подкисляют серной кислотой, разбавленной водой (1 : 10), до pH 1 и трижды экстрагируют дикамбу хлороформом, порциями один раз по 30 и два раза по 20 мл. Хлороформный экстракт порциями фильтруют через слой безводного сульфата натрия в грушевидную колбочку вместимостью 50 мл. Каждую порцию фильтрата концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 2—3 мл. Фильтр со слоем сульфата натрия промывают 5 мл хлороформа. Последнюю порцию сконцентрированного экстракта количественно, хлороформом, переносят в патрон сублиматора. На горячей водяной бане из сублиматора полностью отгоняют растворитель, регулируя равномерное распределение остатка по дну сублима-

тора. В патрон помещают «палец» сублиматора, подсоединяют холодную воду и вакуум. Сублимацию дикамбы проводят на кипящей водяной бане в течение 30 мин при давлении 0,2 мм рт. ст. После окончания сублимации дикамбу смывают с «пальца» сублиматора в грушевидную колбочку вместимостью 25 мл ацетоном, общим объемом 15 мл. С помощью ротационного вакуумного испарителя из колбочки полностью отгоняют растворитель. К сухому остатку пипеткой добавляют 0,5 мл гексана, колбочку закрывают пробкой на шлифе и стенки колбы ополаскивают растворителем. Далее определение проводят методом ТСХ по п. 2.7.3.

При определении дикамбы методом ГЖХ по п. 2.7.2 к сухому остатку пипеткой добавляют 2 мл раствора диазометана в диэтиловом эфире. Через 10—15 мин диазометан и эфир полностью отдувают слабым током воздуха. К сухому остатку пипеткой добавляют 4 мл гексана. Колбочку закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно ополаскивают растворителем.

Солома, зеленая масса растений. Навеску анализируемой пробы массой 5 г помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл, добавляют 10 мл 2 %-й H_3PO_4, тщательно увлажняют пробу и проводят экстракцию дикамбы и получение ее калиевой соли, как описано выше для зерна. Водно-щелочной слой, содержащий калиевую соль дикамбы, трижды промывают гексаном, порциями 2 раза по 20 мл и один раз по 10 мл. Гексановый слой отбрасывают, а к водно-щелочному слою добавляют суспензию 0,5 г активированного угля в 30 мл диэтилового эфира. Колбу интенсивно встряхивают, а затем ее содержимое фильтруют через складчатый бумажный фильтр в делительную воронку. Уголь на фильтре промывают 10—15 мл щелочного раствора KCl. После разделения слоев, нижнюю, водную фракцию переносят в другую делительную воронку, а эфирную фракцию отбрасывают. Водный раствор подкисляют до pH 1 разбавленной (1 : 10) серной кислотой и дальнейшее определение проводят так же, как описано выше для зерна.

Вода. Пробу воды (500 мл) помещают в делительную воронку вместимостью 1 л, добавляют 10 мл 2 %-й H_3PO_4 и трижды экстрагируют дикамбу из воды хлороформом, порциями по 50 мл. Хлороформные экстракты объединяют в плоскодонной колбе вместимостью 250 мл, сушат над безводным сульфатом натрия (~20 г) и порциями декантируют хлороформный раствор в грушевидную колбочку вместимостью 50 мл. Каждую порцию раствора концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 1—2 мл. Оставшийся в колбе осушитель дважды промывают хлороформом, порциями по 10 мл. Каждую

порцию раствора декантируют в грушевидную колбочку и концентрируют. Из последней порции раствора полностью отгоняют растворитель.

Метилирование дикамбы и дальнейшие операции проводят по схеме, описанной выше для зерна.

Определение дикамбы в воде проводят только методом ГЖХ.

Почва. Анализ почвы проводят так же, как анализ зерна.

2.7.2. Определение газожидкостной хроматографией

Из 4 мл подготовленного по п. 2.7.1 экстракта в хроматограф вводят 2 мкл.

Условия хроматографирования:

	Колонка 1	Колонка 2
Насадка колонки	5 % SE–30 на хроматоне N–AW–DMCS (0,16—0,20 мм)	5 % OV–17 на хроматоне N–AW–DMCS (0,16—0,20 мм)
Длина и внутренний диаметр колонки	170 см × 3 мм	200 см × 3 мм
Рабочая шкала электрометра	$64 \cdot 10^{-10}$ мА	$64 \cdot 10^{-10}$ мА
Скорость протяжки ленты самописца, см/мин	0,25	0,25
Скорость потока газа-носителя азота	30 мл/мин	25 мл/мин
Температура термостата колонки, °С	180	200
Температура испарителя, °С	200	220
Температура, детектора, °С	230	300
Абсолютное время удерживания	3 мин 57 с	4 мин 21 с
Объем вводимой пробы, мкл	2	2
Линейный диапазон детектирования	0,05—1,0 нг	0,05—1,0 нг

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков.

Серию стандартов готовят следующим образом: в 5 пробирок, вместимостью 5 мл, с пробками на шлифах, пипеткой вносят из стандартного раствора 2 0,1; 0,2; 0,4; 1,0 и 2,0 мл, что соответствует 0,1; 0,2; 0,4; 1,0 и 2,0 мкг дикамбы. Из пробирок на горячей водяной бане или слабым током воздуха полностью отгоняют растворитель. К сухому остатку пипеткой одновременно с рабочей пробой добавляют по 2 мл раствора диазометана. Через 10÷15 мин эфир и диазометан отдувают слабым током воздуха. К сухому остатку пипеткой добавляют 4 мл гексана. Пробирку закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно обмывают растворителем. Параллельно с рабочей пробой в хроматограф вводят по 2 мкл полученных растворов. Расчет проводят по стандартному

раствору, высота пика которого наиболее близка к высоте пика рабочей пробы.

2.7.3. Определение тонкослойной хроматографией

На пластинку силуфол или сорбфил микрошприцем на 100 мкл или микропипеткой с оттянутым концом наносят 100 мкл (0,1 мл) полученного раствора. Справа и слева от рабочей пробы таким же образом наносят серию стандартных растворов дикамбы (1, 2, 3, 4, 5, 6 мкг). Необходимо следить, чтобы диаметр пятна наносимого раствора не превышал 0,5 см.

После высушивания пятен пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до начала хроматографирования был налит подвижный растворитель. На пластинках силуфол хроматограмму развивают в системе подвижных растворителей хлороформ–уксусная кислота (40 : 1) или хлороформ–этилацетат–уксусная кислота (15 : 15 : 1); на пластинках сорбфил – сначала в системе хлороформ–ацетон (3 : 1), а затем, после высушивания хроматограммы, в системе хлороформ–уксусная кислота (20 : 1). После развития хроматограмму высушивают на воздухе, а затем из пульверизатора сначала обрабатывают проявляющим реагентом, а затем помещают под лампу УФ света на 3 мин. Дикамба проявляется на пластинке в виде коричневых пятен на светло-сером фоне с R_f 0,25 ± 0,05. Линейный диапазон определения 1—6 мкг. Пятна стабильны в течение одного часа, после чего фон темнеет.

2.8. Обработка результатов анализа

2.8.1. При ГЖХ определении

Содержание дикамбы в анализируемой пробе (X) в мг/кг, мг/л, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \cdot H_{рп} \cdot V}{H_{ст} \cdot V_a \cdot P}, \text{ мг/кг, мг/л, где}$$

$C_{ст}$ – количество стандарта, введенного в хроматограф, нг;

$H_{рп}$ – высота пика рабочей пробы, мм;

$H_{ст}$ – высота пика стандарта, мм;

V – общий объем рабочего раствора, мл;

V_a – объем аликвоты, вводимой в хроматограф, мкл;

P – навеска анализируемого образца в г, или объем анализируемой воды в мл.

Если при введении в хроматограф получаются слишком большие пики или происходит зашкаливание, к рабочему раствору пипеткой до-

бавляют замеренное количество гексана и анализируют более разбавленный раствор.

2 8 2 При ТСХ определении

Количественное определение дикамбы в пробе проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен рабочей пробы и серии стандартов.

Содержание дикамбы в анализируемой пробе (X) в мг/кг, мг/л вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V}{V_a \cdot P}, \text{ мг/кг, мг/л, где}$$

C – количество дикамбы, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

V – общий объем рабочего раствора, мл;

V_a – объем аликвоты, отобранный для хроматографирования, мл;

P – навеска анализируемого образца в г или объем анализируемой воды в мл.

3. Требования безопасности

Соблюдать требования безопасности, принятые для работы с пестицидами, легковоспламеняющимися жидкостями, в частности с диэтиловым эфиром.

Полное отсутствие открытого огня в лаборатории!!!

Соблюдать «Правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР» № 2455–81 от 20.10.81, а также меры предосторожности при работе с ядовитым и взрывоопасным диазометаном.

4. Разработчики

Г. Ф. Бельская, К. Ф. Новикова, Г.А. Козырева, ФГУП ВНИИХСЗР, г. Москва.

gost.e-ecolog.ru