

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАЩЕНИЯ СССР

**Всесоюзный научно-исследовательский институт
гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров
и пластических масс**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ
СРЕДЫ И В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ**

СБОРНИК МЕТОДИЧЕСКИХ УКАЗАНИЙ И РЕКОМЕНДАЦИЙ

К И Е В - 1 9 9 0 г.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государствен-
ного санитарного врача СССР

Е. И. ЧИЗУРАЕВ

" 8 " ИЮНЯ 1989 г.

№ 4994-89

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ В ОДНОЙ ПРОБЕ
ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ И ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ,
ПРИМЕНЯЕМЫХ НА ТОМАТАХ, ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

1. Краткая характеристика препаратов
Физико-химические свойства и МДУ фосфо органических (ФОП)
и хлороорганических пестицидов (ХОП), применяемых на томатах,
приведены в таблице I.1.

2. Методика определения в томатах и томатной пасте ФОП и
ХОП, применяемых на томатах.

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода




Метод основан на извлечении смеси ХОП и ФОП, применяемых
на томатах, из единой пробы томатов или томатной пасты водным
апетомом, перераспределения в хлороформ, разделении экстракта
на 2 равные части, ~~разделение экстракта~~ в одной из которых
определяют ФОП в другой - ХОП путем сочетания хромато-энзимного
метода (ТСХЭ), газожидкостной (ГЖ), тонкослойной хроматогра-
фии (ТСХ) и различных способов очистки экстрактов, как пока-
зано на схеме (рис. 2.1.).

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Метрологическая характеристика метода приведена в табл. 2.1.

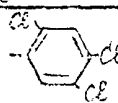
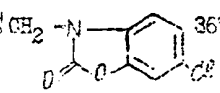
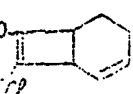
Таблица I.I.

Характеристика анализируемых пестицидов

№ : Пестицид ПП : (синонима) :	Структурная формула	: Мол. : : масса : : : :	: Трип : O ₂ : : : мм.рт.ст :	: Тпл. : O ₂ : : :	: Растворимость :			: МДУ, мг/кг	
					: вода, : мг/л :	: орг. : : раств. :	: СССР : : страны- : члены СЭВ		
I :	2 :	3 :	4 :	5 :	6 :	7 :	8 :	9 :	10 :
1. Актеллик (пиримифос-метил, блекс)	$(\text{CH}_3\text{O})_2\text{P}(=\text{S})-\text{O}-\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_2-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ 	305,4			-	5		0,2	
2. Базудин (диазинон)	$(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}(=\text{S})-\text{O}-\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ 	314,4	89 (0,1)		-	40	ап., хлф, бенз., ДЭБА	0,5	
3. ДДФФ (дихлорфос)	$(\text{CH}_3\text{O})_2\text{P}(=\text{S})-\text{O}-\text{C}(\text{H})=\text{CCl}_2$	221,0	35 (0,05)		-	10000	ап., хлф, бенз., мет.	~	0,1
4. Карбофос (малатион)	$(\text{CH}_3\text{O})_2\text{P}(=\text{S})-\text{S}-\text{C}(\text{H})(\text{O}_2\text{C}_2\text{H}_5)_2$ 	330,4	156- 157 (0,7)		-	150	ап., хлф, эт. и др.	0,5	2,0


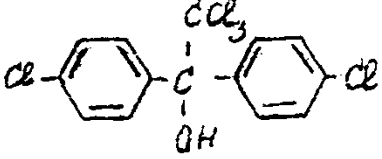
13-

Продолжение таблицы I.I.

I :	2 :	3 :	4 :	5 :	6 :	7 :	8 :	9 :	10 :
5. Трихлормета- фос-3	$\begin{array}{l} \text{CH}_3\text{O} \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} \begin{array}{l} \diagup \\ \text{P} \\ \diagdown \\ \text{H} \\ \text{S} \end{array} \text{O}$		335,6	127 133 (0,15)	-	тр.р.	ап., хлф., мет., ст., дкс	1,0	-
6. Фозалон (бензофосфат, золон)	$(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2 \begin{array}{l} \text{P} \\ \text{H} \\ \text{S} \end{array} \text{O}$		367,8	-	47,5- 48	10	ап., хлф., мет.	0,2	-
7. Фосфамид (розор, диметозат)	$(\text{CH}_3\text{O})_2 \begin{array}{l} \text{P} \\ \text{H} \\ \text{S} \end{array} \text{O}$	$\text{O}-\text{CH}_2\text{SO}_2\text{NHC}_2\text{H}_5$	229,2	-	49,9- 50,9	3900	ап., хлф., дкс, мет.	0,4	-
8. Хлорофос (трихлорфон)	$(\text{CH}_3\text{O})_2 \begin{array}{l} \text{P} \\ \text{H} \\ \text{O} \end{array} \text{O}$	$\text{O}-\text{C}(\text{Cl})_2-\text{CH}_3$	257,5	-	83- 84	12300	ап., хлф., бенз.	0,1	0,2
9. Хастаквик (гептенофос)	$(\text{CH}_3\text{O})_2 \begin{array}{l} \text{P} \\ \text{H} \\ \text{O} \end{array} \text{O}$		250,5	90- 91 (0,02)	-	2,2	ап., хлф., мзз., н-деко.	0,1	-

-774-

Продолжение таблицы I.I.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
<u>XIII</u>									
1. Дилор (β-дигидро- гептахлор)		375,3	-	135- 137	0,0014	ац., хлф., бенз., ДМФА	0,2	-	
2. Кельтан (диноксол)		370,5	104- 105	-	н.р.	н-гекс., I, O ац., хлф., бенз.		-	

2.1.3. Избирательность метода

Как показано на схеме (рис.2.1.) применение различных способов очистки экстрактов, а также сочетание хроматографических методов с использованием различных фаз, детекторов и проявляющих реагентов позволяет идентифицировать при совместном присутствии перечисленные в таблице I.1, ФОП и ХОП, применяемые на томатах.

2.2. Реактивы и растворы

Для экстракции и очистки экстрактов

Ацетон, ч., ГОСТ 2603-79

n-Гексан, ч., х.ч., ТУ 6-09-3375-78

Четыреххлористый углерод, х.ч., чда, ГОСТ 20288-81

Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74

Натрий серноокислый безводный чда, свеженепокаленный, ГОСТ 4166-76

Вата гигроскопическая, обезжиренная эфиром

Фильтры бумажные "красная лента"

Серная кислота конц., ГОСТ 4204-77

Уголь активированный ОУ-А

Для хромато-энзимного определения (ТСХЭ) см. "Методические указания по определению пестицидов", 1981, часть XI, стр.109

Для ГЖХ

Неподвижные фазы:

- 5% SE-30 на хроматоне N-AW-НМД S (0,16-0,20 мм), Хемапол, ЧССР

- 3% OV-17 на хромосорбе WHP (100/120 меш)

- I, 5% OV-17 + I, 9% SE-30 на хроматоне N-AW-НМД S (0,16-0,20 мм)

Хемапол, ЧССР

Азот особой чистоты, содержание O₂ не более 0,003%, ГОСТ 9293-74

Водород из баллона

Воздух из баллона или нагнетаемый компрессором

Для ТСХ

Пластинки Силуфол, "Хемапол", ЧССР

Серебро азотнокислосе, х.ч., ГОСТ 1277-75

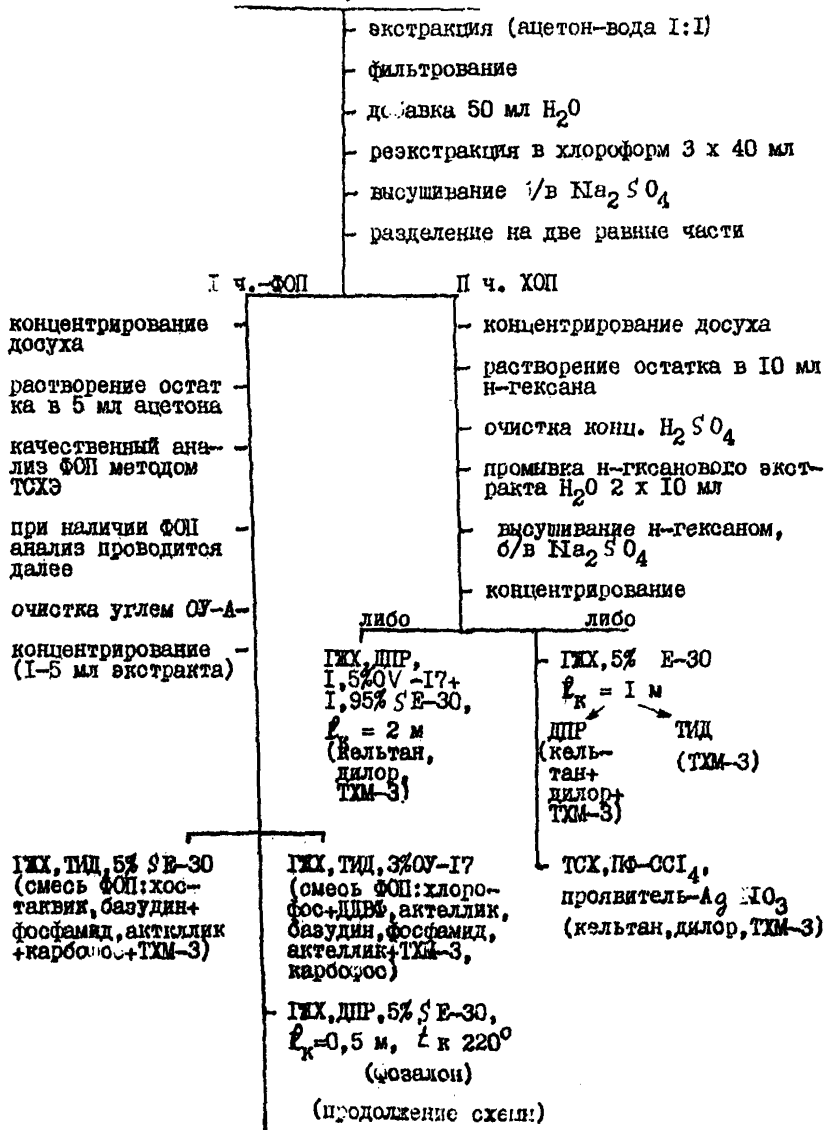
Аммиак водный 25%-ный, чда, ГОСТ 3760-79

4-п(нитробензилпиридин), ч., ТУ 6-09-15-93-74

Тетраэтиленпентамин, ч., ТУ 6-09-05-804-79

СХЕМА АНАЛИЗА ФОП И ХОП, ПРИМЕНЯЕМЫХ НА ТОМАТАХ

Томаты (100 г), томатная паста (20 г)



Продолжение схемы

концентрирование до $\sim 0,3$ мл
ТСХ, ПЭ-и-гексан-ацетон 3:1,
проявитель: 4-п(нитробензил-
пиридин) с ТЭНА

(хлорофос, ДДВФ + фоофамид, хостахвик;
карбофос + фозалон, базудин, актеллик,
ТММ-3)

Таблица 2.1.

Метрологическая характеристика методов определения ФОП и ГОП, применяемых на поматах

Пестицид	Томаты			Томатная паста		
	Предел обнаружения, мг/кг		% определено	Предел обнаружения, мг/кг		% определено
	ГОХ	ГОХ		ГОХ	ГОХ	
Актеллик	0,05	0,0075	82 \pm 4,0	0,25	0,05	72 \pm 1,9
Басудин	0,02	0,0005	72 \pm 3,7	0,10	0,003	73 \pm 5,2
ДЦРР	0,05	0,0025	79 \pm 6,7	0,25	0,012	72 \pm 3,8
Карбофос	0,02	0,03	78 \pm 3,9	0,10	0,15	71,5 \pm 5,0
Трихлормета- фос-3	0,05 (0,02 ^{x/})	0,006	94,5 \pm 6,6	0,25 (0,1 ^{x/})	0,03	78 \pm 6,0
Фосалон	0,05	0,004	84,5 \pm 5,2	0,25	0,02	79 \pm 1,3
Фосфам д	0,02	0,02	84 \pm 4,3	0,10	0,10	79 \pm 10,1
Хлорофос	0,02	0,0025	82 \pm 5,0	0,10	0,012	72 \pm 4,3
Хостаккик	0,02	0,0005	97,5 \pm 3,2	0,10	0,003	82,5 \pm 6,6
Дилор	0,01 ^{x/}	0,0002	92 \pm 4	0,05 ^{x/}	0,001	94,5 \pm 2
Кельган	0,01 ^{x/}	0,0002	93 \pm 3	0,05 ^{x/}	0,001	94,5 \pm 1,7

^{x/} проявление реактивом на основе Ag₂NiO₃, для остальных 4-(п-нитробензилпиридин) с Т.А.А

Проявляющие реагенты:

№1 а) 1%-ный 4-(п-нитробензил)-пиридин в ацетоне:

б) 10%-ный тетраэтиленпентамин в ацетоне.

№2 0,5 г в отношении серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, прибавляют 0,5 мл аммиака и доводят ацетоном до 100 мл.

Все реагенты готовят перед употреблением.

Фосфорорганические пестициды: актеллик, базудин, ДДВФ, ТХМ-3 карбофос, хостаквик, фозалон, фосфамид, хлорофос

Хлорорганические пестициды: дилор, кельтан.

Основные стандартные растворы каждого пестицида в ацетоне 1000 мкг/мл. Хранят в холодильнике в течение 6 месяцев.

Из основных стандартных растворов (ОСР) готовят рабочие смеси (РС) ФОП и ХОП для ТСХ и ГХХ:

- №1 - рабочая смесь ФОП для ТСХ - взять по 2,5 мл из ОСР каждого пестицида внести в мерную колбу на 25 мл и довести до метки ацетоном. Содержание каждого пестицида в смеси 100 мкг/мл
- №2 - рабочая смесь ФОП для ГХХ - взять 0,5 мл ОСР актеллика, 0,5 мл ОСР базудина, 0,5 мл ОСР ДДВФ, 0,5 мл ОСР трихлорметафоса-3, 0,5 мл ОСР фозалона, 0,5 мл ОСР карбофоса и довести смесь ацетоном до 100 мл. Содержание в смеси актеллика, базудина, ДДВФ, трихлорметафоса-3, фозалона, хлорофоса - по 0,5 мкг/мл, содержание фосфамида и карбофоса по 5,5 мкг/мл.
- №3 - рабочая смесь ХОП для ГХХ - взять по 0,5 мл ОСР дилора и кельтана и довести до 10 мл н-гексаном. Содержание каждого по 50 мкг/мл
- №4 - рабочая смесь ХОП для ГХХ - взять 0,2 мл смеси ХОП №3 и довести до 100 мл н-гексаном. Содержание каждого пестицида 0,1 мкг/мл
- №5 - стандарт ТХМ-3 (для ТСХ анализа ГХХ) - взять 0,5 мл ОСР ТХМ-3 и довести до 10 мл н-гексаном.

2.3. Приборы и посуда

Хроматограф марки "Цвет" или аналогичный с ДПР (ЭЗД) и ТИД
Прибор для отгонки растворителей (ротационный вакуумный
испаритель типа ИР-1М, ТУ 25-11-917-76)

Аппарат для встряхивания колб типа АВУ-60, ТУ 64-1-2451-78

Колбы мерные вместимостью 25, 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы конические вместимостью 50, 100, 250 мл, ГОСТ 10394-72

Колбы грушевидные вместимостью 50 мл ОКШ 50-14/23ТС,
ГОСТ 10384-72

Воронки химические, ГОСТ 8613-75

Делительные воронки на 50, 250, 500 мл, ГОСТ 8613-75

Пробирки мерные на шпирях, вместимостью 5 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки на 0,1; 0,2; 1; 5; 10 мл, ГОСТ 1770-74

Микрошприцы на 10 мкл МШ-10, ТУ 5Б-2.833,024

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Отбор проб

Отбор, хранение и доставка проб производится 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 №2051-79 от 21.08.79.

2.5. Описание определения

2.5.1. Экстракция

К 100 г измельченных томатов (20 г гасты) прибавить 100 мл (50 мл) смеси ацетон-вода 1:1 и экстрагировать в течение 30 минут на аппарате для встряхивания. Экстракт слить в делительную воронку, фильтруя через вату, остаток в колбе промывать дважды по 20 мл смесью ацетон-вода 1:1 и присоединить к экстракту. Прибавить к экстракту 50 мл H_2O и экстрагировать хлороформом 3 x 40 мл, осторожно встряхивая. Хлороформ не экстрактировать через фильтр "красная лента" с насыщенным на него слоем 6/8 сульфата натрия. Разделить экстракт на две равные части: одна для определения ФОН, другая - ХОН.

2.5.2. Определение ФОП

2.5.2.1. Предварительная идентификация. 1/2 часть экстракта упарить до $\sim 0,5$ мл под вакуумом на ротационном испарителе при температуре бани не более 45°C . Остаток упарить досуха при комнатной температуре. Остаток растворить в 5 мл ацетона и провести предварительную идентификацию ФОП хромато-энзимным методом по "Унифицированной методике определения остаточных количеств фосфорорганических пестицидов №3222-85 от 11.3.85 г.". Если хромато-энзимным методом установлено наличие ФОП, анализ проводят далее.

2.5.2.2. Очистка экстракта

Ацетон (5 мл) из экстракта упарить досуха. К сухому остатку прибавить 2 мл смеси бензол-ацетон 1:3 и 0,1 г угля ОУ-А, встряхнуть 2-3 минуты, отфильтровать через фильтр "красная лента", промыть уголь несколько раз смесью растворителей (бензол-ацетон 1:3), общий объем 30 мл. Упарить экстракт до 0,5 мл, довести точно до 1-5 мл ацетоном.

2.5.2.3. ГЖХ ФОП

Детектор термийонный ТМД

Ввод проб в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану

Шкала электрометра $2 \cdot 10^{-10}$ а

Скорость бумаги 240 мм/час

Стандартный раствор - смесь ФОП №2 (2-5 мкл)

Вводимый объем пробы 2-5 мкл

Длина колонки 1 м

Диаметр колонки 3 мм

Скорость газа-носителя азота 23 мл/мин

Скорость водорода 14-17 мл/мин

Скорость воздуха 400 мл/мин

Фаза - 5% SE-30 на хроматоне KI-AW-НМДС', при использовании этой фазы: t колонки- 190°C , t испарителя- 210°C

Фаза 3% OV-17 на хромосорбе W/HP, при использовании этой фазы t кол. - 180°C , t исп. - 210°C

Для определения фозалона - ДПР, колонка стеклянная 0,5 м
фаза 5% SE-30 на хроматоне N-AN-НМС, t кол. 220°C,
 $t_{и}$ - 230°C, $t_{д}$ - 240°C.

Для всех ФОП время удерживания относительно метафоса при
различных условиях хроматографирования приведены в таблице 2.2.

2.5.2.4. ТСХ ФОП

После очистки (п.2.5.2.2.) экстракт упарить до 0,3 мл.
Слой на пластинке "Силуфол" разделить на полосы шириной 20 мм
вдоль линии движения растворителя. На одну из полосок в точ-
ку на расстоянии 1,5 см от нижнего края нанести количественно
пробу ополаскивая колбу эфиром. Слева и справа от пробы нанес-
ти РС ФОП №1 в количестве 0,05-0,2 мл. Поместить пластинку
в камеру, содержащую смесь растворителей гексан-ацетон 3:1.
После развития хроматограммы и высушивания на воздухе пластин-
ку обработать проявляющим реагентом №1, сначала раствором "а",
прогреть в сушильном шкафу при 150°C в течение 10 мин и об-
работать реагентом "б". Исследуемые пестициды проявляются в
виде синих пятен (базудин красный) на белом фоне. Величины
 R_f приведены в таблице 2.3.

2.5.3. Определение ХОП

2.5.3.1. Очистка экстракта

1/2 часть экстракта (п.2.5.1) упарить под вакуумом на
ротационном испарителе при температуре бани не более 45°C.
Остаток упарить досуха при комнатной температуре. Сухой оста-
ток перенести в делительную воронку 10 мл н-гексана, прибавить
в воронку 5 мл концентрированной серной кислоты и осторожно
встряхнуть несколько раз. Отделить органический слой и повто-
рить обработку серной кислотой до тех пор, пока кислота не
станет бесцветной. Экстракт промыть дистиллированной водой
2 x 10 мл. Н-гексановый экстракт перенести в колбу для отгон-
ки растворителей, сливая через слой Ca_2O_4 на воронке.
Промыть ^{слой на воронке} н-гексаном 2 x 5 мл, присоединить слитый к экот-
ракту. Упарить растворитель на ротационном испарителе при
температуре бани не более 45°C до ~ 0,5 мл, довести точно до
1-2 мл н-гексаном. Из исследуемых ФОП при очистке серной кис-
лотой остается ТХМ-3.

Таблица 2.2.

Время удерживания ФОП и ХОП при различных условиях хроматографирования

№ Пестицид	ТИД				ДПР					
	5% SE-30, $L_k=1$ м, $t_k=190^\circ$		3% ОУ-17, $L_k=1$ м, $t_k=180^\circ$		5% SE-30, $L_k=1$ м, $t_k=190^\circ$		5% SE-30, $L_k=0,5$ м, $t_k=220^\circ$		5% ОУ-17, $L_k=2$ м, $t_k=190^\circ$	
	$t_{уд}^A$	линейный диапазон: отн.	$t_{уд}^B$	линейный диапазон: отн.	$t_{уд}^B$	линейный диапазон: отн.	$t_{уд}^B$	линейный диапазон: отн.	$t_{уд}^B$	линейный диапазон: отн.
	р ^{x/}	нг	нг	нг	нг	нг	нг	нг	нг	нг
1. Хлорофос	р ^{x/}	-	0,07 ^{xx/}	0,5-8	с раст.	-	р	-	-	-
2. ДДВФ	р	-	0,07 ^{xx/}	0,5-8	с раст.	-	р	-	-	-
3. Хостаквик	0,38	0,02-1	0,27	0,2-8	0,56	2-10	р	-	-	-
4. Базудин	0,71	0,02-1,0	0,53	0,1-2,5	0,76	0,05-2	р	-	-	-
5. Фоссамид	0,84	0,5-10	0,72	5-80	0,91	10-250	р	-	-	-
6. Актеллик	1,36	1-15	1,05	3-30	-	-	р	-	-	-
7. Трихлорметафос-3	1,37	3,02-1	1,04	0,1-4	0,95	0,05-2	р	-	1,93	0,5-9
8. Карбофос	1,47	5-10	1,38	10-300	1,6	1-10	р	-	4,2	5-80
9. Фозалон	5,5	10-100	-	-	3,02	4-90	2,8	0,1-2	-	-
10. Дэлор	-	-	-	-	1,04	0,01-0,3	р	-	0,75	0,05-2
11. Нельтан	-	-	-	-	1,04	0,01-0,4	р	-	1,07	0,1-3
12. Метафос	1,0	0,1-3	1,0	1-10	1,0	0,5-10	р	-	1	0,2-7

Примечание: Время удерживания указано относительно времени удерживания метафоса: а/ $t_{уд}$ метафоса 4,6 мин; б/ $t_{уд}$ метафоса 16,6 мин; в/ $t_{уд}$ метафоса 2,15 мин; г/ $t_{уд}$ метафоса 7 мин. х/ "р" - пик выходит с растворителем.

xx/ Для идентификации и количественного определения хлорофоса к ДДВФ оптимальна температура колонки 130°, испарителя 180°С.

- 48

Таблица 2.3.

Величины R_f исследуемых ФОИ и ХОИ в различных подвижных фазах

№ : Пестицид пш:	R_f в ИС			
	: Хлороформ:	CCl_4	: гексан- : : ацетон :	: н-гексан
:	:	:	: 3:1 :	:
I. Хлорофос	0,09	0	0,08	0
2. Фосфамид	0,15	0	0,15	0
3. ДЦФ	0,27	0	0,16	0
4. Базудин	0,30	0	0,51	0
5. Хостаквик	0,34	0	0,24	0
6. Карбофос	0,43	0	0,34	0
7. Актеллик	0,58	0	0,55	0
8. Фозалон	0,69	0	0,36	0
9. Трихлорметафос	0,95	0,45	0,74	0,06
10. Кельтан	0,86	0,20	-	0,05
11. Дилор	1,0	0,85	-	0,3

2.5.3.2. ГЖХ ХОП

Детектор ДПР (ЗЗД)

Ввод проб в хроматограф через самоуплотняющую мембрану

Шкала электрометра $20 \cdot 10^{-12} \text{ а}$

Скорость бумаги 240 мм/час

Скорость газа-носителя азота 60 мл/мин

Скорость продувочного газа 150 мл/мин

Стандартный раствор — смесь ХОП №4 (2–5 мкл)

Объем вводимой пробы 2–5 мкл

Фаза 5% S E-30 на хроматоне N-AW-НМД^С, при использовании этой фазы: длина колонки 1 м, диаметр 3 мм, t кол. 190° , t дет. 230°С , t исп. 210°С

Фаза смешанная: 1,5% ОУ-17+1,95% S E-30 на хроматоне N-AW-НМД^С, при использовании этой фазы: длина колонки 2 м, диаметр 3 мм, t кол. 190° , t дет. 230°С , t исп. 210°С .

Для ХОП и ФОП определяемых при этом способе очистки время удерживания относительно метафоса приведено в табл. 2.2.,

2.5.3.3. ТСХ ХОП

После очистки (п. 2.5.3.1.) экстракт упарить до 0,3 мл. На пластинку "силуфол" нанести проу (см. п. 2.5.2.4.), ополоскивая колбу н-гексаном. Справа и слева от пробы нанести РС ХОП №3 в количестве 0,05–0,2 мл и в эти же точки нанести стандартный раствор ТХМ-3 (р-р №5)–0,05–0,2 мл). Поместить пластинку в камеру, содержащую подвижную фазу — четыреххлористый углерод. После развития хроматограммы и высушивания пластинки на воздухе, пластинку обработать проявляющим реагентом №2 и поместить на 10 мин под УФ-свет (лампа ПРК-4) на расстоянии 20 см от источника света. Исследуемые пестициды появляются в виде темных пятен на светлом фоне. Величины R_f приведены в таблице 2,

2.6. Обработка результатов анализа

2.6.1. ГЖХ

Идентифицируют обнаруженные пестициды по времени удерживания (см. табл. 2.2.). Количественное определение продолжают методом соотношения со стандартами по высоте хроматографических пиков

Содержание каждого пестицида в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C_{\text{ст}} \cdot V_{\text{с}} \cdot H_{\text{пр}} \cdot V}{H_{\text{ст}} \cdot V_{\text{а}} \cdot P} \quad \text{мг/кг, где}$$

$C_{\text{ст}}$ - концентрация пестицида в стандартном растворе, вводимом в хроматограф, мг/мл;

$V_{\text{с}}$ - объем стандартного раствора, введенного в хроматограф, мл;

$H_{\text{ст}}$ - высота пика стандартного раствора, введенного в хроматограф, мм;

$H_{\text{пр}}$ - высота пика исследуемого раствора, мм;

$V_{\text{а}}$ - объем экстракта введенного в хроматограф, мл;

V - объем анализируемого экстракта

P - масса образца, взятого для анализа, г.

2.6.2. ТСХ

Идентифицируют обнаруженные пестициды по величинам R_f (см. табл. 2.3). Количественное определение проводят сравнением размера и интенсивности окраски пестицида из пробы с пятнами стандартного раствора. Расчет содержания каждого пестицида в анализируемой пробе производят по формуле:

$$X = \frac{A}{P} \quad \text{мг/кг, где}$$

A - количество пестицида в анализируемой навеске, мкг;

P - масса образца, взятого для анализа, г.

3. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования при работе в химических лабораториях с органическими растворителями и токсическими веществами.

4. Разработчики

Письменчал М. В., Клисенко М. А. (ВНИИТИНТОКС, г. Киев).