

**Министерство сельского хозяйства  
Российской Федерации**

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

## **МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**

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

**Сборник № 21  
Часть 1-ая**

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

Министерство сельского хозяйства  
Российской Федерации

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

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

Сборник № 21  
Часть 1-ая

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

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

Редакционная коллегия:

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

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

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

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

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

## ОГЛАВЛЕНИЕ

### Хлорорганические пестициды

стр.

1. Методические указания по групповой идентификации хлорорганических пестицидов и их метаболитов в биоматериале, продуктах питания и объектах окружающей среды методом адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографией.  
29 июля 1991г. № 6129-91.....9..
2. Временные методические указания по определению модауна в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии.  
29 июля 1991г, № 6109-91.....18..

### Фосфорорганические пестициды

3. Методические указания по определению бициклада в растительном материале хроматографией в тонком слое.  
29 июля 1991г, № 6113-91.....26...
4. Временные методические указания по определению офтанола-Т (по изо-фенфосу) в воде, почве, зерне и семенах сахарной свеклы.  
29 июля 1991г, № 6105-91.....31...
5. Временные методические указания по определению метаболитов ФОП, производных тио- и дитиофосфорных кислот в биоматериале методом тонкослойной и газожидкостной хроматографии.  
29 июля 1991г, № 6072-91.....36....
6. Методические указания по определению метаболитов фосамида в биологических средах методом тонкослойной хроматографией.  
29 июля 1991г, № 6133-91.....48....
7. Методические указания по определению этримфоса в зерновых культурах методом газожидкостной хроматографии.  
29 июля 1991г, № 6129-91.....57....
8. Методические указания по газохроматографическому определению остаточных количеств этамона в столовой и сахарной свекле, зеленой массе

растений и почве.

29 июля 1991г, № 6094-91.....62.....

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

29 июля 1991г, N 6132-91.....70....

#### Пиретроиды

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

29 июля 1991г, N 6070-91,.....85.....

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

29 июля 1991г. N 6093-91.....91....

12. Временные методические указания по определению сумм-с в биологическом материале методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6101-91.....103....

#### Гетероциклические соединения

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

29 июля 1991г, N 5371-91.....110.....

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

29 июля 1991г, N 6131-91.....123....

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

тодом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6139-91.....131....

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

29 июля 1991г, N 6079-91.....136.....

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

29 июля 1991г, N 6078-91.....143.....

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

29 июля 1991г. N 6077-91.....149.....

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

29 июля 1991г, N 6100-91.....155....

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

29 июля 1991г, N 6111-91.....162.....

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

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

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

8 июня 1989г, N 5009-89.....174....

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

29 июля 1991г, N 6102-91.....182...

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

29 июля 1991г, N 6107-91.....191...

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

29 июля 1991г, N 6273-91.....199...

#### Нитрофенолы и их производные

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

4 октября 1988г, N 4707-88.....210...

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

29 июля 1991г, N 6125-91.....215..

#### Производные мочевины и карбаминовой кислоты

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

29 июля 1991г, N 6075-91.....222..

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

29 июля 1991г. N 6097-91.....228.

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

29 июля 1991г, N 6115-91.....240.

#### Алканкарбоновые кислоты и их производные

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

29 июля 1991г, N 6128-91.....247..

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

29 июля 1991г. N 6127-91.....253..

Прочие пестициды

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

29 июля 1991г, N 6110-91.....260..

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

29 июля 1991 г, N 6096-91.....265...

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

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

29 июля 1991г, N 6138-91.....272....

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

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

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

29 июля 1991г, N 6134-91.....281.....

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

29 июля 1991г. N 6082-91.....285.....

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

29 июля 1991г, N 6090-91.....289.....



6. Методические указания по измерению концентраций оксиме дикабом в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.  
29 июля 1991г, N 6117-91.....295.....
7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций диоксидов азота и диоксида азота в воздухе рабочей зоны.  
29 июля 1991г, N 6154-91.....300.....
8. Методические указания по измерению концентраций  $C_7$ -  $C_9$  - эфиров 2,4-ДМ; 2,4-Д и 2,4,5 - ТП- кислот в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.  
29 июля 1991г, N 6119-91.....308.....
9. Временные методические указания по измерению концентраций дуала в воздухе рабочей зоны методом фотометрии, тонкослойной и газожидкостной хроматографии.  
29 июля 1991 г, N 6086-91.....314.....
- 10 Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций кентавра в воздухе рабочей зоны  
29 июля 1991 г, N 6085-91.....323.....
11. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций люндакса в воздухе рабочей зоны.  
29 июля 1991г, N 6104-91.....329.....
12. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-нитро-о-ксилола и 3-нитро-о-ксилола в воздухе рабочей зоны.  
29 июля 1991г, N 6116-91.....334.....
13. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций омайта в воздухе рабочей зоны.  
29 июля 1991г, N 6269-91.....339.....
14. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций офтанола-Г (по изофенфосу) в воздухе рабочей зоны  
29 июля 1991г, N 6087-91.....344.....

15. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-родан-2-нитроанилина в воздухе рабочей зоны.  
29 июля 1991г, N 6118-91.....349.....
16. Временные методические указания по измерению кооцентраций тиади-зола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии  
29 июля 1991г, N 6084-91.....354.....
17. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций тотрила в воздухе рабочей зоны.  
29 июля 1991г, N 6089-91.....358.....
18. Временные методические указания по измерению концентраций фолликура в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии  
29 июля 1991г, N 6112-91.....362.....
19. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций физилада в воздухе рабочей зоны.  
29 июля 1991г, N 6088-91.....369.....
20. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций харелли в воздухе рабочей зоны.  
29 июля 1991г, № 6071-91. ....373.....
21. Временные методические указания по измерению концентраций экспромта в воздухе методом газожидкостной хроматографии  
29 июля 1991г, № 6081-91.....378.....
22. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций эллипса в воздухе рабочей зоны.  
29 июля 1991г, № 6083-91.....383.....
23. Методические указания по измерению концентраций эфала в воздухе рабочей зоны фотометрическим и газохроматографическим методом.  
29 июля 1991г, № 6120-91.....387.....

## ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждено Министерством  
здравоохранения СССР

" 29" июля 1991 г

№ 6133-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МЕТАБОЛИТОВ ФОСФАМИДА  
В БИОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ  
(Дополнение к методическим указаниям № 4323-87 от 08.06.87 г)

1. Краткая характеристика

Фосфамид (рогор, БИ-58) в организме теплокровных животных и человека образует продукты превращения :

0,0 -диметил -S - карбонилметилдитиофосфат (диметоат-карбоновая кислота, температура плавления 42 °С)

0,0-диметил -S-карбометоксиметилдитиофосфат, температура кипения 98-99 °С при 6,7 Па,  $n_d^{20}=1,5200$

0,0-диметилдитиофосфорная кислота, температура кипения 52-55 °С при 10,66 Па,  $n_d^{20}=1,5340$

0,0-диметилтиофосфорная кислота,  $n_d^{20}=1,4800$

0,0-диметилфосфорная кислота, температура кипения 79-80 °С при 0,13 Па,  $n_d^{20}=1,4082$

Указанные метаболиты могут образовываться при метаболизме других пестицидов, сходных по химическому строению с фосфамидом.

Метаболиты хорошо растворимы в органических растворителях, в том числе в ацетоне, этаноле, хлороформе, этилацетате и др.

---

Разработчик : Л.Г.Александрова, КНИИГТ и ПЗ, г.Киев

2. Методика определения метаболитов фосфамида в биологических средах (ткани внутренних органов, кровь, моча)

### 2.1. Основные положения

#### 2.1.1. Принцип метода

Метод основан на экстракции метаболитов фосфамида из биологических сред органическим растворителем (хлороформ или этилацетат), очистке полученных экстрактов и последующем определении методом тонкослойной хроматографии. Хроматографирование исследуемых соединений проводят в подвижных фазах на основе ацетона, включающих малополярные и полярные растворители. Проявление на хроматограммах с помощью проявляющих реагентов: 2,6-дибром-N-хлорхинонимина, а также 4-(п-нитробензил)пирридина с последующей обработкой тетраэтиленпентамином.

#### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода приведена в таблице №1

#### 2.1.3. Избирательность метода

В условиях двумерной хроматографии после 1 хроматографирования их указанной выше смеси метаболитов + фосфамид разделяются фосфамид, "диметат-карбоновая кислота" и 0,0-диметилкарбметилдитиофосфат, а после 11 хроматографирования разделяются 0,0-диметилфосфорная кислота и (или) 0,0-диметилтиофосфорная кислота (или 0,0-диметилдитиофосфорная кислота).

Последние две кислоты, если не присутствуют одновременно в пробе, отличаются окраской зоны локализации при взаимодействии с 2,6-дибром-N-хлорхинониминном.

Определению не мешают пестициды, которые могут присутствовать в пробе (с учетом технологии возделывания с/х культур)-диазинон, циклоат, эптам, метоксиклор, линдан.

## 2.2. Реактивы и растворы

0,0- диметил-S-карбонилметилдитиофосфат ("диметоат-карбоновая кислота", метаболит N1)

0,0- фосфорная кислота, х.ч. (метаболит N2)

0,0- диметилтиофосфорная кислота, х.ч. (метаболит N3)

0,0- диметилдитиофосфорная кислота, х.ч. (метаболит N4)

0,0- диметилкарбометоксиметилдитиофосфат (метаболит N 5)

Фосфамид, хч или товарная форма пестицида (40%-ный или 38%- ный концентрат эмульсии)

Ацетон хч, ГОСТ 2603 -79

Бензол хч, ГОСТ 5955-75

n-Гесан, ч, ТУ 6-09-3375-78

Хлороформ, хч, ТУ 6-09-4263-76

Уксусная кислота хч, ГОСТ 61-75

Дистиллированная вода

Натрий серноокислый безводный чда, ГОСТ 4166-76

2,6-дибром-N-хлорхинонимин, ТУ 6-09-05-63-73 хч, 0,5%-ный раствор в гексане

4-(п-нитробензил) пиридин, ТУ 6-09-15-93-74

Тетраэтиленпентамин, ТУ 6-09-05-804-78

Этилацетат, хч, ГОСТ 22300-76

Натрий лимоннокислый, чда, ГОСТ 22280-78, 5% раствор

Подвижные фазы:

1 хроматографирование : N 1. бензол-этилацетат-ацетон (60:15:25)

N 2. гексан-ацетон-хлороформ (1:1:3) и N 3 бензол-этилацетат-уксусная кислота (50:25:25:2).

11 подвижная фаза: ацетон-вода-этилацетат (4:6:2)

### Проявляющие реагенты:

№ 1 - 2,6 -дибром -N -хлорхинонимин, 0,5%-ный раствор в н-гексане

№ 2 а). 4-(п-нитробензил) пиридин, 2%-ный раствор в ацетоне

б) тетраэтиленпентамин, 10%-ный расвор в ацетоне.

Стандартные растворы исследуемых метаболитов и фосфамида в хлороформе или этилацетате с содержанием вещества 100 мкг/мл. Если стандартный раствор фосфамида готовят из препаративной формы пестицида, то учитывают его процентное содержание в препарате. Срок хранения стандартных растворов до 1 месяца в холодильнике.

### 2.3. Приборы, аппаратура , посуда.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М с набором колб ТУ 25-11-917-76, или аналогичный аппарат для отгонки растворителей

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

Колбы мерные , цилиндры, ГОСТ 1770-74

Термостат

Пипетки, микропипетки, ГОСТ 20292-74

Стаканы, склян и химические емкости 50-100 мл, ГОСТ 25336-82

Воронки химические, ГОСТ 25336-82

Воронки делительные, ГОСТ 25336-82

Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82 (для отгонки растворителей)

Камера для хроматографирования, ГОСТ 25336-82

Камера для опрыскивания пластинок, ГОСТ 25336-82

Пультверизатор стеклянный, ГОСТ 25336-82

Баня водяная, ТУ 64-12350-76

Стеклянные капилляры для нанесения проб на хроматографические пластинки

Хроматографические пластинки "силуфол" размером 15x15 или 20x20 см

Линейка, планиметр, миллиметровая бумага

Измельчитель тканей, МРТУ 42-1505-63 или аналогичный.

#### 2.4. Проведение определения

##### 2.4.1. Экстракция и очистка экстрактов

Ткани внутренних органов (печень, почки, легкие, селезенка, сердце).

Измельченную пробу тканей внутренних органов массой 2 г помещают в склянку с притертой пробкой и приливают 10 мл охлажденного ацетона или этилацетата и встряхивают на холоду в течение 30-40 минут. Затем растворитель отделяют от пробы, фильтруя его через безводный сернокислый натрий (2-3 г) в колбу для отгонки растворителей.

Экстракцию повторяют еще дважды, используя свежие порции растворителя. Объединенный экстракт отгоняют при температуре 40-50<sup>0</sup>С до объема раствора примерно 0,5 мл. Остаток раствора подсушивают безводным сернокислым натрием.

Кровь. Пробу крови 0,5-1 мл вносили в пробирку, смоченную раствором лимоннокислого натрия и приливали 10 мл хлороформа. Экстрагировали на холоду в течение 30 мин. Хлороформ отделяли от пробы, фильтровали через безводный сернокислый натрий (1-2). Экстракцию повторяли еще дважды, используя по 5 мл хлороформа, в течение 10 и 5 минут. Объединенные экстракты вносили в колбу для отгонки растворителей.

Пробу крови можно поместить в ступку, куда насыпается 10г безводного сернокислого натрия и растирается в течение



5 минут. Приливается 15 мл этилацетата и перемешивается содержимое ступки 20 минут. Этилацетат отделяется от массы и фильтруется через фильтр в колбу для отгонки растворителей. Сюда же фильтруется вторая и третья порции экстрагента (по 10 мл, экстракция по 5 минут). Растворитель отгоняется на ротационном испарителе при температуре 45–50<sup>0</sup>С до остатка примерно 0,5 мл. Если остаток получился мутным, то его подсушивают безводным сернокислым натрием. Затем количественно переносят на хроматографическую пластинку.

Моча. 25 мл исследуемой мочи помещают в колбу с притертой пробкой, приливают 2–5 мл хлористого натрия и 10 мл хлороформа или этилацетата. Осторожно встряхивают в течение 30 минут (1 экстракция), 10 минут (2 и 3 экстракция). Органический растворитель отделяют от пробы, объединяют и пропускают через слой безводного сернокислого натрия (до 10 г). Переносят растворитель в колбу для отгона растворителей и отгоняют его до объема 0,5 мл при температуре 70<sup>0</sup>С (50<sup>0</sup>С). Если необходимо, остаток подсушивают безводным сернокислым натрием. Количественно переносят на хроматографическую пластинку.

#### 2.4.2. Хроматографирование

Пробу 0,5 мл количественно переносят на хроматографическую пластинку, нанося ее на высоте 5 см от нижнего края пластинки. Слева и справа от пробы наносят смеси стандартных растворов фосфамида и его метаболитов NN 1–5, содержащие по 1, 2, 5 и 10 мкг каждого вещества. Помещают пластинку в камеру для хроматографирования, куда за 30–50 минут наливают одну из трех подвижных фаз для 1 хроматографирования. После окончания хроматографирования (высота подъема растворителей подвижной фазы 9–10 см) и после улетучивания следов растворителей на расстоянии 1,5 см от линии старта (по высоте) про-

водят горизонтальную линию, параллельную линии старта и отрезают верхнюю часть пластинки. Обрабатывают ее одним из проявляющих реагентов NN 1 или 2. Если применяют ПР N1, то после опрыскивания пластинку помещают в термостат при температуре  $110-120^{\circ}\text{C}$  на 2-3 минуты. Фосфамид и метаболиты N 1 и N 5 проявляются в виде красно-кирпичного цвета пятен, метаболиты M# 2, 3, 4 остались на нижней части пластинки. Если используют ПР M#2, то сначала обрабатывают пластинку раствором 4-(п-нитробензил)пиридина, помещают на 10 минут в термостат при  $110^{\circ}$ , а затем опрыскивают раствором тетраэтиленпентамина. Исследуемые вещества проявляются в виде синих пятен. Фосфамид и метаболиты N 1 и N 5 в подвижной фазе M#1 имеют  $R_f$  равное 0,44 0,51, 0,96 соответственно, в подвижной фазе N2- 0,39 0,28 0,92 в подвижной фазе M#3-0,54, 0,66 и 0,92 соответственно.

Нижнюю часть пластинки поворачивают на  $90^{\circ}\text{C}$  и наносят справа от пробы 2 или три стандартных раствора метаболитов N2, N3, N4. Проводят II хроматографирование в подвижной фазе ацетон-вода-этилацетат (4:6:2:). После поднятия фронта растворителя на 10 см и улетучивания следов подвижной фазы обрабатывают одним из двух проявляющих реагентов, как описано выше. Величина  $R_f$  метаболитов N2, N3, N4 равна 0:0,50 и 0,50. Если метаболиты M#3 и M#4 находятся одновременно в пробе, то они будут определяться суммарно, если же они не присутствуют одновременно, то их можно идентифицировать по окраске пятна: метаболит M#3 имеет желтого цвета пятно, а M#4 - кирпично-коричневого.

## 2.5.Обработка результатов анализа

Содержание метаболитов и фосфамида на хроматограммах проб определяют путем сравнения интенсивности окрашивания пятен и их площади на хроматограммах проб и стандартных растворов. Площадь пятен измеряют с помощью планиметра или промасленной миллиметровой бумаги. Содержание вещества на хроматограмме может быть определено с помощью денситометра.

Для расчета содержания исследуемых веществ в биопробе используют формулу, в которую вносят площадь пятна на хроматограмме стандарта наиболее близкую по размерам к площади пятна на хроматограмме пробы.

Расчет концентрации исследуемого вещества в биопробе проводят по формуле:

$$X = \frac{C_{ст.} \times S_{пр} \times V_2}{C_{ст.} \times V_1 \times P}$$

где: X - концентрация исследуемого вещества в пробе, мкг/мл, мкг/г,

C<sub>ст.</sub>-концентрация вещества на хроматограмме стандарта, мкг

S<sub>ст.</sub>-площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм<sup>2</sup>

S<sub>пр.</sub>-площадь пятна на хроматограмме пробы, мм<sup>2</sup>

V<sub>1</sub> - хроматографический объем пробы, мл

V<sub>2</sub> - общий объем пробы, мл

P - навеска пробы, г ( или объем , мл)

## 3.Требования безопасности

Необходимо соблюдать все требования безопасности при работе в химической лаборатории с ядовитыми веществами и электронагревательными приборами.

Таблица 1

Метрологическая характеристика метода определения метаболитов фосфамида в биологических средах.

Метаболиты фосфамида	Минимально детектируемое количество	Нижний предел обнаружения, мкг/мл	Аналитическая открываемость	Примечание
Метаболит № 1 (0,0-диметил-S-карбонилметилдитиофосфат)	1 мкг	0,5	80,5 <sup>±</sup> 8,5%	ткани внутренних органов
		0,04	82,0 <sup>±</sup> 10,8%	моча
		1,0	80,5 <sup>±</sup> 10,0%	кровь
Метаболит № 2 (0,0-диметилфосфорная кислота)	5 мкг	5,0	78,5 <sup>±</sup> 12,5%	кровь
		0,2	80,5 <sup>±</sup> 11,8%	моча
		2,5	78,9 <sup>±</sup> 10,3%	ткани
Метаболит № 3 (0,0-диметилтиофосфорная кислота)	2 мкг	1,0	81,5 <sup>±</sup> 12,5%	ткани
		2,0	79,5 <sup>±</sup> 10,5%	кровь
		0,08	82,8 <sup>±</sup> 8,5%	моча
Метаболит № 4 (0,0-диметилдитиофосфорная кислота)	1 мкг	0,5	82,4 <sup>±</sup> 12,5%	ткани
		1,0	80,5 <sup>±</sup> 10,5%	кровь
		0,04	85,5 <sup>±</sup> 10,0%	моча
Метаболит № 5 (0,0-диметилкарбометоксиметилдитиофосфат)	1 мкг	0,5	82,9 <sup>±</sup> 8,5%	ткани
		1,0	79,6 <sup>±</sup> 9,5%	кровь
		0,04	85,4 <sup>±</sup> 10,6%	моча

Примечание: в модельные опыты вносили по 10, 20, 50, 100 мкг исследуемых веществ. Количество опытов 60. (P=0,05).