

**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 лабораторией 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-*o* 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 тиадиазола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии
29 июля 1991г, N 6084-91.....354.....
17. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций тотриала 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

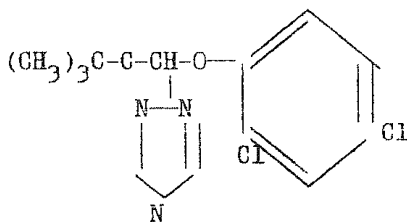
Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
" 27 " июля 1991 г
№ 5371-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ АЗОВИТА В ЗЕРНЕ
ЗЛАКОВЫХ, ЗЕЛЕННОЙ МАССЕ РАСТЕНИЙ, САХАРНОЙ СВЕКЛЕ,
ЯБЛОКАХ, ПОЧВЕ И ВОДЕ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ
ХРОМАТОГРАФИЕЙ

1. Краткая характеристика препарата

Азовит - системный фунгицид, эффективен против широкого спектра грибковых заболеваний зерновых культур.

Действующее начало препарата: 1-(2,4-дихлорфенокси)-3,3-диметил-1-
-(1,2,4-триазол-1-ил)-бутан-2-он.



$C_{14} H_{15} Cl_2 N_3 O_2$
Мол. масса 328,2

В чистом виде - бесцветный порошок с Т. пл. 70-73°C. Упругость пара при 20°C $5 \cdot 10^{-7}$ мм рт.ст. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей.

Препарат малотоксичен.

МДУ азовита в продуктах питания и ПДК в воде и почве еще не установлены.

Разработчики: Ф.Р.Мельцер, Л.И.Лещинская, Т.В.Алдошина, К.Ф.Новикова,
ВНИИХСЗР, г.Москва

2.Методика определения азовита в зерне, зеленой массе растений, сахарной свекле, яблоках, воде и почве хроматографическими методами.

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод основан на извлечении азовита из анализируемого объекта этилацетатом, а из воды - хлороформом, очистке на колонке с оксидом алюминия и определении тонкослойной и газожидкостной хроматографией.

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Метрологическая характеристика метода представлена в таблице 1.

2.1.3.Избирательность метода

Прочие пестициды определению не мешают.Избирательность метода обеспечивается сочетанием колонок (при ГЖХ) и системы подвижных растворителей (при ТСХ) различной полярности.

2.2.Реактивы и растворы

Ацетон, хч., ГОСТ 2603-79.

Гексан, чда, ТУ 6-09-3375-78.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75.

Хлороформ, чда, ГОСТ 20015-74, свежеперегнанный.

Этилацетат, хч., ГОСТ 22300-76, свежеперегнанный.

Четыреххлористый углерод, чда,ГОСТ 20288-74.

Сульфат натрия, хч., ГОСТ 4166-76, безводный.

Хлорид натрия, хч, ГОСТ 4333-77.

Уксусная кислота, чда, ГОСТ 61-75, ледяная.

Азотнокислое серебро, чда, ГОСТ 1277-75.

Бромфеноловый синий, чда, ТУ 6-09-1058-76.

Проявляющий реактив: смешать перед определением в равных объемах 0,4%-ный ацетоновый раствор бромфенолового синего с 2%-ным водным раствором азотнокислого серебра.Раствор хранят в темной склянке. Пригоден к употреблению в течение длительного времени.На каждое

определение расходуется 3-5 мл раствора.

Оксид алюминия, II степени активности по Брокману, нейтральный, фирмы Лахема, ЧССР или отечественный, для хроматографии, МРТУ 6-09-5296-66.

Хроматон N-супер с 3% SE-30 (0,16-0,20 мм), готовый товарный носитель фирмы Хемапол, ЧССР.

Хроматон N-АН-ДМС (0,20-0,25 мм) с 5% XE-60, готовый товарный носитель фирмы Хемапол, ЧССР.

Газообразный азот из баллона, осч., ГОСТ 9293-74, с редуктором.

Водород, получаемый из генератора водорода или из баллона с водородом, ГОСТ 3023-80, с редуктором.

Воздух из баллона с редуктором или нагнетаемый компрессором.

Стандартные растворы азовита с содержанием 100 и 10 мкг/мл в ацетоне. Стандартные растворы стабильны при хранении в холодильнике в течение 6 месяцев.

Пластинки "Силуфол", производства ЧССР.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Хроматограф Цвет-106 или аналогичный прибор с термомонным детектором.

Хроматографические колонки стеклянные, длиной 110 и 150 см, внутренним диаметром 3 мм.

Хроматографические камеры с пришлифованными крышками, ГОСТ 25336-82 или аналогичные.

Ротационный вакуумный испаритель, ИР-1М, ТУ 25-11-917-76 с набором колб.

Колбы круглодонные, ГОСТ 25336-82, вместимостью 500 и 50 мл.

Колбы плоскодонные, ГОСТ 25336-82, вместимостью 100 и 250 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74У, вместимостью 100 мл.

Делительные воронки, ГОСТ 25336-82Е, вместимостью 1 л.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82, вместимостью 50 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74Е, вместимостью 10 и 1 мл с делениями.

Воронки химические, ГОСТ 25336-82Е.

Пulверизаторы стеклянные, ГОСТ 25336-82Е.

Стеклянная хроматографическая колонка с краном и оттянутым носиком, длиной 10 см, внутренним диаметром 1 см.

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

Микрошприц на 10 мкл, ТУ 2-833-106-80, или аналогичный.

Микрошприц на 100 мкл или микропипетка на 0,1 мл, ГОСТ 20292-74.

Кофейная мельница для измельчения зерна.

Почвенное сито.

2.4. Подготовка к определению

Хроматографическую камеру заполняют системой подвижных растворителей бензол:этилацетат (9:1). Ксан:ацетон (72:28) и бензол:ацетон (7:2) за 1 час до начала хроматографирования. Объем подвижного растворителя в камере должен находиться не выше, чем 0,7-1,0 см над уровнем дна.

Таблица

Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Нижний предел обнаружения в пробе мг (ГЖХ)	Нижний предел определения, мг/кг, мг/л	Диапазон измеряемых концентраций мг/кг, мг/л	Среднее значение определения с при $n=20, \%$	Стандартное отклонение S при $n=20, \%$	Доверительный интервал среднего определения при $n=5,$	Размах варьирования, R, %
Газожидкостная хроматография							
Зерно	2	0,025	0,025-1,75	91,3	7,5	$91,3 \pm 9,3$	82,5-110
Зеленая масса	2	0,05	0,05-3,5	88,1	4,7	$88,1 \pm 5,9$	71-88
Сахарная свекла	2	0,02	0,02-0,8	86,7	9,1	$86,7 \pm 11,3$	75,0-99,4
Яблоки	2	0,02	0,02-0,8	86,9	8,4	$86,9 \pm 10,5$	75,0-89,1
Почва	2	0,025	0,025-1,75	84,3	9,6	$84,3 \pm 13,3$	70,3-99,0
Вода	2	0,001	0,001-0,07	89,1	7,8	$89,1 \pm 10,9$	79,5-105,0
Тонкослойная хроматография							
Зерно	0,1	0,2	0,2-2,0	80	5,0	80 ± 6	79,1-95,0
Зеленая масса	0,1	0,4	0,4-4,0	83	5,0	83 ± 6	75-90
Сахарная свекла	2	0,04	0,04-0,8	89	11,0	89 ± 14	75-100
Яблоки	2	0,04	0,04-0,8	88	8,0	88 ± 10	75-100
Почва	0,1	0,2	0,2-2,0	81	9,0	81 ± 13	70-90
Вода	0,1	0,004	0,004-0,04	88	6,0	88 ± 8	80-90

В стеклянную хроматографическую колонку помещают ватный тампон, затем вливают суспензию оксида алюминия в четыреххлористом углеороде (при открытом кране). Когда сорбент заполнит всю колонку, дают стечь избытку растворителя, оставляя маленький слой его (0,2-0,3 см) на поверхности оксида алюминия. Кран закрывают. Колонка готова к работе.

2.5. Отбор проб

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Минздравом СССР 21 августа 1979 г № 2051-79.

2.6. Подготовка проб к анализу

Зеленую массу растений измельчают ножницами на полоски длиной 0,5-0,7 см, подготавливают навеску массой 10 г. Зерно измельчают на кофейной мельнице до консистенции муки грубого помола и отбирают навеску массой 20 г. Сахарную свеклу трут на крупной терке и отбирают навеску массой 25 г, яблоки режут на небольшие кубики с величиной грани около 0,5 см и отбирают навеску с массой 25 г., почву просеивают через почвенной сито и отбирают навеску массой 20 г.

2.7. Проведение определения

Зерно. Навеску размолотого на кофейной мельнице зерна (20 г) помещают в плоскодонную колбу вместимостью 500 мл и проводят экстракцию азовита этилацетатом порциями по 100 мл трижды при помощи механического встряхивания колбы в течение 30 минут. Экстракт фильтруют в круглодонную колбу для отгона растворителей вместимостью 500 мл и удаляют этилацетат полностью при помощи ротационного вакуумного испарителя. К сухому остатку добавляют 2-3 мл CCl_4 и полученный раствор переносят на колонку с оксидом алюминия, приготовленную к работе, как описано в пункте 2.4. Открывают кран колонки и дают раствору полностью впитаться в сорбент. Колонку промывают 15 мл смеси четыреххлористый углерод-бензол-гексан (1:1:1)

со скоростью 1 кап/сек. Равномерность потока растворителя обеспечивается вакуумом, регулируемым водоструйным насосом. Поменяв приемную колбу на грушевидную, вместимостью 20 мл, вливают азотит 20 мл этилацетата.

С помощью ротационного вакуумного испарителя полностью удаляют растворитель. К сухому остатку пипеткой добавляют 1 мл ацетона, закрывают колбу пробкой и тщательно обмывают растворителем его стенки. Далее проводят определение азотита газожидкостной или тонкослойной хроматографией.

Зеленая масса растений. К 10 г измельченной ножницами зелени приливают 100 мл этилацетата. Экстракцию и остальные операции проводят как при анализе зерна.

Сахарная свекла. Навеску измельченной сахарной свеклы (25 г) помещают в плоскодонную колбу вместимостью 500 мл и проводят экстракцию этилацетатом порциями по 75 мл при помощи механического встряхивания колбы в течение 30 минут. Все остальные операции проводят как при анализе зерна.

Яблоки. К навеске измельченных яблок (25 г) добавляют 2-3 капли концентрированной HCl, массу перемешивают, экстрагируют азотит трижды этилацетатом порциями по 75 мл. Все остальные операции проводят как описано выше.

Почва. Навеску подготовленной почвы (20 г) помещают в коническую колбу вместимостью 500 мл и тщательно увлажняют почву 10 мл дистиллированной воды. Экстракцию азотита проводят этилацетатом и остальные операции проводят, как при анализе зерна.

Вода. Воду (500 мл) помещают в делительную воронку вместимостью 1 л, добавляют 5-7 г (1 чайную ложку) хлорида натрия и 50 мл хлороформа. Смесь несколько минут энергично встряхивают. После разделения слоев, нижний, хлороформный слой сливают в плоскодонную колбу вместимостью 250 мл. Экстракцию азотита проводят еще два раза тем же количеством хлороформа. Объединенный хлороформный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия (10 г). Раствор порциями фильтруют в грушевидную колбу вместимостью 50 мл. Каждую порцию фильтрата концентрируют с

помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 1-2 мл. Сульфат натрия промывают несколько раз небольшими порциями хлороформа, общим объемом 10-12 мл и фильтрат также переносят в грушевидную колбочку. Из последней порции фильтрата растворитель удаляют полностью. К сухому остатку пипеткой добавляют 1 мл ацетона. Колбочку закрывают пробкой на шлифе и ее стенки тщательно обмывают растворителем. Далее проводят определение ГЖХ или ТСХ.

2.7.1. Определение газожидкостной хроматографией

При определении азовита ГЖХ из экстракта, полученного по п. 2.7. в хроматограф вводят 2-5 мкл полученного раствора.

Условия хроматографирования

	1 колонка	II колонка
Хроматограф Цвет 106 с ТИД	3% SE-30 на хроматоне N-cupet (0,20-0,16мм)	5%XE-60 на хроматоне N-AW-DMCS (0,2-0,35мм)
Длина и внутренний диаметр колонки, см x мм	150 x 3	110 x 3
Рабочая шкала вольметра	2 . 10 -10в	2 . 10 -10в
Скорость протяжки ленты самописца	0,4см/мин	0,4см/мин
Скорость потока азота	60 мл/мин	70 мл/мин
Скорость потока воздуха	400 мл/мин	400 мл/мин
Скорость потока водорода	14-15 мл/мин	14-15 мл/мин
Температура колонки, град.С	220	230
Температура испарителя, град.С	220	230
Объем вводимой пробы	2-5 мкл	2-5 мкл
Время удерживания азовита	3 мин 50 с	2 мин 50 с
Линейный диапазон определения	2-70 нг	5-100 нг

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пика. Серию стандартов готовят следующим образом: из стандартного раствора азовита с содержанием 10 мкг/мл в градуиро-

ванные пробирки пипеткой вносят 0,55; 1,0; 1,5; 2,0 и 3,0 мл раствора что соответствует 5,10,15,20 и 30 мкг, а из стандартного раствора с содержанием 100 мкг/мл отбирают 0,65 и 0,7 мл, что соответствует 50 и 70 мкг. Доводят растворы ацетоном до 10 мл. Пробирки закрывают пробками и тщательно перемешивают растворы. В хроматограф вводят по 2-5 мкл полученных растворов. Расчет проводят по стандартному раствору, высота пика которого наиболее близка высоте пика рабочей пробы.

2.7.2. Определение тонкослойной хроматографией

Зерно. При определении азовита в зерне ТСХ требуется дополнительная очистка двумерной хроматографией. На пластинку в левом нижнем углу (1,5-2 см от края) наносят 25 мкл очищенного на колонке экстракта. Пластинку помещают в камеру с системой подвижных растворителей бензол-этилацетат (9:1). Развивают хроматограмму на высоте 10 см. Пластинку вынимают из камеры и высушивают на воздухе. Повернув пластинку на 90 градусов в левом нижнем углу (отступив от краев на 1,5-2,0 см) наносят 3 стандарта (0,1; 0,3 и 0,5 мкг). Погружают пластинку в систему гексан-ацетон (72:28) и дают фронту растворителя подняться на высоту 10 см. Хроматограмму сушат на воздухе и опрыскивают проявляющим реагентом до появления синего фона. Фон снимают опрыскиванием пластинки 0,5%-ным раствором лимонной кислоты. Азовит проявляется на хроматограмме в виде темно-синих пятен на лимонно-желтом фоне с $R_f = 0,3 \pm 0,02$. Линейный диапазон определения 0,1-1,0 мкг. Пятна стабильны в течение длительного времени.

Зеленая масса. Для зеленой массы растений определение азовита методом тонкослойной хроматографии проводят обычным путем. На пластинку силифол наносят 50 мкл (0,025 мл), полученного по п.2.7. раствора. Рядом наносят ряд стандартов с содержанием 0,1; 0,3; 0,5...1,0 мкг азовита. Пластинку помещают в хроматографическую камеру с системой подвижных растворителей бензол-этилацетат (9:1) или гексан-ацетон (72:28). После окончания

хроматографирования пластинку сушат на воздухе и затем опрыскивают проявляющим реагентом до появления синего фона. Фон снимают 0,5%-ным раствором лимонной кислоты. На желтом фоне появляются темные пятна азовита с R_f $0,33 \pm 0,05$ в первой системе и R_f $0,30 \pm 0,02$ - во второй. Пятна стабильны в течение длительного времени. Линейность определения сохраняется в пределах 0,1-1,0 мкг. При более высокой концентрации хроматографируют меньшую аликвотную часть раствора.

Сахарная свекла, яблоки. На пластинку силуфол наносят 0,1 мкл экстракта, полученного по п.2.7. Рядом наносят серию стандартов с содержанием 0,1; 0,3; 0,5...1,0 мкг азовита. Хроматограмму развивают в системе бензол-этилацетат (9:1) или гексан-ацетон (72:28). Проявляют хроматограмму как описано выше.

Почва. Для определения азовита в почве ТСХ требуется очистка экстракта, полученного по п.2.7. методом двумерной хроматографии. На пластинку в левом нижнем углу (1,5-2,0 см от края) наносят 50 мл экстракта. Пластинку помещают в хроматографическую камеру с системой подвижных растворителей гексан:ацетон (72:28). Развивают хроматограмму на высоту 10 см. Пластинку вынимают из камеры и высушивают на воздухе. Повернув пластинку на 90 градусов в левом нижнем углу (отступив от краев на 1,5-2,0 см) наносят 3 стандарта (0,1; 0,5 и 0,3 мкг). Погружают пластинку в систему бензол:этилацетат (9:1) и дают фронту растворителя подняться на высоту 10 см. Хроматограмму сушат на воздухе и опрыскивают проявляющим реагентом, как описано для зерна и зеленой массы, азовит проявляется синим пятном на желтом фоне с R_f $0,35 \pm 0,05$.

Вода. Из подготовленного по п.2.7. экстракта на хроматографическую пластинку силуфол микрошприцом на 100 мкл наносят аликвотную часть раствора 50-100 мкл (0,05-0,1 мл при нанесении пипеткой). Справа и слева от рабочей пробы наносят серию стандартов с содержанием 0,1;

0,2; 0,3...1 мкг. Хроматограмму развивают в одной из систем подвижных растворителей бензол:этилацетат (9:1), гексан:ацетон (72:28) или бензол:ацетон (7:2). После высушивания хроматограмму обрабатывают проявляющим реактивом, как описано выше. Азовит проявляется на хроматограммах с R_f $0,33 \pm 0,05$ в первой системе подвижных растворителей; $0,30 \pm 0,02$ - во второй и $0,64 \pm 0,02$ - в третьей.

2.8. Обработка результатов анализа

2.8.1. При газохроматографическом определении содержания азовита в анализируемой пробе (X) в мг/кг вычисляют по формуле:

$$X = \frac{Сст \cdot Нпр \cdot V}{Нст \cdot Va \cdot A} \text{ мг/кг, где:}$$

Сст - количество стандарта, вводимого в хроматограф, нг;

Нпр - высота пика рабочей пробы, мм;

Нст - высота пика стандарта, мм;

V - общий объем рабочего раствора, мл;

Va - объем аликвоты, вводимой в хроматограф, мкл;

A - навеска анализируемого образца, г.

Если при введении в хроматограф получаются слишком большие пики, к рабочему раствору пипеткой добавляют известное количество ацетона и анализируют более разбавленный раствор.

2.8.2. При определении тонкослойной хроматографией

Количественное определение азовита в пробе проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен рабочей пробы и серии стандартов. При большом количестве азовита на пластинку наносят меньшую аликвотную часть раствора.

Содержание азовита в анализируемой пробе (X) в мг/кг вычисляют по формуле:

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

C - количество азота, найденное в хроматографируемой пробе, мкг;

V - общий объем раствора, мл;

V_a - объем аликвоты, нанесенной на хроматографическую пластинку, мл
(при нанесении всей пробы V=V_a);

A - навеска анализируемой пробы, г.

3. Требования безопасности

Соблюдать требования безопасности, принятые для работы с летковоспламеняющимися жидкостями и пестицидами.