

**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



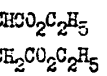
Метод основан на извлечении смеси ХОП и ФОП, применяемых  
на томатах, из единой пробы томатов или томатной пасты водным  
апетомом, перераспределения в хлороформ, разделении экстракта  
на 2 равные части, ~~разделение экстракта~~ в одной из которых  
определяют ФОП в другой - ХОП путем сочетания хромато-энзимного  
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.

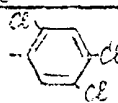
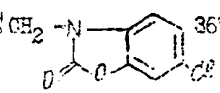
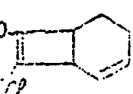
Таблица I.I.

## Характеристика анализируемых пестицидов

№ : Пестицид ПП : (синонима) :	Структурная формула	: Мол. : : масса : : : :	: Трип : O <sub>2</sub> : : : мм.рт.ст :	: Тпл. : O <sub>2</sub> : : :	: 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. ДДФ (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)	$(\text{CH}_3\text{O})_2\text{P}(=\text{S})-\text{S}-\text{CH}(\text{O}_2\text{C}_2\text{H}_5)_2$ 	330,4	156- 157 (0,7)		-	150	ап., хлф, эт. и др.	0,5	2,0


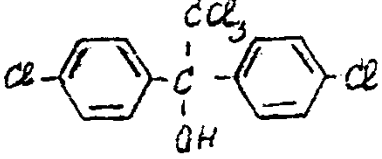
13-

## Продолжение таблицы I.I.

I :	2 :	3 :	4 :	5 :	6 :	7 :	8 :	9 :	10 :
5. Трихлормета- фос-3	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{O} \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \text{S} \end{array}$		335,6	127 133 (0,15)	-	тр.р.	ап., хлф., мет., ст., дкс	1,0	-
6. Фозалон (бензофосфат, золон)	$(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P} \begin{array}{c} \text{H} \\ \text{S} \end{array}$		367,8	-	47,5- 48	10	ап., хлф., мет.	0,2	-
7. Фосфамид (розор, диметозат)	$(\text{CH}_3\text{O})_2\text{P} \begin{array}{c} \text{H} \\ \text{S} \end{array}$	$-\text{S}-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	229,2	-	49,9- 50,9	3900	ап., хлф., дкс, мет.	0,4	-
8. Хлорофос (трихлорфон)	$(\text{CH}_3\text{O})_2\text{P} \begin{array}{c} \text{H} \\ \text{O} \end{array}$	$-\text{S}-\text{CH}_2\text{Cl}_3$	257,5	-	83- 84	12300	ап., хлф., бенз.	0,1	0,2
9. Хастаквик (гептенофос)	$(\text{CH}_3\text{O})_2\text{P} \begin{array}{c} \text{H} \\ \text{O} \end{array}$		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, свеженепрокаленный, 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 O<sub>2</sub> 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

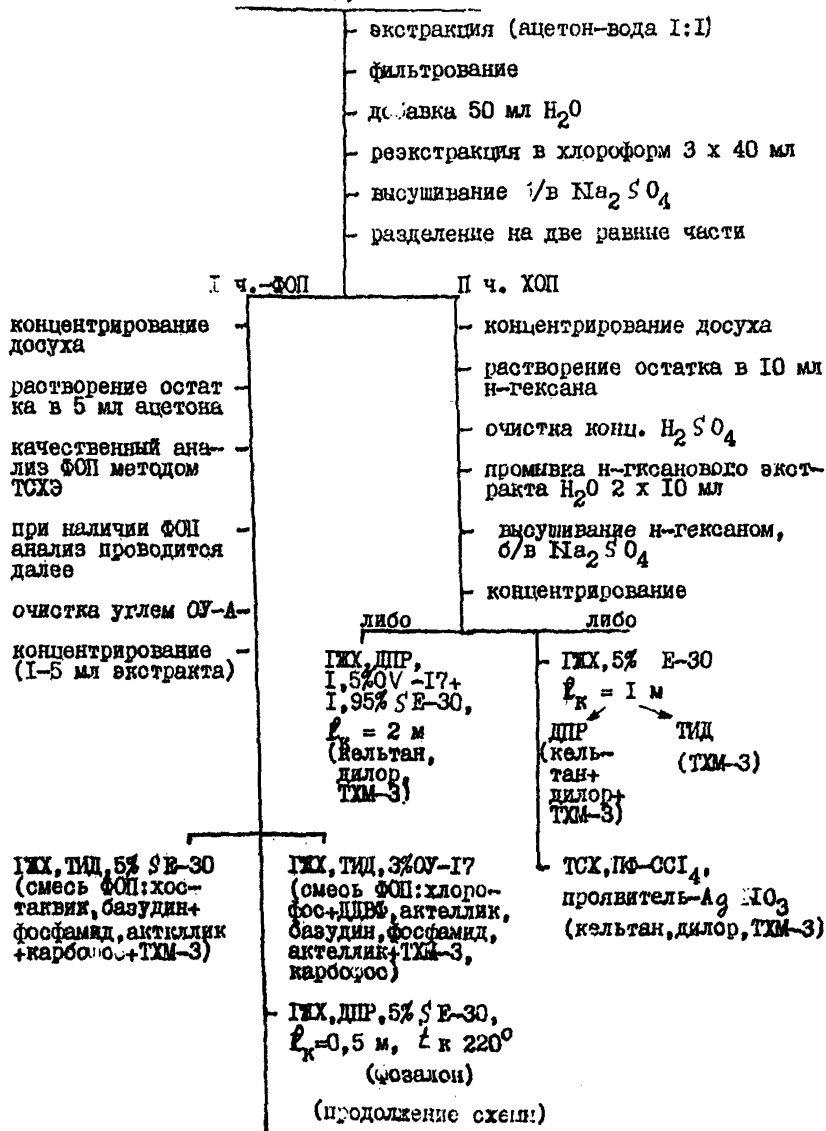
Аммиак водный 25%-ный, чда, ГОСТ 3760-79

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 томатах

Пестицид	Томаты			Томатная паста		
	Предел обнаружения, мг/кг		% определено	Предел обнаружения, мг/кг		% определено
	ГОК	ЛХ		ГОК	ЛХ	
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 <sup>x/</sup> )	0,006	94,5 $\pm$ 6,6	0,25 (0,1 <sup>x/</sup> )	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
Хостаквик	0,02	0,0005	97,5 $\pm$ 3,2	0,10	0,003	82,5 $\pm$ 6,6
Дилор	0,01 <sup>x/</sup>	0,0002	92 $\pm$ 4	0,05 <sup>x/</sup>	0,001	94,5 $\pm$ 2
Кельган	0,01 <sup>x/</sup>	0,0002	93 $\pm$ 3	0,05 <sup>x/</sup>	0,001	94,5 $\pm$ 1,7

<sup>x/</sup> проявление реактивом на основе Ag<sub>2</sub>NiO<sub>3</sub>, для остальных 4-(п-нитробензилпиридин) с Т.Л.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  $45^{\circ}\text{C}$ . 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- $190^{\circ}\text{C}$ ,  $t$  испарителя- $210^{\circ}\text{C}$

Фаза 3% OV-17 на хромосорбе W/HP, при использовании этой фазы  $t$  кол. - $180^{\circ}\text{C}$ ,  $t$  исп. -  $210^{\circ}\text{C}$

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  $\text{Ca}_2\text{O}_4$  на воронке.  
Промыть <sup>слой на воронке</sup> н-гексаном 2 x 5 мл, присоединить смывы к экст-  
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, $\bar{L}_k=1$ м, $\bar{t}_k 190^\circ$		3% ОУ-17, $\bar{L}_k=1$ м, $\bar{t}_k 180^\circ$		5% SE-30, $\bar{L}_k=1$ м, $\bar{t}_k 190^\circ$		5% SE-30, $\bar{L}_k=0,5$ м, $\bar{t}_k 220^\circ$		5% ОУ-17, $\bar{L}_k=2$ м, $\bar{t}_k 190^\circ$	
	$t_{уд}^A$	линейный диапазон: отн. НГ	$t_{уд}^B$	линейный диапазон: отн. НГ	$t_{уд}^B$	линейный диапазон: отн. НГ	$t_{уд}^B$	линейный диапазон: отн. НГ	$t_{уд}^B$	линейный диапазон: отн. НГ
1. Хлорофос	р <sup>x/</sup>	-	0,07 <sup>xx/</sup>	0,5-8	с раст.	-	р	-	-	-
2. ДДВФ	р	-	0,07 <sup>xx/</sup>	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 ФОП и ХОП 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 S, при использовании этой фазы: длина колонки 1 м, диаметр 3 мм,  $t$  кол.  $190^{\circ}$ ,  $t$  дет.  $230^{\circ}\text{С}$ ,  $t$  исп.  $210^{\circ}\text{С}$

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

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 пробу (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 проводят 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).