

**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**

**Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,
болезнями растений и сорняками**

Москва — 1987 г.

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

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии, болезнями растений и сорняками

Москва- 1967 г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, популяционно-токсикологических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний истекает одновременно до утверждения гигиенических нормативов.

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

Методические указания согласованы и одобрены Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

И. Г. Александрова, Д. Б. Гиренко, А. А. Калашникова (зам. председателя),
М. А. Кулисанова (председатель), Г. Д. Кароткова, В. Б. Кривачук,
Г. А. Хохолькова, А. М. Шмидтина.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

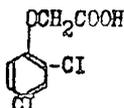
А.И.ЗАМЧЕНКО

" 27 " _____ 04 _____ 1984 г.

№3025-84

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ
КОЛИЧЕСТВ 2,4-ДИХЛОРФЕНОКСИУКСУСНОЙ (2,4-Д), 2-(2,4-ДИХЛОР-
ФЕНОКСИ)ПРОПИОНОВОЙ (2,4-ДП), 4-(2,4-ДИХЛОРФЕНОКСИ)МАСЛЯНОЙ
(2,4-ДМ), 4-ХЛОР-2-МЕТИЛФЕНОКСИУКСУСНОЙ (2М-4Х),
2-(2-МЕТИЛ-4-ХЛОРФЕНОКСИ)ПРОПИОНОВОЙ (2М-4ХП) И
4-(2-МЕТИЛ-4-ХЛОРФЕНОКСИ)МАСЛЯНОЙ КИСЛОТ В ВОДЕ И ПОЧВЕ
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ ПРИ СОВМЕШНОМ ПРИСУТСТВИИ

I. Краткая характеристика препаратов

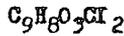
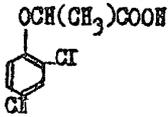


$$C_8H_6O_3Cl_2$$
 Мол.масса

221,04

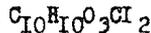
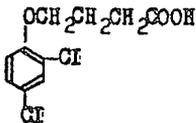
2,4-дихлорфеноксиуксусная кислота (2,4 Д) - белое кристаллическое вещество, стабильное при хранении. Т.пл. 141°C, Т.кип. 160°C/53,3 па. Константа диссоциации $2,3 \cdot 10^{-3}$: Стабильна при хранении в растворах различных органических растворителей. При 20°C в 1 л воды растворяется 540 мг кислоты, 24,3 г кислоты в 100 мл диэтилового эфира, 130 г кислоты в 100 мл этилового спирта хорошо растворяется в ацетоне, четыреххлористом углероде и бензоле. Применяется для борьбы с двудольными сорняками в посевах зерновых культур в виде солей (натриевая, аминная) и эфиров (бутиловый, октиловый, пропилловый, малолетучие эфиры C_6-C_9). Препараты

рат среднетоксичен для крыс и мышей: $LD_{50}=350-560$ мг/кг.



Мол. масса 235,00

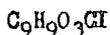
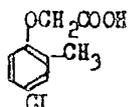
2-(2,4-дихлорфенокси)-пропионовая кислота (2,4-ДП, дихлорпроп)-белое кристаллическое вещество, без запаха, стабильное при хранении. Т.пл. 117,5-118,1°C, имеет незначительную упругость паров при комнатной температуре. 2,4-ДП стабильна к нагреванию и устойчива к восстановителям, гидролизу и атмосферному окислению. Растворимость в воде при 20°C 350 мг в 1 л. Хорошо растворима в большинстве органических растворителей (диэтиловый эфир, ацетон и др.). Технический продукт имеет слабый фенольный запах. Т.пл. 114°C. Наличие асимметрического атома углерода в молекуле 2,4-ДП обуславливает существование двух оптически активных форм. 2,4-ДП корродирует металлы в присутствии воды. Растворимость калиевой, натриевой и дивалентной солей 2,4-ДП в 100 мл воды при 20°C составляет в пересчете на кислоту 90,66 и 74 г соответственно. Эфиры низших спиртов 2,4-ДП - летучие жидкости. Применяется для борьбы в посевах зерновых культур.



мол. масса 284,56

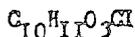
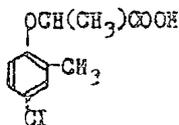
4-(2,4-дихлорфенокси)масляная кислота (2,4-ДМ, бутират 118, бутоксион, легумекс Д) представляет собой бесцветные кристаллы с Т.пл. 117-119°C. Растворимость в воде при 25°C 46 мг/л, в ацетоне 10%. Растворима в бензоле, этаноле и эфире. Соли щелочных металлов и аммиачные соли 2,4-ДМ растворимы в воде, но в жесткой воде выпадают в осадок в виде кальциевых и магниевых солей. 2,4-ДМ,

соли и эфиры 2,4-ДМ стабильны при хранении. В растениях в окружающей среде 2,4-ДМ разлагается до 2,4-Д и 2,4-дихлорфенола. Применяется как селективный гербицид в посевах льцерны и зерновых культур; препарат малотоксичен для крыс $LD_{50} = 2$ г/кг. ПДК в воде 0,01 мг/л.



мол. масса 200,62

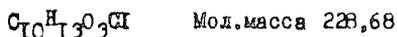
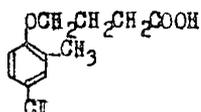
4-хлор-2-метилфеноксипропионовая кислота (2М-4Х, метакокс, дикотекс, МСРА, аграксон) — белое кристаллическое вещество, без запаха, с т.пл. 118,0–120,2°C, стабильное при хранении как в кристаллическом состоянии, так и в виде растворов. Константа диссоциации $5,4 \cdot 10^{-4}$. Растворимость в воде при комнатной температуре составляет 82 мг/л. Хорошо растворима в органических растворителях (20°C): в этаноле 153 г/100 г, в диэтиловом эфире 77 г/100 г, в толуоле 6 г/100 г, в ксилоле 5 г/100 г; хорошо растворима в четыреххлористом углероде, дихлорэтаноле, бензоле, хлорбензоле, ацетоне. 2М-4Х образует растворимые соли щелочных металлов и органических оснований, которые могут выпадать в осадок в жесткой воде. Технический продукт имеет запах хлорбензола. Применяется в качестве гербицида в посевах льна, зерновых и злаковых культур чаще всего в виде натриевых солей (дикотекс 40, дикотекс 60 и дикотекс 80). Препарат среднетоксичен для крыс: $LD_{50} = 700$ мг/кг



Мол. масса 214,7

2-(2-метил-4-хлорфеноксипропионовая кислота (2М-4ХП, метапроп, МСРР) — бесцветное кристаллическое вещество, без запаха, с т.пл. 94–95°C. Стабильна при хранении. В 100 мл воды при 20°C растворяет-

ся 0,062 г кислоты. Хорошо растворима в большинстве органических растворителей (диэтиловый эфир, ацетон и др.). Образует растворимые соли со щелочными металлами и этаноламинами. Растворимость натриевой соли в воде при 15°C 46% (в/о), калиевой соль - 79,5% (в/о) при 0°C и диэтианоламиновой соли 58% (в/о) при 20°C. Технический продукт имеет слегка фенольный запах и т.пл. 90°C. М-4ХП стабильна при хранении, к нагреванию, восстановителям, гидролизу и атмосферному окислению. Корродирует металлы в присутствии влаги. Применяется на посевах зерновых культур в виде аминной и калиевой солей. Препарат среднетоксичен для крыс и мышей: ЛД₅₀ = 650 - 680 мг/кг. ПДК в воде 2,0 мг/л.



4-(2-метил-4-хлорофенокси)-масляная кислота (М-4ХМ, бексон, троптокс) - белое кристаллическое вещество с т.пл. 100°-101°C. Растворимость в воде при 20°C 44 мг/л. Хорошо растворима в органических растворителях: в этаноле растворимость составляет 15% (в/о), в ацетоне больше 20% (в/о), хорошо растворима в диэтиловом эфире. Образует водно-растворимые соли со щелочными металлами, которые в жесткой воде выпадают в осадок. Применяется для борьбы с сорняками в посевах бобовых, злаковых и других культур в виде натриевой соли. Препарат среднетоксичен для крыс и мышей: ЛД₅₀ = 650-700 мг/кг.

2. Методы определения 2,4-Д, 2,4-ДП, 2,4-ДМ, М-4Х,

М-4ХП и М-4ХМ в воде и почве хроматографическими методами

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода. Метод основан на экстракции хлорофенокса-

алканкарбоновых кислот из воды и почвы органическим растворителем с последующим определенным методом газожидкостной и двумерной тонкослойной хроматографии.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода приведена в таблицах I п 2

2.2. Реактивы и растворы

Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Аммиак, водный, чда, ГОСТ 3760-79

Нитрат серебра, чда, ГОСТ 1277-81

Ацетон, хч, ГОСТ 2603-79

Бензол, хч, ГОСТ 5955-75

Гидрокарбонат натрия, чда, ГОСТ 4201-79, 0,4 М водный раствор

Бромрезоловый зеленый, чда, ТУ 6-09-1415-74

n-Гексан, хч., ТУ 6-09-3375-78

Гидро-хлорид натрия, хч., ГОСТ 4328-77, 0,1 М водный раствор

Эфир для наркоза (перегнаный), Фармакопоя СССР

Гидро-хлорид калия, хч., ГОСТ 9285-78, 0,5 М водный раствор

Этиловый спирт, хч., ТУ 6-09-7710-72

Серная кислота, хч., ГОСТ 4204-77

Хлористоводородная кислота, ч., ГОСТ 3118-67

Трифторуксусный ангидрид, ч., МРТУ 6-09-5876-69

2,2,2-трихлорэтанол, ч., ТУ 1311-110-69, 20%-ый раствор в трифторуксусном ангидриде

Изо-октан, эталонный, ГОСТ 5394-70

Уксусная кислота, ледяная, хч., ГОСТ 18290-72

Хлороформ, хч., ТУ 6-09-4253-76

Хроматов К₂, 0,16-0,20 мм, промышленной очистки и сплавившийся ДМХС с 5% SE-30 (ЧССР)

Хромосорб W^Г, 80/100 меш, промытая кислотой и силицизированной ДМКС с 3% ОУ -17

Пластинки для тонкослойной хроматографии типа "Силуфол" (ЧССР), 15 x 15 см

Проявляющий реактив №1: в мерную колбу на 100 мл помещают 0,5 г нитрата серебра, 5 мл дистиллированной воды, 7 мл аммиака и доводят до метки ацетоном; при хранении в плотнозакрытой склянке без доступа света годен для применения в течении месяца.

Проявляющий реактив №2: в мерную колбу на 100 мл помещают 0,04 г бромкрезолового зеленого, растворяют в 96%-ном этаноле, добавляют 0,1 М раствор гидроксида натрия до явно выраженного синего окрашивания и доводят до метки этанолом. Срок применения не ограничен. Стандартные растворы хлорфеноксисалкиланкарбоновых кислот в ацетоне с концентрацией 100 мкг/мл.

2.3. Прибор и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов (Цвет-5, Цвет-106, Цвет-110 и др.)

Делительная воронка на 1 л, ГОСТ 8613-75

Колба Бунзена на 500 мл, ГОСТ 6514-75

Воронка Бюхнера, диаметр 13 см, ГОСТ 9147-73

Грушевидные колбы на 100 мл, ГОСТ 10394-72

Ротационный испаритель ИР-1М, ТУ 25-11-917-74

Источник УФ-света, ВКО-1, ТУ-3-3-1304-75

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

Мерные колбы на 10 и 100 мл, ГОСТ 1770-74

Вакуумный водоструйный стеклянный насос, ГОСТ 10696-75

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-63

Микрошпатель, ГОСТ 20292-74

Сушильный шкаф, ТУ 64-I-1411-76E

Пulьверизатор стеклянный для обработки пластинок, ГОСТ 19391-74

Конические колбы на 500 мл, ГОСТ 10394-72

Стеклянный лабораторный холодильник, ХИТ, ГОСТ 9499-70

Электроплитка, ТУ 92-275-76

2.4. Отбор проб

Отбор проб проводится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микробных пестицидов", утвержденных заместителем Главного государственного санитарного врача СССР 21.08.79 от В2051-79

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция препаратов из анализируемых проб и очистка экстрактов.

Вода. Пробу воды (0,25-0,75 л) помещают в делительную воронку подкисляют хлористоводородной кислотой до pH ~ 1 (индикаторная бумага) и экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира (100, 50 и 50 мл). Объединенный эфирный экстракт переносят в делительную воронку и экстрагируют 0,4 М водным раствором гидрокарбоната натрия (3 x 50 мл). Объединенный гидрокарбонатный экстракт промывают двумя порциями n-гексана по 25 мл, отбрасывая этот гексан, подкисляют хлористоводородной кислотой до pH ~ 1 и трижды экстрагируют диэтиловым эфиром (3 x 50 мл). Объединенный эфирный экстракт упаривают на ротационном испарителе до объема 1-2 мл и затем досушат в токе сухого воздуха.

Почва. Сухая почва: 100 г почвы, разотертой и просеянной через сито с размером отверстий 1 мм, помещают в коническую колбу с прищипованной пробкой на 500 мл, приливают 25-35 мл дистиллированной воды, добавляют 5 мл концентрированной хлористоводородной кислоты, тщательно перемешивают, приливают 150 мл ацетона и помо-

дают на аппарат для встряхивания на 1 час. Затем растворитель отфильтровывают под вакуумом на воронке через бумажный фильтр и почву в колбе и на фильтре трижды промывают ацетоном (3 x 20 мл). Затем ацетон удаляют на ротационном испарителе в грушевидной колбе и на 250 мл, водный остаток из колбы переносят 100 мл дистиллированной воды, подкисленной до $\text{pH} \sim 1$ хлористоводородной кислотой, в делительную воронку, проводят экстракцию диэтиловым эфиром и далее поступают так, как это описано при определении в воде.

Влажная почва: 100–200 г влажной почвы, помещают в коническую колбу с притертой пробкой на 500 мл, приливают 5–10 мл концентрированной хлористоводородной кислоты, тщательно перемешивают, помещают на аппарат для встряхивания, приливают 150–300 мл ацетона и далее поступают, как это описано выше.

2.5.2. Идентификация и количественное определение хлорфеноксиалканкарбоновых кислот.

2.5.2.1. Тонкослойная хроматография

Сухой остаток после упаривания эфирного экстракта растворяют в 1 мл ацетона, количественно наносят на хроматографическую пластинку "Силуфол" и развивают хроматограмму в системе растворителей хлороформ–уксусная кислота (19:1). Для хроматографирования используют насыщенную камеру. Для насыщения стенки камеры обкладывают фильтровальной бумагой, которая касается смеси растворителей и пропитывается. Через 2 часа быстро открывают крышку камеры и помещают пластинку для развития хроматограммы. После окончания процесса хроматографирования пластинку извлекают из хроматографической камеры, сушат на воздухе в вытяжном шкафу и затем помещают в сушильный шкаф на 3 минуты при 110°C , после чего поворачивают пластинку на 90° и развивают хроматограмму в другом направлении в системе растворителей бензол–гексан–уксусная кислота

(5:10:2). После окончания процесса хроматографирования пластинку извлекают из хроматографической камеры, сушат на воздухе в вытяжном шкафу и обрабатывают проявляющим реактивом III. Затем пластинку облучают УФ-светом в течение 10-15 минут. Хлорфенопоналканкарбоновые кислоты на пластинке обнаруживаются в виде серо-черных пятен на белом фоне. Величины R_f приведены в таблице 3.

В качестве второго проявляющего реактива может быть использована бромкрезоловый зеленый. После развития хроматограммы во второй системе подвижных растворителей пластинку извлекают из хроматографической камеры, сушат на воздухе в вытяжном шкафу и помещают в сушильный шкаф при 110°C на 20 минут для удаления следов уксусной кислоты. Затем пластинку обрабатывают проявляющим реактивом II. Хлорфенопоналканкарбоновые кислоты обнаруживаются в виде пятнышек на голубом фоне.

Стандартные соединения (по 5 мкг каждого) наносят на ту же пластинку, что и пробу или на отдельную пластинку, которую помещают для развития хроматограммы в камеру вместе с пластинкой, на которую нанесена проба.

2.5.2.2. Газоидиостная хроматография

К сухому остатку после упаривания эфирного экстракта прибавляют 1 мл 20%-ного раствора 2,2,2-трихлорэтанол в трифторуксусной ангидриде, 5 мл концентрированной серной кислоты, энергично встряхивают и помещают на кипящую водяную баню с обратным холодильником на 15 минут. Затем удаляют растворитель током сухого воздуха до ~0,1 мл, прибавляют 2 мл н-октана, энергично встряхивают, прибавляют 6 мл 0,5 М водного раствора KOH и содержимое вновь энергично встряхивают в течение 2-х минут. После расслоения фаз вводят в хроматограф 2-3 мл н-октанового слоя. Условий хроматографирования (хроматограф Цвет-106 с детектором по загла-

гу электронов постоянной скорости рекомбинации): стеклянная оптическая колонка (длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм) заполненная 3% SE-30 на Хроматоне М, 0,16-0,20 мм, промытым кислотой и сепланализованным ДМС, скорость газа-носителя (азот особой чистоты) через колонку 50 мл/мин, скорость продувочного газа (азот особой чистоты) через детектор 150 мл/мин, температура термостата колонок 210°C, температура испарителя 230°C, температура термостата детектора 230°C, шкала электрометра 20 · 10⁻¹²в, скорость движения диаграммной ленты потенциометра 240 мм/час.

Для повышения надежности идентификации хроматографирование может быть проведено на колонке, заполненной 3% OV-17 на Хромосорбе W. Параметры удерживания и степени разделения трихлорэтиловых эфиров хлорфеноксикалканкарбоновых кислот приведены в таблице 4. Близость параметров удерживания трихлорэтиловых эфиров 2М-4Х и 2,4-ДП не позволяет провести раздельное определение этих соединений при их совместном присутствии в анализируемой пробе.

Количественное определение хлорфеноксикалканкарбоновых кислот проводится методом абсолютной калибровки. Для построения калибровочного графика 2 мкг соответствующей кислоты подвергают этерификации так, как это описано выше. Сухой остаток растворяют в 5 мл ацетона и вводят в хроматограф различные количества этого раствора. На оси ординат откладывают высоту пика соответствующего эфира, а на оси абсцисс — количество кислоты, введенное в хроматограф. При использовании такого графика потери на стадии этерификации не сказываются на полученных результатах и для выполнения определения не нужно располагать стандартами трихлорэтиловых эфиров кислот.

Таблица I

Метрологическая характеристика метода определения хлорфеноксиацетилкарбонатов пшеницы
с помощью двумерной тонкослойной хроматографии
Диапазон определяемых концентраций 0,05-1,00 мг/л или мг/кг

Анализируемая проба	Предел обнаружения мг/л или мг/кг	Число параллельных определений	Размах варьирования %	Среднее значение определяя, %
Вода	0,05	6	85-95 ^а	90
			83-95 ^б	90
			70-80 ^в	75
			70-85 ^г	78
			85-95 ^д	90
			75-85 ^е	80
Почва	0,5	6	75-85 ^а	80
			80-90 ^б	85
			60-70 ^в	65
			70-80 ^г	75
			75-85 ^д	80
			65-75 ^е	70

а - 2,0-4X, б - 2,0-4III, в - 2,4-4IV, г - 2I-4X, д - 2I-4XI, е - 2I-4XII

Таблица 2

Метрологические характеристики метода определения хлорфеноксиалкилкарбонатов
с помощью газожидкостной хроматографии
Диапазон определяемых концентраций 0,0002-0,02 мкг/л или мкг/кг

Анализируемая проба	Предел обнаружения мкг/л или мкг/кг	Число параллельных определений	Размах варьирования %	Среднее значение определения, %
Вода	0,0003 ^а	6	85,3 - 88,0	86,6
	0,0002 ^б		84,9 - 85,3	85,1
	0,0004 ^в		85,7 - 87,5	86,6
	0,0004 ^г		88,6 - 89,8	89,2
	0,0003 ^д		82,5 - 87,4	84,9
	0,0005 ^е		82,2 - 86,5	84,3
Почва	0,0020 ^а	6	83,2 - 86,7	84,9
	0,0010 ^б		82,8 - 86,1	84,5
	0,0020 ^в		83,2 - 85,4	84,3
	0,0020 ^г		85,8 - 87,3	86,5
	0,0010 ^д		80,4 - 83,2	81,8
	0,0020 ^е		83,8 - 85,6	84,7

а - 2,4-Д, б - 2,4-ДП, в - 2,4-ДМ, г - 2,4-Д, д - 2,4-ДП, е - 2,4-ДМ

Таблица 9

Величины R_p и коэффициенты K_{p1} и K_{p2} для различных видов

Виды	R_p	K_{p1}	K_{p2}
2,4-Д	0,68		0,31
2М-4Х	0,70		0,38
2,4-ДМ	0,73		0,42
2М-4ХМ	0,74		0,45
2,4-ДМ	0,76		0,47
2М-4ХМ	0,76		0,51

Параметры удерживания и степени разделения трихлорэтиловых эфиров хлорфеноксиацетилкарбоновых кислот

Кислота	Видная фаза	Время удерживания	Относительное удерживание ^{1/}	Характеристики разделения с другими эфирами	
				второй компонент разделяемой пары	степень разделения
1	2	3	4	5	
2М-4П	3E-30	126,3	0,41	2М-4У	0,2
				2,4-ДП	0,3
				2,4-Д	0,5
				2,4,5-Т	1,1
				2М-4ЛМ	1,3
				2,4-ДМ	1,5
	0У-17	109,2	0,32	2М-4У	0,4
				2,4-ДП	0,4
				2,4-Д	0,9
				2,4,5-Т	1,7
				2М-4ЛМ	1,7
				2,4-ДМ	2,2
2М-4К	3E-30	148,8	0,49	2,4-ДП	0,03
				2,4-Д	0,3
				2,4,5-Т	0,9
				2М-4ЛМ	1,1
				2,4-ДМ	1,3
				0У-17	150,8
	2,4-Д	0,4			
	2,4,5-Т	1,1			
	2М-4ЛМ	1,1			
	2,4-ДМ	1,6			

^{1/} Относительное удерживание измерено по отношению к трихлорэтиловому эфиру 2,4,5-трихлорфеноксиацетилкарбоновой кислоты (2,4,5-Т)

Продолжение таблицы 4

1	2	3	4	5	6	
2,4-III	SE-30	154,6	0,51	2,4-II	0,3	
				2,4,5-Г	1,0	
				2M-4IM	1,1	
				2,4-III	1,9	
2,4-II	OV-17	147,2	0,42	2,4-II	0,5	
				2,4,5-Г	1,2	
				2M-4IM	1,1	
				2,4-III	1,7	
2,4-II	SE-30	190,8	0,62	2,4,5-Г	0,6	
				2M-4IM	0,7	
				2,4-III	1,0	
				OV-17 ₀	216,0	0,63
2,4,5-Г	SE-30	204,6	1,00	2M-4IM	0,7	
				2,4-III	1,2	
				OV-17	242,2	1,00
				2M-4IM	0,7	
2M-4IM	SE-30	306,0	1,00	2,4-III	1,2	
				2,4-III	0,3	
				OV-17	332,0	1,00
				2M-4IM	0,05	
2M-4IM	SE-30	339,0	0,97	2,4-III	0,06	
				SE-30	391,0	1,23
				OV-17	476,1	1,39
				-	-	-

2.6. Обработка результатов анализа

Для оценки содержания хлорфеноксиналканкарбоновых кислот в пробах при определении с помощью тонкослойной хроматографии используют следующую формулу.

$$X = \frac{10^5 A}{a R} \quad , \text{ где}$$

X - содержание хлорфеноксиналканкарбоновой кислоты в пробе, мг/л или мг/кг;

A - количество хлорфеноксиналканкарбоновой кислоты в пробе, найденное визуальным сравнением со стандартом, мг;

a - объем или вес пробы, мл или г;

R - процент определения (процент возврата), найденный предварительно, %

Для определения содержания хлорфеноксиналканкарбоновых кислот в пробах с помощью газожидкостной хроматографии по методу абсолютной калибровки используют следующую формулу:

$$X = \frac{100 A H_2 V_2}{H_1 V_1 V R} \quad , \text{ где}$$

X - содержание хлорфеноксиналканкарбоновой кислоты в пробе, мг/л или мг/кг;

A - количество стандарта хлорфеноксиналканкарбоновой кислоты, введенного в хроматограф, мг;

H₁ - высота пика трихлорэтилового эфира хлорфеноксиналканкарбоновой кислоты (стандарт), мм;

H₂ - высота пика трихлорэтилового эфира хлорфеноксиналканкарбоновой кислоты в пробе, мм;

V - объем или вес анализируемой пробы, л или кг;

V₁ - объем экстракта, введенный в хроматограф, мл;

V_2 - общий объем экстракта, полученный после растворения сухого остатка, мл;

A - процент определения, найденный предварительно;

3. Требования безопасности

Соблюдаясь требования безопасности обычно рекомендуются для работ с химическими реактивами.

4. Настоящие методические указания разработаны В.Д.Филлен и С.В.Чудковой (ВНИИ гигиены в токсикологии и радиационной биологии и пластических масс, Ижев).