ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

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

Часть VIII

Москва - 1977 г.

gost.e-ecolog.ru

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Стр.

Определение остаточных количеств хлорорганических препаратов в присутствии полихлорированных бифенилов в воде методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов. I
Авторы: Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Определение фталофоса, его метаболитов и промежуточных продуктов синтеза (фталамида, оксаметилфталамида и хлорметилфталамида) в биологических субстратах. 9
Авторы: М.А.Клисенко, М.В.Письменная

Хроматографический метод определения фталофоса и фозалона в воде и рыбе и фозалона в растительном материале и мясе. I4
Авторы: Г.А.Троицина, А.Ф.Конехов

Газо-хроматографический метод определения фозалона и мальбекса в биологическом материале теплокровных. 23
Авторы: Д.Б.Гиренко, З. Златев, М.А.Клисенко

Определение фозалона в молоке и тканях животных, траве, свекле, картофеле, комбикорме методом хроматографии в тонком слое. 26
Авторы: Г.А.Таланов, В.В.Лещев, Н.И.Рыженов

Определение фозалона в биологических субстратах с помощью газо-жидкостной хроматографии. 3I
Авторы: Г.А.Таланов, В.В.Лещев, Н.И.Рыженов

Определение хлорофоса и фосфамида в плодах шиповника методом тонкослойной хроматографии. 38
Авторы: Г.И.Крамаренко

Газо-адсорбционный метод определения хлорофоса в молоке, органах и тканях животных и яйцах кур. 42
Авторы: В.Б.Лещев, Г.А.Таланов, Т.А.Аббасов, В.В.Ермаков.

Определение карбофоса в молоке, органах и тканях животных методом тонкослойной хроматографии. 46
Авторы: Е.Г.Даурова, Г.А.Таланов, С.Д.Павлов.

Хроматографический метод определения корала в воде и биосубпродуктах. 50
Автор: Кухтина О.С.

Определение витакс и фосфамида в кормах. 55
Автор: А.Р.Конихов

Хроматографический метод определения в тонком слое сайфоса в растениях гороха, картофеля, томатах и почве. 59
Авторы: Кошатова Ф.И., Петрова Т.М.

ПРОИЗВОДНЫЕ МОЧЕВИНЫ

Газохроматографический метод определения линурона в эфирных маслах и маслосодержащем сырье. 64
Авторы: Тарасов Ю.С., Клисенко М.А., Хилих Л.А.

Хроматографический метод определения малорана в воде. 68
Авторы: М.А.Клисенко, М.Б.Письменная

Хроматографический метод определения линурана в сырье мака масличного. 73
Авторы: И.Б.Букина, Г.П.Пушкина

Определение остаточных количеств тенорана в ягодах земляники и в почве хроматографией в тонком слое. 77
Авторы: Т.С.Борисов, Б.А.Сигаева

ПРОИЗВОДНЫЕ СИМ-ТРИАЗИНОВ

Методы определения остаточных количеств симм-триазинов (симазина, атразина, прометрина, пропазина, карагарда, семерона, мезоранила) в зерне кукурузы, яблоках, винограде, мандаринах, капусте; почве, воде. 80

ПРОИЗВОДНЫЕ АРИЛОКСИАЛКИЛКАРБОНОВЫХ И КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

Определение полиэтиленгликолевого эфира 2,4-Д в зерне пшеницы и воде методом газо-жидкостной хроматографии. 94
Авторы: И.И.Пиленкова, А.И.Зорова, А.Д.Фатьянова, В.Д.Чмиль.

Определение бензилового эфира 2,4-Д в зерне пшеницы и воде методом газо-жидкостной хроматографии. 102
Авторы: И.И.Пиленкова, А.И.Зорова, А.Д.Фатьянова, Г.К.Морина, В.Д.Чмиль.

Хроматографические методы определения остаточных количеств γ-(2,4-дихлорфеноксн) масляной кислоты (2,4-ДМ) в воде, растительном материале и продуктах питания. 110
Авторы: В.Д.Чмиль, М.А.Клисенко

Хроматографические методы определения остаточных количеств 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в воде, почве, фураже, продуктах питания растительного и животного происхождения. 118
Авторы: В.Д.Чмиль, Д.И.Чкаников, Н.Н.Павлова, А.М.Макеева

Метод определения остаточных количеств 4-хлор-2 метилфеноксиуксусной кислоты (2М-4Х) в воде, растительном материале и продуктах питания с помощью газо-жидкостной хроматографии. 133
Авторы: В.Д.Чмиль, М.А.Клисенко

Метод определения остаточных количеств трихлорацетата натрия и трихлоруксусной кислоты в воде, почве и растительном материале газо-жидкостной хроматографией. 138
Авторы: Е.Ч.Чмиль, Н.И.Глембицкий.

ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Определение роданистого натрия в зерне люпина, в воде, дефолианте, биологическом материале (мышцы, паренхиматозные органы, головной мозг, кровь). 143
Авторы: А.Т.Иванов, Е.А.Павлович

Метод определения остаточных количеств суффикса (карахола) в воде и зерне пшеницы методом газо-жидкостной хроматографии. 149
Авторы: А.Д.Татьянова, О.В.Петрова, В.Д.Чмиль.

Экспрессный метод обнаружения тетраметилдисульфида (ТМТД) в зерне. 154
Авторы: С.Д.Анциферов, А.В.Николаев

Хроматографический и спектрофотометрический метод определения зоокумарина в мышечной ткани, крови животных, в препарате пенукомарине и приманках (кормах). 156
Авторы: В.В.Ермаков, Д.Ф.Траханов, Болоховец М.Ф.

Определение остаточных количеств нитрохлора в капусте и воде методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов. 168
Авторы: К.Ф.Новикова, Л.И.Лещинская

Определение дактала в воде, картофеле, почве методом газо-жидкостной хроматографии. 172
Авторы: К.И.Пашкевич, Т.В.Платинина, Е.В.Кириченко.

Хроматографический метод определения препарата 680 в луке, моркови, томатах. 176
Авторы: И.И.Пиленкова, А.Д.Фатьянова, Г.К.Мормна.

Методические рекомендации по определению препарата Депра в воде и растительном материале. 181
Авторы: И.И.Пиленкова, А.Д.Фатьянова.

Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии. 185
Авторы: И.А.Антонова.

Определение севина в биологических субстратах методом тонкоолойной хроматографии. 190
Автор: О.А.Малинин

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ СИМ-ТРИАЗИНОВ (СИМАЗИНА, АТРАЗИНА ПРОМЕТРИНА, ПРОПАЗИНА, ИГРАНА, КАРАГАРДА, СЕМЕРОНА, МЕЗОРАНИЛА) В ЗЕРНЕ КУКУРУЗЫ, ЯБЛОКАХ, ВИНОГРАДЕ, МАНДАРИНАХ, КАПУСТЕ, ПОЧВЕ, ВОДЕ

В описании методов выделения препаратов из проб, очистки экстрактов и количественного определения использованы разработки авторских коллективов:

I. Определение остаточных количеств триазиновых гербицидов /симазина, атразина, пропазина, прометрина и приматола-М/ в зерне кукурузы и воде методом ГЖХ -Л.И. Лещинская, К.Ф. Новикова, Л.И. Хлюпина/ ВНИИ химических средств защиты растений, Москва/;

2. Газохроматографический метод определения карагарда в почве, винограде, виноградном соке - Л.Д. Микадзе, В.И. Кофанов (Грузинский НИИ защиты растений, Тбилиси);

Хроматографические методы определения семерона, мезоранила, карагарда в воде, яблоках, капусте -М.С. Петросян, С.Г. Геворкян, Д.Е. Гиренко, Мовсетян Н.А. (ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г. Киев);

4. Определение симазина, атразина, прометрина и играна в эфирных маслах и маслосодержащем сырье методом газовой хроматографии - Якубович А.Д., Баранов Ю.С., Клисенко М.А. (ВНИИ эфиромасличных культур, Симферополь);

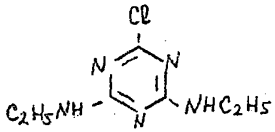
5. Определение карагарда в воде, почве и фруктах (яблоки) методом ТСХ - М.С. Петросян, Ж.С. Степанян, А.Е. Василенко, Ж.А. Арутюнян (Армянский филиал ВНИИГИНТОКС, Ереван);

6. Определение карагарда в почье и мандаринах методом хроматографии в тонком слое, автор Л. Микадзе (Грузинский институт защиты растений).

В дальнейшем при описании методики даны ссылки на вышеперечисленные методики.

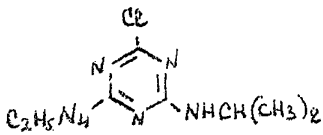
Характеристика препаратов

2-хлор-4,6-бис /этиламино/ симм-триазин/приматол-с, газатон, Г-27692, бладекс, видекс, цитразин, симазин/. Белое кристаллическое вещество, без запаха, температура плавления 225-227°С.



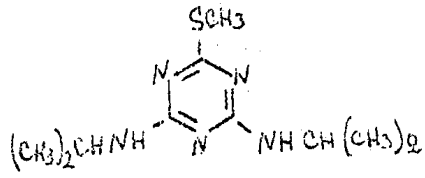
Плохо растворяется в воде и органических растворителях. Малолетуч: давление паров - 6,I x 10^{-9} мм рт.ст. Симазин устойчив в сухом состоянии при комнатной температуре в присутствии воды, в слабокислой или слабоосновной средах. При повышенных температурах в кислых и щелочных средах подвергается гидролизу. Применяется в качестве гербицида с содержанием д.в. 50% .

2-хлор-4-этиламино-6-изопропиламино-симм-триазин/атразин, приматол-А, гезаприм, аатрекс, Г-30027 /. Бесцветный кристаллический порошок, не имеющий запаха, температура плавления I73 - I75°С.



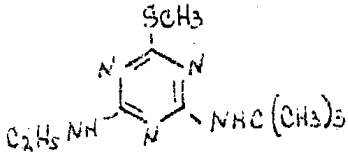
Атразин плохо растворим в воде и слабо в органических растворителях. Малолетуч: давление паров 3,0 x I0 мм рт.ст. В сухом виде, в водной суспензии при нейтральной, слабокислой или щелочной реакции при комнатной температуре атразин стабилен. При более высоких температурах в присутствии воды при кислой или щелочной реакция подвергается гидролизу; при облучении ультрафиолетовым и солнечным светом разлагается. Применяется в качестве гербицида с содержанием д.в.50%.

2-метилмеркапто - 4,6 бис - /изопропиламино / -симм-триазин / прометрин, гезапакс, капарол, Г-34I5I /, белое кристаллическое вещество без цвета и запаха, температура плавления II8 - I20°.



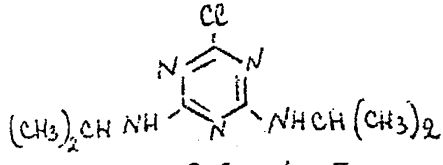
В воде растворим лучше, чем хлортриазины. В большинстве органических растворителей растворим хорошо. Давление паров: 10×10^{-6} мм рт.ст. В сухом состоянии, в виде суспензий водных, в нейтральной слабокислой или щелочной среде, при комнатной температуре прометрин устойчив. При повышенных температурах гидролизуется водой в кислой или щелочной среде. Применяется в качестве гербицида с содержанием д.в. 50%.

2-метилмеркапто-4-этиламино-6-трет-бутиламино-симм-триазин /игран, тербутрин, пребан, ГС-14260 / белое кристаллическое вещество без запаха, температура плавления 104 – 105°С.



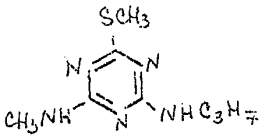
В воде растворим, как и прометрин. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. В сухом состоянии стабилен. При повышенных температурах и щелочной или кислой среде гидролизуется водой. Применяется в качестве гербицида с содержанием д.в. 50%.

2-хлор-4,6 бис/изопропиламино /-симм-триазин/ пропазин, гезамил, приматол-П милоград, г-30028 /



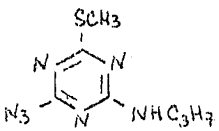
Растворимость в воде 8,6 мг/л. Плохо растворим в большинстве органических растворителей.

2-метилмеркапто-4 метиламино-6 изопропиламино-симм-триазин / семерон,



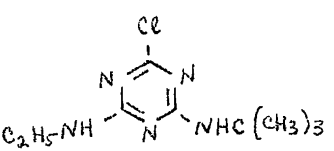
десметрин, Т-34360 /. Хорошо растворим в органических растворителях. Растворимость в воде 580 мг/л.

2-азидо-4 изопропиламино-6-метилтио-симм-триазин / мезоранил, азипротрин, брасоран /.

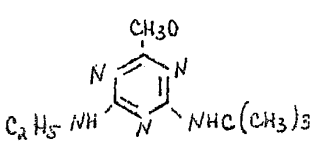


Хорошо растворим в органических растворителях. Растворимость в воде 75 мг/л.

2-хлор-4-этиламино-6 трет-бутиламино-симм-триазин/хлоркарагард, приматол М, ГС-I3529 /.



2-метокси-4 этиламино-6 трет-бутиламино-симм-триазин / метокси-карагард, ГС-I4259 /



Карагард, технический препарат, представляет собой смесь 25% хлор-карагарда и 25% метокси-карагарда. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей.

Реактивы и растворы

I. Стандартные растворы симм-триазинов в гексане[2,3]; гексан-этаноле / I:I/[4]; ацетоне[I] с концентрацией I00 мкг/мл; I0 мкг/мл; I мкг/мл.
2. н-гексан, х.ч. перегнанный[2-5].
3. Хлороформ мед.[2-5]
4. Ацетон [1,4]
5. Бензол, х.ч.[I]
6. Этилацетат, х.ч.[I]
7. Диэтиловый эфир[4] - для наркоза
8. Ацетонитрил[8], х.ч.
9. Спирт этиловый, ректификат[I,4]
I0. Хлористый натрий, насыщенный раствор[4]
II. Сульфат натрия, безводный[I-5]
I2. Соляная кислота 0,5 N[I]; 0,I N [2,3,5]; I N [4]
I3. Едкий натр 0,5 N[I,2,3,5]; I N[4]
I4. Уголь активированный марки "БАУ"[2]
I5. Окись алюминия II ст.активности[2]

Приготовление колонки для очистки экстракта - в узкую часть колонки помещают тампон из обезжиренной ваты и наполняют окисью алюминия / на 7 см / и активированным углем марки "БАУ" / на 4 см /.

I6. Окись алюминия, нейтральная, II ст.активности по Брокману[I]
I7. Азот особой чистоты[I-4]
I8. 5% метилсиликонового каучука SE-30, нанесенного на хроматон N-AW / 0,I6 - 0,20 мм/[3,4]
I9. 3% versamid 900, нанесенного на хроматон N-AW / 0,I6 - 0,20 мм /[3]
20. 5% ХЕ-60, нанесенного на хроматон N-AW / 0,I6 - 0,20 мм/[2]
2I. 2,5% карбовакс 20 м и 2,5% апьезона N_1, нанесенного на хроматон N-AW , промытого кислотой и силанизированного ГМДС / 0,I6 - 0,20 мм /[I]
22. Силикагель КСК[3], I00 меш - I4 г силикагеля, I г $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ и 40 мл дистиллированной воды тщательно пе-

ремешивают. Массу наносят равномерно на 6-7 пластинок 9 х 12 см.

23. Проявляющие реактивы: I/ Смесь равных объемов 0,4% ацетонового раствора бромфенолового синего и 2% водного раствора азотнокислого серебра; 2/ 4% водный раствор лимонной кислоты [5].
24. Проявляющие реактивы: получение хлора - смешивают равные объемы 3% $KMnO_4$ и 12% HCl в CCl_4, фильтруют через бумажный фильтр, хранят в холодильнике. 0,2 г о-толидина растворяют в 2 мл уксусной кислоты; 0,8 г KI растворяют в 2 мл дистиллированной воды, смешивают растворы и доводят водой до 200 мл[3]
25. Пластинки "Silufol" для хроматографии[5].

Приборы и посуда

1. Газовый хроматограф с термоионным детектором / Цвет-5, Цвет-106, газохром и другие модели / [1-4]
2. Гомогенизатор или кофемолка
3. Ротационный испаритель
4. Колонки хроматографические: 16 х 2 см[1]; 25 х 2 см[2]
5. Микрошприц МШ-10[1-4]
6. Встряхиватель универсальный АВУ-1
7. Колбы конические
8. Воронки делительные
9. Колбы грушевидные НШ 14,5; 19; 29
10. Баня водяная
11. Пипетки на 1 и 5 мл
12. Пробирки с притертыми пробками
13. Камера для хроматографирования
14. Стеклянные пластинки 9 х 12 см.

ВЫДЕЛЕНИЕ СИМАЗИНА, ПРОПАЗИНА, АТРАЗИНА, ПРОМЕТРИНА, ИГРАНА В ОБЪЕКТАХ ВНЕШНЕЙ СРЕДЫ

Вода[1]. 1 л анализируемой воды помещают в делительную воронку емкостью 1,5 л, пипеткой добавляют в воду 1 мл этилового спирта и экстрагируют гербициды 50 мл бензола четыре-

раза. Перед каждой экстракцией добавляют в воду по I мл этилового спирта. Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия / I0 г /. Экстракт фильтруют небольшими порциями в грушевидную колбу емкостью 30 мл. Каждую порцию фильтрата упаривают с помощью ротационного испарителя до объема I-2 мл, последнюю порцию упаривают досуха.

Зерно кукурузы. Навеску, измельченной с помощью кофейной мельницы кукурузы / 25 г /, помещают в круглодонную колбу емкостью 250 мл, заливают 50 мл этилацетата и экстрагируют гербициды в течение 30 мин на механическом встряхивателе. Экстракт фильтруют в круглодонную колбу на 250 мл. Экстракцию повторяют еще два раза этим же количеством растворителя. Объединенный экстракт упаривают до объема I-2 мл при помощи ротационного вакуумного испарителя. Остаток количественно при помощи ацетона переносят в пробирку. Ацетон упаривают до объема 2 мл и переносят количественно на хроматографическую колонку, заполненную окисью алюминия с высотой слоя I5 см. Гербициды элюируют со слоя сорбента I00 мл этилацетата со скоростью 60 кап./мин. Элюат собирают в круглодонную колбу. Растворитель упаривают с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема I-2 мл, затем количественно с помощью ацетона переносят остаток в пробирку. Ацетон из пробирки упаривают на горячей водяной бане. Следы растворителя отдувают слабым током воздуха. К сухому остатку добавляют пипеткой 2 мл ацетона. Пробирку закрывают притертой пробкой, тщательно обмывают стенки растворителем и вводят в хроматограф 2 мкл полученного раствора.

а/ Эфирные масла. Прометрин, игран [4]. Навеску эфирного масла I0 мл растворяют в 50 мл этанола. Колбу закрывают пробкой, встряхивают, оставляют на 30 мин. Затем добавляют I0 мл I N соляной кислоты, I5 мл насыщенного раствора хлористого натрия, 50 мл дистиллированной воды. Весь раствор количественно переносят в делительную воронку емкостью I000 мл. Раствор на воронке промывают I3 х 30 мл гексан: эфир / 7:I /. Промытый нижний водный слой подщелачивают I0 мл I N едкого натра до pH 7-8 и экстрагируют симм-триазины хлороформом 3 х 50 мл. Экстракты объединяют, высушивают над безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на ротационном испари-

ле при температуре бани не выше 50°С. Колбу смывают I мл смеси гексан: этанол / I:I / и аликвоту вводят в хроматограф.

Симазин, атразин. Навеску эфирного масла I0 мл растворяют в 50 мл ацетонитрила. Колбу закрывают пробкой, встряхивают и оставляют на 30 минут. Затем в колбу добавляют I0 мл I N соляной кислоты. Смесь переносят в делительную воронку емкостью I л и промывают 5х30 мл смесью гексан: эфир / 7:I /, отделяя каждый раз верхний слой. Промытый нижний слой подщелачивают I0 мл I N едкого натра до pH 7-8 и прибавляют I5 мл насыщенного раствора хлористого натрия и 50 мл дистиллированной воды и экстрагируют 3х50 мл хлороформа. Экстракты объединяют, высушивают над безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре бани 50°С. Колбу смывают I мл смеси гексан: этанол / I:I / и аликвоту вводят в хроматограф.

б/ Маслосодержащее сырье / растения, цветы, семена /. Измельченную навеску 50 г гомогенизируют с I50 мл ацетона и оставляют на I час. Затем содержимое колбы фильтруют через фильтр с синей полосой. Фильтрат упаривают на ротационном испарителе до I5-20 мл, охлаждают, прибавляют 50 мл 0,I N соляной кислоты и оставляют на I-I,5 часа. Затем содержимое колбы фильтруют. В фильтрат добавляют 5 мл I н едкого натра и переносят на делительную воронку на I000 мл. Из полученного раствора экстрагируют симм-триазин 3х50 мл хлороформом. Экстракты объединяют, высушивают над безводным сульфатом натрия и упаривают до одной капли на ротационном испарителе при температуре бани 50°С. Колбу смывают I мл смеси гексан: эфир / I:I / и аликвоту вводят на хроматограф.

ВЫДЕЛЕНИЕ СЕМЕРОНА, МЕЗОРАНИЛА, КАРАГАРДА ИЗ ОБЪЕКТОВ ВНЕШНЕЙ СРЕДЫ

Почва[2,5]. I00 г воздушно-сухой почвы растирают в ступке, просеивают через почвенное сито, заливают в конической колбе хлороформом до покрытия пробы и оставляют на ночь. Отфильтрованный экстракт хроматографируют через колонку с окисью алюминия и активированным углем марки "БАУ", а затем сушат без-

водным сернокислым натрием. Очищенную таким образом пробу упаривают досуха в концентраторе, смывают со стенок I мл гексана и вводят в хроматограф аликвотную часть гексанового экстракта.

Растительная проба / яблоки, виноград, капуста /[2,3,5]. 25 г измельченной пробы заливают гексаном или петролейным эфиром до покрытия пробы. Встряхивают 30 мин. Препарат экстрагируют трижды по 50 мл органического растворителя. Раствор фильтруют через слой б/в сульфата натрия и упаривают досуха при температуре бани не выше 60°.

К сухому остатку прибавляют 2-3 мл 0,5 Н соляной кислоты, тщательно снимая остаток со стенок колбы, сливают раствор через слой ваты в делительную воронку. Колбу еще трижды ополаскивают по I мл соляной кислоты и сливают в ту же воронку. В делительную воронку приливают 5 мл 0,5 н раствора едкого натра, а затем по каплям доводят раствор до нейтральной реакции / по индикаторной бумаге /. Из нейтрального водного раствора препарат экстрагируют трижды по 10-15 мл хлороформа, предварительно насыщенного водой. Отделяют органический слой, сушат б/в сульфатом натрия и упаривают досуха.

Виноградный сок[2], мандарины[6] 25 г пробы заливают 25 мл хлороформа, встряхивают в делительной воронке и оставляют на ночь. Затем отделяют хлороформенный слой, пропускают его через колонку с окисью алюминия и активированным углем, затем сушат безводным сульфатом натрия. Очищенную пробу упаривают досуха, смывают со стенок I мл гексана и аликвотную часть хроматографируют.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ И КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА СОДЕРЖАНИЯ СИММ-ТРИАЗИНОВ С ПОМОЩЬЮ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Условия хроматографирования	Набивка колонки			
	2,5% карбовакс 20 м + 2,5% апиезон L[1]	3% Versamid 900[3]	5% ХЕ-60[2]	5% SE-30[3,4]
I	2	3	4	5

I. Температур-

I	2	3	4	5
ный режим:				
испаритель	225	220	220	230
термостат колонок	225	I85	200	I90
2. Размеры колонки см	I70x0,35	I00x0,3	200x0,3	I00x0,3
3. Расход газов, мл/мин:				
азот	50	22	20	25
водород	I5	I6	I5	I8
воздух	I50	400	400	400
4. Скорость протяжки ленти диаграммы, мм/мин	6	6	3,5	4
5. Рабочая шкала	$2{,}5\cdot10^{-11}$	$1\cdot10^{-10}$	$50\cdot10^{-12}$ $100\cdot10^{-12}$ $200\cdot10^{-12}$	$100\cdot10^{-12}$
6. Линейный диапазон детектирования, нг	I-80 для атразина; I-60 для прометрина	I-I00 для хлоркарагарда I-80 для мезоранила	I-5000 для хлоркараганда	2-500 для прометрина и играна; I-300 для симазина и атразина
7. Вводимый объем, мкл	3-5	3-5	3-5	2
8. Минимально детектируемое количество, нг	I	5	0,5-I	игран-2 прометрин-2 симазин-I мезоранил-I карагард- 3

I	2	3	4	5
9. Время удерживания, мин:				
пропазин	6'50''	4'20"	-	-
атразин	8'10"	5'10"	-	8'45"
прометрин	10'03"	6'00"	-	16'30"
симазин	10'58"	6'10"	-	8'45"
игран	-	-	-	18'15"
хлоркарагард	7'23"	4'40"	7'00"	1'48"
метоксикарагард	-	3'50"	9'00"	-
семерон	-	6'50"	-	2'00"
мезоранил	-	9'26"	-	2'36"

Перед хроматографированием в упаренный экстракт добавляют точно измеренное количество гексана, после чего аликвоту вводят в хроматограф.

Количественное определение проводят методом сравнения высоты пика исследуемого вещества в пробе и известного количества стандарта

$$X = \frac{C \cdot H_2 \cdot V_2}{H \cdot V_1 \cdot a}$$, где

X - количество препарата в мг/кг
C - количество препарата в стандартном растворе, введенного в хроматограф, нг
H - высота пика стандартного раствора препарата в мм
H_2 - высота пика препарата в пробе, мм
V_1 - инъектируемый объем, мкл
V_2 - объем анализируемой пробы, мл
a - навеска, г.

Другим вариантом является использование калибровочных коэффициентов для препарата. Для этого вводят в хроматограф

от 2 до 10 мкл стандартных растворов. Расчет калибровочных коэффициентов производят по формуле:

$$K = \frac{1}{n}\left(\frac{H_1}{C \cdot V_1} + \frac{H_2}{C \cdot V_2} + \ldots + \frac{H_n}{C \cdot V_n}\right)$$, где

n – число вводимых проб стандартных растворов;

$H_{1,2\ldots n}$ – высоты пиков вещества, мм;

C – концентрация стандартных растворов, мкг/мл;

$V_{1,2\ldots n}$ – объем вводимого стандартного раствора, мкл.

Для определения препаратов методом абсолютной калибровки используют формулу

$$X = \frac{H \cdot W}{K \cdot V \cdot A}$$, где

X – количество препарата в объекте, мг/кг;

H – высота пика, мм;

W – объем анализируемой пробы, мл;

K – калибровочный коэффициент, мм/нг;

V – объем, вводимой аликвоты в хроматограф, мкл;

A – навеска, г.

Воспроизводимость метода при доверительной вероятности = 0,95

для играна в масле лаванды 77± 6,4%, в сырье лаванды – 77,6%;

для прометрина в масле лаванды – 70 ± 8,1%, в растительном сырье лаванды 74,4%;

для атразина в масле кориандра – 85± 9,5% в растительном сырье кориандра – 75,3%;

для симазина в масле лаванды 85 ± 9,5%, в растительном сырье лаванды – 75,8%;

– пределы обнаружения в мг/кг:

игран в эфирном масле – 0,2, в эфирномасличном сырье – 0,04;

прометрин в эфирном масле – 0,2, в эфирномасличном сырье – 0,04;

симазин в эфирном масле – 0,I, в эфирномасличном сырье – 0,02;

атразин в эфирном масле – 0,I, в эфирномасличном сырье – 0,02;

При определении гербицидов в воде и кукурузе предел обнаружения составляет 0,00I м./л и 0,04 мг/кг соответственно. Аналитическая открываемость в кукурузе: пропазина 80,0 – I00%, атразина 80,4 – I00,0%, симазина 74,3 – I00,0%, прима-тола – М 80,5 – 99,0, прометрина 75 – I00,0%; в воде: пропази-на 80,7 – 92,0%, атразина 84,5 – 89,5%, симазина 8I,8 – 89,5%, приматола-М 80,8 – 92,8%, прометрина 78,5 – 85,4%.

Пределы обнаружения карагарда в почве 0,0I мг/кг; семе-рона, мезоранила, карагарда в зеленой массе, виноградном со-ке 0,05 мг/кг.

Аналитическая открываемость составляет 90 ± 5% при дове-рительной вероятности –0,95.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ И КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕМЕРОНА, МЕЗОРАНИЛА И КАРАГАРДА МЕТОДОМ ТСХ ^{3,5}

Подготовленные и упаренные досуха экстракты проб наносят на пластинку "Silufol" или КСК. Рядом микропипеткой наносят стандартный раствор препарата. Пластинку помещают в хромато-графическую камеру, в которую налит подвижный растворитель – смесь н-гексана и ацетона в соотношении I0:3. Края пластинки погружают в растворитель не более чем 0,5 см. После того, как фронт растворителя поднимется на I0 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до полного испарения раство-рителя.

На пластинках "Silufol" обнаружение производят раствором бромфенолового синего и азотнокислого серебра, высушивают. После чего опрыскивают хроматограмму вторым проявителем – 4% водным раствором лимонной кислоты. При наличии препаратов на пластинке проявляются синие пятна; пластинки с силикагелем КСК после камеры с подвижным растворителем высушивают при комнатной температуре, а затем помещают в эксикатор, содержа-щий равные объемы 3% раствора $KMnO_4$ и I2% раствора HCl в CCl_4.

Через 3-6 мин. пластинку вынимают и высушивают 10 мин. при комнатной температуре. Затем пластинку опрыскивают раствором о-толидина. Триазины проявляются на хроматограмме в виде ярко-синих пятен.

Величины R_f триазинов в подвижном растворителе гексан - ацетон / 10 : 3 /

Препарата	Пластинки [5] Silufol	Силикагель КСК [3]
Хлоркарагард	0,23 ± 0,05	0,52 ± 0,05
Метоксикарагард	0,59 ± 0,05	0,37 ± 0,04
Семерон	-	0,45 ± 0,04
Мезоранил	-	0,70 ± 0,02

Количественное определение проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен проб и стандартов.

Расчет результатов анализа проводят по формулам:

$$X = \frac{A}{B} \quad \text{или} \quad X = \frac{a\,S_2}{S_1}$$

где X - содержание препарата в пробе в мг/кг или мг/л;

A - количество препарата, найденное путем визуального сравнения размера и интенсивности пятен пробы и стандартных растворов в мкг;

B - вес или объем исследуемой пробы в г или мл;

a - содержание препарата в стандартном растворе в мкг;

S_1 - пятна стандартных растворов в мм^2;

S_2 - площадь пятна пробы в мм^2.

Предели обнаружения бромфеноловым синим - 1 мкг; о-толидином - 0,5 мкг в анализируемом объекте. Аналитическая открываемость 82 ± 4,8%.

Л-91892 от 23.8.77. Заказ 3824 Тираж 2600 Формат 60x84/16

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru