"Утверждено" Министерством здравоохранения СССР

"29" июля 1991 г.

N 6261-91

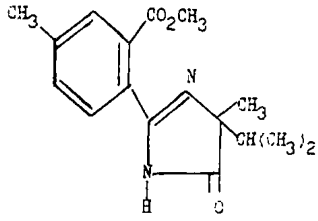
**Методические указания по определению имазаметабенз-метила в воде, почве, растительных объектах газожидкостной хроматографией.**

1. Характеристика препарата.

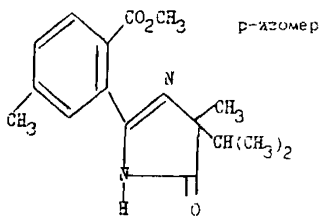
Химическое название: Имазаметабенз-метил.

Смесь изомеров: метил -6-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)-м-толуат; метил -6-(4-изопропил-4-метил-5-оксо-2-имидазолин-2-ил)-р-толуат (смесь изомеров). Торговое название Ассерт, ф. Цианамид, США.

Структурная формула:




м-изомер




р-изомер

Эмпирическая формула: $C_{16}H_{20}N_2O_3$

Молекулярная масса 288,35.

Соотношение изомеров: р:м = 63:37 (не более)

р:м = 56:44 (не менее).

Рекомендован для применения на зерновых культурах.

2. Методика определения имазаметабенз-метила в воде, почве, растительных объектах газожидкостной хроматографией.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на экстракции пестицида из анализируемых проб 1%-ным раствором соляной кислоты в смеси органических растворителей (ацетон+метанол = 1:1), очистке экстракта н-гексаном, перераспределении пестицида из ацетоно-метанольной среды в хлороформ при pH=3,5 и дальнейшем определении препарата методом газо-жидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов.

---

Разработчики: Н.И.Киселева, Н.П.Пархомчук, С.И.Гнед (УкрНИИГИНТОКС, г. Киев)



gost.e-ecolog.ru

**2.1.2.** Метрологическая характеристика метода.

Число параллельных определений - 5.

Размах варьирования:

-вода - 85,0-93,0 %

-почва - 76,0-89,0 %

- растения - 73,0-85,0%

Среднее значение определения:

- вода - 88,4%

- почва - 81,8%

- растения - 77,8%

Стандартное отклонение:

- вода - 0,343

- почва - 0,549

- растения - 0,569

Относительное стандартное отклонение:

- вода - 3,8

- почва - 6,7

- растения - 7,3

Доверительный интервал среднего при n=5, P=0,95:

- вода - 88,4± 1,5%

- почва - 81,8± 6,6%

- растения - 77,8± 6,8%

Предел обнаружения - 0,01 мг/кг (почва, растения); - 0,005 мг/л (вода).

**2.2.** Реактивы и растворы.

Ацетон, ос.ч., ТУ 6-09-3513-86.

н-гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.

Имазаметабенз, ан.стандарт, фирма Цианамид.

Метиловый спирт, х.ч.

Натрий хлористый, насыщенный водный раствор.

Натрий сернокислый, безводный, х.ч., ГОСТ 4166-76, промытый ацетоном и н-гексаном.

Соляная кислота, 1%-ный водный раствор и 0,5 М раствор.

Гидроокись натрия, 5 М р-р.

Хлороформ, ГОСТ 20013-74.

Газ-носитель - азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74.

Стандартный раствор имазаметабенз-метила в ацетоне - 0,5 мкг/мл.

Смесь для экстракции: 1%-ная хлористоводородная кислота в смеси ацетона и метанола (1:1) : к 1 л метанола прибавляют 1 л ацетона и 20 мл концентрированной HCl и смешивают.

**2.3.** Посуда и оборудование.

Воронки химические фильтровальные, ГОСТ 8613-75, d=90 мм.

Воронки делительные, 250 мл, ГОСТ 8313-75.

Колбы конические, 100, 250 мл, ГОСТ 8613-75.

Мерные пипетки, 1, 2, 5, 10, 50 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72.

Стеклянная колонка длиной 1 м, диаметр 3 мм, заполненная неподвижной фазой SE-30 (5%) на хроматоне N-AW DMCS (0,16-0,20 мм).

Фильтры бумажные, беззольные (синяя лента).

Хроматограф "Цвет", "Кристалл-2000" или аналогичный, снабженный детектором по захвату электронов.

Испаритель ротационный, ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

**2.4.** Отбор и хранение проб.

**2.4.1.** Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" от 21.08.79 г., N 2051-79.

Пробы хранят при необходимости в холодильнике.

**2.5.** Описание определения.

**2.5.1.** Экстракция.

Почва. Почву сушат на воздухе, просеивают через сито (100 меш), берут навеску в количестве 50 г, помещают в коническую колбу, прибавляют 100 мл смеси для экстракции (1%-ная HCl, метанол + ацетон = 1:1) и энергично встряхивают на аппарате для встряхивания 15 мин.

Декантируют пробу через бумажный фильтр (синяя лента), а к пробе снова приливают смесь для экстракции (100 мл) и встряхивают 15 мин. Фильтруют пробу на воронке Бюхнера, используя бумажный фильтр (синяя лента). Промывают пробу почвы на фильтре смесью для экстракции. Фильтраты объединяют, переносят в делительную воронку емкостью 500 мл, прибавляют 50 мл н-гексана, энергично встряхивают 30 секунд. Ждут, когда фазы разделятся. Нижнюю ацетоно-метанольную фазу переносят в другую аналогичную делительную воронку, снова прибавляют 50 мл н-гексана, встряхивают 30 сек. Гексан отбрасывают, когда слои разделятся. Нижний слой переносят в коническую колбу емкостью 500 мл. С помощью 5 М р-ра NaOH устанавливают pH раствора равной 3,5. После этого данный раствор переносят в делительную воронку, прибавляют 80 мл хлороформа и 50 мл дистиллированной воды, встряхивают в течение 5 минут. Ждут, когда фазы разделятся и отделяют нижнюю хлороформенную фазу. Еще дважды повторяют экстракцию ацетоно-метанольной фазы 80 мл хлороформа. Хлороформенные экстракты объединяют, добавляют 50 мл 0,5 М раствора HCl и производят переэкстракцию пестицида в солянокислый раствор, встряхивая при этом растворы в течение 5 мин.

Когда слои разделятся, нижний хлороформенный слой переносят в другую делительную воронку, прибавляют 50 мл 0,5 М раствора соляной кислоты, встряхивают в течение 5 мин. Нижний хлороформенный слой отбрасывают, а солянокислый объединяют с предыдущим. Устанавливают pH среды, доводят ее значение до величины равной 3,5 с помощью 5 М раствора NaOH. Из соляно-

кислого раствора производят переэкстракцию пестицида снова в хлороформ. Для этого солянокислый раствор переносят в 500 мл делительную воронку, прибавляют 50 мл хлороформа, встряхивают 5 мин. Нижний хлороформенный слой отделяют, а к солянокислому снова прибавляют 50 мл хлороформа, встряхивают 5 мин.

Нижний слой отделяют. Хлороформенные экстракты объединяют, сушат безводным сульфатом натрия, упаривают на ротационном испарителе досуха. К сухому остатку добавляют 1 мл ацетона. Из этого раствора аликвоту 2-3 мкл вводят в газовый хроматограф.

Растения (пшеница, ячмень, солома).

Анализируемые объекты измельчают, солому режут ножом. Берут навеску 20 г, помещают ее в коническую колбу емкостью 250 мл, прибавляют 50 мл смеси для экстракции (1% HCl, метанол + ацетон = 1:1). Навеску соломы заливают таким количеством смеси, чтобы она была полностью покрыта растворителем. Пробы энергично встряхивают на аппарате для встряхивания 15 мин. Дальнейшие процедуры аналогичны таковым, описанным для анализа пестицида в почве.

Вода. В делительную воронку емкостью 250 мл помещают 100 мл анализируемой воды. Устанавливают pH=3,5 с помощью 0,5 М раствора HCl. Прибавляют 50 мл хлороформа, встряхивают в течение 5 мин. После разделения слоев, нижний хлороформенный слой отделяют, а к водной фазе прибавляют снова 50 мл хлороформа и встряхивают 5 мин. Нижний слой отделяют. Хлороформенные экстракты объединяют, сушат безводным сернокислым натрием и растворитель упаривают на ротационном испарителе досуха. К сухому остатку добавляют 1 мл ацетона. Аликвоту этого раствора (2-3 мкл) вводят в хроматограф.

**2.5.2.** Условия хроматографирования:

- рабочая шкала электрометра $20 \cdot 10^{-12}$ А
- скорость протяжки ленты 240 мм/час
- температура термостата колонки - 240° С
- температура термостата детектора - 250° С
- температура термостата испарителя - 275° С
- скорость газа-носителя-азота через колонку - 40 мл/мин
- объем, вводимый в испаритель - 2-3 мкл
- линейность детектирования - 0,2-12 нг
- время удерживания - 62 сек (основной пик).

**2.6.** Расчет результатов анализа.

Количество пестицида (X), мг/кг или мг/л вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C.H_2.V.100}{H_1.V_1.p.K_1}$$, где

C - количество пестицида в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг;

$H_1$ - высота пика стандартного раствора пестицида, введенного в хромато-

раф, мм;

$H_2$- высота пика пестицида в пробе, мм;

$V_1$- объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл;

V - общий объем экстракта, мл;

р - масса анализируемой пробы, мл или г;

$K_1$- процент определения пестицида в данном виде почв, растений, обусловленный потерями при проведении анализа.

**3.** Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

gost.e-ecolog.ru