УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации
Первый заместитель министра здравоохранения
Российской Федерации
Г.Г.ОНИЩЕНКО

24 июня 2003 г.

МУК 4.1. 1476-03

Дата введения: 30 июня 2003 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕНДИМЕТАЛИНА В ВОДЕ, ПОЧВЕ, КОЧАНАХ КАПУСТЫ, СЕМЕНАХ И МАСЛЕ ПОДСОЛНЕЧНИКА МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1. Вводная часть.

Краткая характеристика препарата.

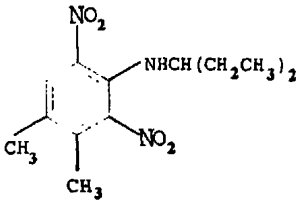
Фирма-изготовитель: Агротрейд.

Торговое название: КОБРА.

Действующее вещество: пендиметалин.

Название по ИЮПАК: *N*-(1-этилпропил)-2,6-динитро-3,4-=кси-лидин.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{13}H_{19}N_3O_4$.

Молекулярная масса: 281,3.

Химически чистое вещество: кристаллы желтого цвета.

gost.e-ecolog.ru

Температура плавления д.в.: 56-57^{0}С. Растворимость д.в. (г/1000мл) при 20^{0}С в воде - 0,3 , хорошо растворим в ароматических углеводородах и их галогенпроизводных. Устойчив в щелочной и кислой средах.

Краткая токсикологическая характеристика: LD_{50} для крыс – 1050-1250 мг/кг, дерм. для кроликов – > 5000 мг/кг, для птиц – 4-10 мг/кг, для пчел – > 49,8 мкг/особь.

Гигиенические нормативы: ПДК в воде водоемов – 0,05 мг/л, ОДК в почве – 0,15 мг/кг, ВМДУ в капусте – 0,05 мг/кг, в сое (семенах и масле) – 0,1 мг/кг.

Область применения препарата: КОБРА, КЭ - гербицид для борьбы с однолетними двудольными и злаковыми сорными растениями.

2. Метод определения пендиметалина в воде, почве, кочанах капусты, семенах и масле подсолнечника с применением газожидкостной хроматографии.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении остаточных количеств пендиметалина из анализируемого объекта органическими растворителями, проведении очистки экстракта перераспределением в системе несмешивающихся растворителей и на хроматографической колонке с оксидом алюминия. Количественное определение проводят методом внешнего стандарта с применением газожидкостной хроматографии с использованием детектора электронного захвата (ДЭЗ).

2.1.2. Избирательность метода.

Метод специфичен в присутствии других применяемых пестицидов. Проведение очистки экстрактов, а также использование селективного детектора позволяет устранять влияние коэкстрактивных веществ на анализ пендиметалина.

2.1.3. Метрологическая характеристика метода.

Диапазоны измеряемых концентраций, пределы обнаружения и другие метрологические параметры метода представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1.

Метрологические параметры метода.

Метрологические параметры, P=0,95, n=28	Анализируемые объекты:				
	Вода	Почва	Кочаны капусты	Семена подсолнечника	Масло подсолнечника
Предел обнаружения, мг/дм^3, мг/кг	0,005	0,05	0,025	0,05	0,05
Диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3, мг/кг	0,005-0,04	0,05-0,4	0,025-0,2	0,05-0,4	0,05-0,4
Среднее значение определения, %	90,2	88,3	91,0	84,6	80,6
Стандартное отклонение, S%	4,3	5,8	4,7	6,5	6,8
Относительное стандартное отклонение, DS %	2,1	2,3	2,5	3,3	3,4

Таблица 2.

Полнота определения пендиметалина в модельных пробах (n=6)

Анализируемые объекты	Внесено, мг/дм^3, мг/кг	Извлечено, %	Доверительный интервал среднего результата, %
Вода	0,005 0,01 0,02 0,04	85,6 88,0 91,4 95,8	± 4,5 ± 4,3 ± 3,9 ± 3,4
Почва	0,05 0,1 0,2 0,4	83,4 87,0 90,1 92,8	± 4,9 ± 4,1 ± 3,3 ± 3,0
Кочаны капусты	0,025 0,05 0,1 0,2	85,6 90,0 93,1 95,0	± 4,4 ± 3,9 ± 3,5 ± 3,3

Семена подсолнечника	0,05 0,1 0,2 0,4	80,6 83,1 85,9 88,7	± 5,5 ± 4,6 ± 3,9 ± 3,5
Масло подсолнечника	0,05 0,1 0,2 0,4	75,7 80,0 82,0 84,7	± 7,0 ± 6,3 ± 5,7 ± 4,9

2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Аналитический стандарт пендиметалина.

Азот газообразный высокой чистоты, ТУ 301-07-25-89.

Ацетон, осч, ТУ 2633-004-11291058-94.

Ацетонитрил для хроматографии, хч, ТУ 6-09-4326-76.

Вата медицинская, ТУ 9393-001-00302238-97.

Вода дистиллированная и перегнанная над $KMgO_4$ и щелочью.

н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78.

Калия гидроокись, чда, ГОСТ 24363-80.

Натрий сернокислый б/в (сульфат), чда, ГОСТ 4166-76.

Натрий хлористый, чда, ГОСТ 4233-77.

Оксид алюминия для хроматографии, ч., размер частиц 100-200 мкм, 2-й степени активности по Брокману, нейтральный.

Смесь н-гексан:этиловый эфир, 80:20, по объему.

Фильтры бумажные, красная лента, ТУ 2642-001-42624157-98.

Фильтры бумажные, белая лента, ТУ 2642-001-42624157-98.

Фильтры бумажные, синяя лента, ТУ 2642-001-42624157-98.

Эфир этиловый (серный), ОСТ 84-2006-88.

Элюент для колоночной хроматографии: смесь н-гексан : ацетон, 90:10, по объему.

2.3. Приборы, аппаратура, посуда.

Хроматограф газовый с ДЭЗ (ДИР).

Колонка хроматографическая набивная стеклянная длиной 1м и внутренним диаметром 3мм с неподвижной фазой 5% SE-30 на хроматоне N-Super, 0,125-0,160 мм.

Колонка хроматографическая капиллярная кварцевая длиной 15 м и внутренним диаметром 0,32 мм с неподвижной фазой SE-52, толщина пленки 0,4 мкм.

Колонки хроматографические стеклянные длиной 30 см и внутренним диаметром 1,0 см с оксидом алюминия 2-й степени активности по Брокману для очистки экстрактов.

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

Весы аналитические типа ВЛА-200, ГОСТ 34104-80.

Весы лабораторные типа ВЛКТ-500, ГОСТ 24104-80.

Воронки делительные емкостью 250 и 500 мл, ГОСТ 25336-82.

Воронки для фильтрования стеклянные, ГОСТ 25336-82.

Инструментарий для подготовки проб (пинцет анатомический, скальпель, ножницы и др.).

Колбы-концентраторы емкостью 100 и 250 мл, ГОСТ 25336-82.

Колбы плоскодонные емкостью 100, 300 и 500 мл, ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные со шлифом емкостью 25, 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Мельница электрическая лабораторная, ТУ 46-22-236-79 или аналогичная.

Микрошприц МШ-10, ТУ 2-833-106.

Насос водоструйный, ГОСТ 10696-75.

Ротационный вакуумный испаритель типа ИР-1 или аналогичный.

Пипетки мерные емкостью 1, 2, 5 и 10 мл, ГОСТ 20292-74.

Сито с диаметром отверстий 1,0 мм.

Стаканы химические на 100, 200 и 500 мл, ГОСТ 25336-82.

Ступка фарфоровая с пестиком, ГОСТ 9147-80.

Установка для перегонки растворителей при атмосферном давлении.

Установка для упаривания растворителей в токе азота.

Установка ультразвуковая "Серьга" УЗМ002 или аналогичная.

Флаконы стеклянные (типа пенициллиновых) емкостью 10,0 мл.

Чашки фарфоровые, ГОСТ 9147-80 Е.

Шкаф сушильный, ТУ 64-1-1411-76 Е.

Электроплитка, ГОСТ 14919-83 Е.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Подготовка и очистка растворителей.

Перед началом работы рекомендуется проверить чистоту применяемых органических растворителей. Для этого 100 мл растворителя упаривают в ротационном вакуумном испарителе при температуре +40^{0}С до объема 1,0 мл и хроматографируют. При обнаружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в

наружении мешающих определению примесей очистку растворителей производят в соответствии с общепринятыми методиками.

2.4.2. Подготовка и кондиционирование набивной колонки.

Подготовленной насадкой (5% SE-30 на хроматоне N-Super или другом носителе) заполняют стеклянную колонку и уплотняют ее под вакуумом. Колонку устанавливают в термостате хроматографа, не подсоединяя к детектору, и кондиционируют ее при рабочем расходе газа-носителя и температуре 250^{0}С в течение 8-10 часов.

2.4.3. Приготовление стандартных растворов.

Основной раствор пендиметалина с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением в ацетоне 0,01 г аналитического стандарта в мерной колбе на 100 мл. Раствор хранят в холодильнике при температуре +4-6^{0}С не более трех месяцев.

Рабочие стандартные растворы с концентрациями 4,0, 2,0, 1,0 и 0,5 мкг/мл готовят из основного стандартного раствора пендиметалина последовательным разбавлением ацетоном. Рабочие растворы хранят в холодильнике при температуре +4-6^{0}С не более месяца.

В модельных опытах при изучении полноты извлечения пендиметалина используют ацетоновые растворы стандартного вещества.

2.4.4. Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика в инжектор хроматографа вводят по 1-2 мкл рабочего раствора пендиметалина с концентрацией 0,5, 1,0, 2,0 и 4,0 мкг/мл. Осуществляют не менее трех параллельных измерений и находят среднее значение высоты (площади) хроматографического пика для каждой концентрации. Строят калибровочный график зависимости высоты (площади) хроматографического пика в мм (мм^2) от концентрации пендиметалина в растворе в мкг/мл.

2.4.5. Подготовка хроматографической колонки с оксидом алюминия 2-й степени активности по Брокману для очистки экстрактов.

Оксид алюминия прогревают в фарфоровой чашке в сушильном шкафу при +150^{0}С в течение 5-ти часов и охлаждают до комнатной температуры. Для приготовления оксида алюминия 2-й степени активности по Брокману внутреннюю поверхность колбы со шлифом объемом 0,5 л увлажняют 2,8 мл дистиллированной воды и добавляют в колбу 100 г активированного оксида алюминия. Содержимое колбы тщательно перемешивают. Колбу с подготовленным оксидом алюминия хранят герметично закрытой.

Стеклянную колонку длиной 30 см и внутренним диаметром 1,0 см заполняют (при легком встряхивании) 5,0 г оксида алюминия (высота слоя ~7,0 см). Над слоем ок-

сида алюминия помещают слой безводного сульфата натрия высотой 2,0 см и содержимое колонки перед использованием промывают 15 мл смеси н-гексан:ацетон (90:10).

2.5. Отбор, первичная обработка и хранение проб.

Отбор проб для анализа проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными 21.08.1979г., № 2051-79.

Пробы воды при наличии взвеси фильтруют через бумажный фильтр красная лента и хранят в закрытой стеклянной таре при температуре +4-6^{0}С не более 3 дней.

Пробы почвы просушивают до воздушно-сухого состояния при комнатной температуре в отсутствии прямого солнечного света и хранят при комнатной температуре в закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре.

Из каждого кочана пробы капусты по осевой линии вырезают 1/4 часть. Полученную среднюю пробу измельчают и хранят в морозильной камере при температуре не выше –18^{0}С в закрытой полиэтиленовой таре.

Пробы семян подсолнечника просушивают до стандартной влажности и хранят в закрытой стеклянной или полиэтиленовой таре.

Пробы масла подсолнечника хранят при +4-6^{0}С в закрытой стеклянной таре.

2.6. Подготовка проб к определению.

Пробы почвы перед анализом рассыпают на бумаге или кальке и пестиком размина-ют крупные комки, из проб пинцетом удаляют включения: корни растений, насекомых, камни, стекло, кости, уголь и другие. После этого пробы почвы растирают в ступке пестиком, просеивают через сито с диаметром отверстий 1,0 мм и после перемешивания отбирают усредненную аналитическую пробу.

Пробы семян подсолнечника перед анализом рассыпают на бумаге или кальке и пинцетом удаляют включения. Семена измельчают на лабораторной мельнице и после перемешивания измельченной массы отбирают усредненную аналитическую пробу.

2.7. Проведение определения.

2.7.1. Вода.

2.7.1.1. Экстракция пендиметалина.

Аналитическую пробу воды объемом 100 см^3 помещают в делительную воронку емкостью 500 мл, добавляют 1,0 мл 10% водного раствора гидроокиси калия и 50 мл

насыщенного водного раствора хлористого натрия. В воронку добавляют 75 мл смеси н-гексан:этиловый эфир (80:20) и содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстаивания нижний ацетоно-водный слой сливают в плоскодонную колбу емкостью 300 мл, а верхний гексано-эфирный слой фильтруют через слой безводного сульфата натрия (толщина слоя ~ 2,0-2,5 см), помещенный на бумажный фильтр синяя лента, в колбу-концентратор емкостью 250 мл. Экстрагирование и фильтрование повторяют с использованием 50 мл смеси н-гексан:этиловый эфир (80:20). После этого нижний ацетоно-водный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединенным гексано-эфирным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители при температуре +40^{0}С до объема 3-5 мл. Остаток экстракта количественно переносят во флакон (типа пенициллинового) емкостью 10 мл и упаривают растворители в токе азота досуха при температуре +40^{0}С.

Сухой остаток, находящийся во флаконе, растворяют в 1 мл ацетона и проводят количественное определение пендиметалина по п.2.7.6.

2.7.1.2. Очистка экстракта.

При обнаружении в хроматографируемой пробе коэкстрактивных веществ, мешающих определению, проводят очистку экстракта на хроматографической колонке с оксидом алюминия по п. 2.7.3.2.

2.7.2. Почва.

2.7.2.1. Экстракция пендиметалина.

Аналитическую пробу почвы массой 10,0±0,1 г помещают в плоскодонную колбу емкостью 300 мл, добавляют 100 мл смеси ацетон:бидистиллированная вода (95:5), слегка встряхивают и подвергают обработке ультразвуком в УЗ-бане в течение 10 минут. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в в колбу-концентратор емкостью 250 мл. Внутренние стенки колбы с пробой ополаскивают 20 мл ацетона, который также фильтруют в в колбу-концентратор.

При использовании аппарата для встряхивания в плоскодонную колбу с аналитической пробой вносят 100 мл смеси ацетон:бидистиллированная вода (95:5) и встряхивают в течение 60 минут. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в колбу-концентратор емкостью 250 мл. Внутренние стенки колбы с пробой ополаскивают 20 мл ацетона, который также фильтруют в колбу-концентратор.

Колбу-концентратор с объединенным ацетоновым экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворитель при температуре +40^{0}С до объема 20-30 мл. Остаток экстракта количественно переносят в делительную воронку емкостью 500 мл. В воронку добавляют 100 мл дистиллированной воды, 1,0 мл 10% водного раствора гидроокиси калия и 50 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия. Содержимое воронки перемешивают встряхиванием в течение 1-й минуты. После этого в воронку добавляют 75 мл смеси н-гексан:этиловый эфир (80:20) и содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстаивания нижний ацетоно-водный слой сливают в плоскодонную колбу емкостью 300 мл, а верхний гексано-эфирный слой фильтруют через слой безводного сульфата натрия (толщина слоя ~ 2,0-2,5 см), помещенный на бумажный фильтр синяя лента, в колбу-концентратор емкостью 250 мл. Экстрагирование и фильтрование повторяют с использованием 50 мл смеси н-гексан:этиловый эфир (80:20). После этого нижний ацетоно-водный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединенным гексано-эфирным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители при температуре +40^{0}С до объема 3-5 мл. Остаток экстракта количественно переносят во флакон (типа пенициллинового) емкостью 10 мл и упаривают растворители в токе азота досуха при температуре +40^{0}С.

Сухой остаток, находящийся во флаконе, растворяют в 1 мл ацетона и проводят количественное определение пендиметалина по п.2.7.6.

2.7.2.2. Очистка экстракта.

В случае обнаружения в хроматографируемой пробе коэкстрактивных веществ, мешающих определению, проводят очистку экстракта на хроматографической колонке с оксидом алюминия по п. 2.7.3.2.

2.7.3. Кочаны капусты.

2.7.3.1. Экстракция пендиметалина.

Аналитическую пробу капусты массой 20,0±0,1 г помещают в плоскодонную колбу емкостью 500 мл, добавляют 150 мл ацетона, слегка встряхивают и подвергают обработке ультразвуком в УЗ-бане в течение 10 минут. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в колбу-концентратор емкостью 250 мл. К остатку пробы, находящейся в колбе, приливают 50 мл ацетона и процедуру экстрагирования и фильтрования повторяют.

При использовании аппарата для встряхивания в колбу с аналитической пробой вносят 150 мл ацетона и встряхивают в течение 60 мин. Содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в колбу-концентратор емкостью 250 мл. Внутренние стенки колбы с пробой ополаскивают 50 мл ацетона, который также фильтруют в колбу-концентратор.

Колбу-концентратор с объединенным ацетоновым экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворитель при температуре +40^{0}С до объема 20-30 мл. Остаток экстракта количественно переносят в делительную воронку емкостью 500 мл. В воронку добавляют 100 мл дистиллированной воды, 1,0 мл 10% водного раствора гидроокиси калия и 50 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия. Содержимое воронки перемешивают встряхиванием в течение 1-й минуты. После этого в воронку добавляют 75 мл смеси н-гексан:этиловый эфир (80:20) и содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстаивания нижний ацетоно-водный слой сливают в плоскодонную колбу емкостью 300 мл, а верхний гексано-эфирный слой фильтруют через слой безводного сульфата натрия (толщина слоя ~ 2,0-2,5 см), помещенный на бумажный фильтр синяя лента, в колбу-концентратор емкостью 250 мл. Экстрагирование и фильтрование повторяют с использованием 50 мл смеси н-гексан:этиловый эфир (80:20). После этого нижний ацетоно-водный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединенным гексано-эфирным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители при температуре +40^{0}С до объема 3-5 мл. Остаток экстракта количественно переносят во флакон (типа пенициллинового) емкостью 10 мл и упаривают растворители в токе азота досуха при температуре +40^{0}С.

2.7.3.2. Очистка экстракта на колонке с оксидом алюминия 2-й степени активности по Брокману.

Сухой остаток во флаконе растворяют в 5,0 мл смеси н-гексан:ацетон (90:10) и переносят его в подготовленную хроматографическую колонку с оксидом алюминия. В хроматографической пробе (пробы воды и почвы, пп.2.7.1. и 2.7.2.) упаривают ацетон досуха в токе азота при температуре +40^{0}С. После охлаждения до комнатной температуры сухой остаток экстракта растворяют в 5,0 мл смеси н-гексан:ацетон (90:10) и переносят его для очистки в подготовленную колонку с оксидом алюминия.

Пендиметалин элюируют 30,0 мл смеси н-гексан:ацетон (90:10), собирая элюат в колбу-концентратор. Растворители элюата упаривают досуха в ротационном вакуумном испарителе при температуре +40^{0}С.

Сухой остаток элюата растворяют в 1 мл ацетона и анализируют его на содержание пендиметалина по п.2.7.6.

2.7.4. Семена подсолнечника.

2.7.4.1. Экстракция пендиметалина.

Аналитическую пробу семян подсолнечника массой 10±0,1 г помещают в плоскодонную колбу емкостью 300 мл, добавляют 100 мл смеси ацетон:н-гексан (80:20), слегка встряхивают и подвергают обработке ультразвуком в УЗ-бане в течение 10 мин. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в колбу-концентратор емкостью 250 мл. Внутренние стенки колбы с пробой ополаскивают 50 мл смеси ацетон:н-гексан (80:20) и также фильтруют в колбу-концентратор.

При использовании аппарата для встряхивания в плоскодонную колбу с аналитической пробой вносят 100 мл смеси ацетон:н-гексан (80:20) и встряхивают в течение 60 минут. После этого содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр красная лента в колбу-концентратор емкостью 250 мл. Внутренние стенки колбы с пробой ополаскивают 50 мл смеси ацетон:н-гексан (80:20) и также фильтруют в колбу-концентратор.

Колбу-концентратор с объединенным ацетоно-гексановым фильтратом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители до объема 10-20 мл при температуре +40^{0}С. В колбу-концентратор добавляют 150 мл бидистиллированной воды, 25 мл водного насыщенного раствора хлористого натрия и содержимое колбы перемешивают встряхиванием. Колбу-концентратор помещают в холодильную камеру на 60 минут и выдерживают при +4-6^{0}С или в морозильную камеру на 15 минут, где выдерживают при температуре –18^{0}С. После этого содержимое колбы фильтруют через складчатый бумажный фильтр красная лента в делительную воронку емкостью 500 мл. В делительную воронку добавляют 1,0 мл 10% водного раствора гидроокиси калия и после перемешивания 75 мл смеси н-гексан:этиловый эфир (80:20). Содержимое воронки энергично встряхивают в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстаивания нижний ацетоно-водный слой сливают в плоскодонную колбу емкостью 300 мл, а верхний гексано-эфирный слой фильтруют через слой безводного сульфата натрия (толщина слоя ~ 2,0-2,5 см), помещенный на бумажный фильтр синяя лента, в колбу-концентратор емкостью 250 мл. Экстрагирование и фильтрование повторяют с исполь-

зованием 50 мл смеси н-гексан:этиловый эфир (80:20). После этого нижний ацетоно-водный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединенным гексано-эфирным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители при температуре +40^{0}С до объема 3-5 мл. Остаток экстракта количественно переносят во флакон (типа пенициллинового) емкостью 10 мл и упаривают растворители в токе азота досуха при температуре +40^{0}С.

2.7.4.2. Очистка экстракта.

Очистку экстракта проводят на хроматографической колонке с оксидом алюминия по п. 2.7.3.2.

2.7.5. Масло подсолнечника.

2.7.5.1. Экстракция пендиметалина.

Аналитическую пробу масла массой 10,0±0,1 г растворяют в 50 мл н-гексана (насыщенного ацетонитрилом) в плоскодонной колбе емкостью 100 мл и после этого гексановый раствор масла переносят в делительную воронку емкостью 250 мл. Колбу промывают 50 мл ацетонитрила (насыщенного н-гексаном) и переносят его в воронку. Содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстаивания нижний ацетонитрильный слой сливают в колбу-концентратор емкостью 100 мл. Колбу промывают еще 25 мл ацетонитрила (насыщенного н-гексаном) и также переносят в воронку (250 мл). Содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут, отстаивают 5 минут и нижний ацетонитрильный слой объединяют с предыдущим. Верхний гексановый слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединенным ацетонитрильным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворитель досуха при температуре +50^{0}С. Сухой остаток растворяют и количественно переносят в делительную воронку емкостью 500 мл тремя объемами 10+10+10 мл ацетона. К ацетоновому экстракту, находящемуся в делительной воронке, добавляют 100 мл дистиллированной воды, 1,0 мл 10% водного раствора гидроокиси калия и 50 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия. Содержимое воронки перемешивают встряхиванием в течение 1-й минуты. После этого в воронку добавляют 75 мл смеси н-гексан:этиловый эфир (80:20) и содержимое воронки встряхивают в течение 2-х минут. После 5-ти минутного отстаивания нижний ацетоно-водный слой сливают в плоскодонную колбу емкостью 300 мл, а верхний гексано-эфирный слой фильтруют через слой безводного сульфата натрия (толщина слоя ~ 2,0-2,5 см), помещенный на бумажный фильтр синяя лента, в колбу-

концентратор емкостью 250 мл. Экстрагирование и фильтрование повторяют с использованием 50 мл смеси н-гексан:этиловый эфир (80:20). После этого нижний ацетоно-водный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединенным гексано-эфирным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители при температуре +40^{0}С до объема 3-5 мл. Остаток экстракта количественно переносят во флакон (типа пенициллинового) емкостью 10 мл и упаривают растворители в токе азота досуха при температуре +40^{0}С.

2.7.5.2. Очистка экстракта.

Очистку экстракта проводят на хроматографической колонке с оксидом алюминия по п. 2.7.3.2.

2.7.6. Условия хроматографирования.

2.7.6.1. При использовании набивной колонки.

Газовый хроматограф "Цвет-560" с ДПР .

Колонка хроматографическая набивная длиной 1,0 м и внутренним диаметром 3,0 мм с неподвижной фазой 5% SE-30 на хроматоне N – Super, 0,125-0,16 мм.

Показания электрометра: 8×10^9.

Скорость движения ленты самописца: 0,25 см/мин.

Температура колонки: 190^{0}С.

Температура испарителя: 230^{0}С.

Температура детектора: 300^{0}С.

Расход газа-носителя (азот в/ч): 40 см^3/мин.

Объем вводимой пробы: 1 мкл.

Время удерживания пендиметалина: 3,8±0,1 мин.

Предел детектирования: 0,25 нг.

Линейный диапазон детектирования: 0,5-8,0 нг.

2.7.6.2. При использовании капиллярной колонки.

Газовый хроматограф с ДЭЗ (ДПР).

Колонка хроматографическая капиллярная длиной 15 м и внутренним диаметром 0,32 мм с неподвижной фазой SE-52, толщина слоя 0,4 мкм.

Температура колонки: программирование от 80^{0}С (1 мин) до 280^{0}С (15 мин) со скоростью 10^{0}С/мин.

Температура испарителя: 230^{0}С.

Температура детектора: 300^{0}С.

Расход газов: газа-носителя (азот в/ч) - 2,0 $см^3$/мин, дополнительного газа (азот в/ч) к ДЭЗ - 40 $см^3$/мин.

Объем вводимой пробы: 1 мкл.

Время удерживания пендиметалина: 15,75±0,05мин.

Предел детектирования: 0,25 нг.

Линейный диапазон детектирования: 0,5-8,0 нг.

2.7.7. Обработка результатов анализа.

Содержание пендиметалина рассчитывают методом внешнего стандарта по формуле:

$$X = \frac{H_1 \times A \times V}{H_0 \times m}$$, где:

X – содержание пендиметалина в пробе, мг/кг или мг/$дм^3$,

H_1 – высота (площадь) пика анализируемого вещества, мм ($мм^2$),

H_0 – высота (площадь) пика стандартного вещества, мм ($мм^2$),

A – концентрация стандартного раствора пендиметалина, мкг/мл,

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования,мл,

M – объем ($см^3$) или масса (г) аналитической пробы.

3. Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, электронагревательными приборами и сжатыми газами, а также требования, изложенные в документации к приборам.

4. Контроль погрешности измерений.

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости результатов измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями МИ 2335-95 "Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа".

5. Разработчики.

В.И. Долженко, П.А.Тарарин, Т.А. Маханькова, Л.В. Григорьева, Е.И.Кожемякова (ВНИИ защиты растений).

gost.e-ecolog.ru