Утверждаю
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
А. И. Заиченкс
18.11.1977 № 1790—77

Методические указания по определению микроколичеств трефлана и нитрофора*

Настоящие методические указания распространяются на определение трефлана в воде, почве, горохе, сахарной свекле, эфирных маслах, эфирномасличном сырье, томатах, томатном соке, капусте, лекарственном сырье и нитрофора в воде, семенах хлопка, сое при санитарном контроле.

Краткая характеристика препаратов. Трефлан: 2,6-динитро-4-трифторметил-N-N′-ди-н-пропиланилин (нитран, трифлуралин) – кристаллическое вещество темно-оранжевого цвета. Эмпирическая формула его $C_{13}H_{16}F_3N_3O_4$, молекулярная масса 335,3. Т. пл. 48,5—49,0 °С, т. кип. 96—97 °С при 0,18 мм рт. ст.; давление паров $1{,}99 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст. при 29,5 °С. Инфракрасный спектр имеет максимум поглощения при 1622, 1535, 1345, 1305, 1172, 1130 $см^{-1}$ в растворе хлороформа. Легко растворим в органических растворителях: гексане, ацетоне, бензоле, ксилоле и др. Плохо растворим в воде (менее 1 мг/л при 27 °С) и этиловом спирте. Применяется в виде концентрата эмульсии с содержанием действующего вещества 25 %,

Нитрофор: 2,6-динитро-4-трифторметил-*N,N*-диэтиланилин – кристаллическое вещество желто-оранжевого цвета с т. пл. 96—97 °С. Эмпирическая формула $C_{11}H_{12}F_3N_3O_4$, молекулярная масса 307,1.

Хорошо растворим во многих органических растворителях, в т. ч. в ацетоне, ксилоле, бензоле, четыреххлористом углероде, диэтиловом эфире. Хуже растворим в гексане и этиловом спирте. Растворимость в воде 2 мг/л при 25 °С.

---

* Методические указания разработали:

1) газохроматографическое определение микроколичеств трефлана в воде, почве и пробах растительного происхождения – И. Ш. Кофман, В. И. Кофанов;
2) газохроматографическое определение микроколичеств трефлана в эфирных маслах и маслосодержащем сырье – Ю. С. Баранов, М. А. Клисенко, Л. А. Хилик;
3) определение остаточных количеств трефлана в томатах методом газожидкостной хроматографии – В. В. Молочников;
4) определение остаточных количеств нитрофора в сое и семенах хлопка с помощью электронно-захватного детектора – Г. А. Бегунов, И. А. Кочеровская;
5) полярографическое определение микроколичеств трефлана и нитрофора в воде, почве, томатах, томатном соке, капусте – М. М. Филимонова, В. Е. Горбунова, Б. Ф. Филимонов.
6) колориметрическое определение трефлана – Н. Г. Попова, У. С. Кашимов, У. Ф. Пулатов в модификации Г. П. Пушкиной, Н. В. Букиной.

gost.e-ecolog.ru

В качестве гербицида используется препарат нитрофор, содержащий 50 % действующего вещества.

Методика определения трефлана и нитрофора газожидкостной хроматографией, а также полярографическим и спектрофотометрическим методами

Основные положения

Методики предназначены для определения трефлана и нитрофора в воде, почве, горохе, сахарной свекле, эфирных маслах, эфирномасличном сырье, томатах, лекарственном сырье, семенах хлопка, сое с помощью газо-жидкостной хроматографии, полярографии и спектрофотометрии. *Принципы методов.* Газожидкостная хроматография. Метод основан на экстракции препаратов гексаном, очистке экстрактов на колонке с окисью алюминия, силикагеля или катионитом КУ-1 и газохроматографическом определении с ДЭЗ на неподвижных фазах SE-30 или полиэтиленгликоль-20М (ПЭГ-20М) и салициловая кислота. Нижний предел определения трефлана в воде, почве, томатах, томатном соке, эфирномасличном сырье 0,01 мг/кг, в эфирных маслах 0,1 мг/кг, в горохе, сахарной свекле 0,02 мг/кг. Нижний предел определения нитрофора в сое 0,002 мг/кг. Степень определения 70—80 %. Метод избирателен в присутствии хлорорганических пестицидов.

Полярография. Метод основан на полярографировании подготовленных экстрактов на фоне 0,05 н. гидроокиси тетраэтиламмония в 60 %-ном метаноле. Потенциал полуволны 0,2 В. Нижний предел определения трефлана и нитрофора в воде 0,01 мг/л, в томатах 0,1 мг/кг, в томатном соке 0,05 мг/л, в почве с большим содержанием гумуса 0,1 мг/кг, в капусте 0,2 мг/кг. Степень определения составляет: в воде, томатах, томатном соке – 80—90 %; капусте, почве с большим содержанием гумуса – 40—60 %.

Спектрофотометрия. Метод основан на измерении оптической плотности подготовленного экстракта из лекарственного сырья при 270 нм. Нижний предел определения 0,1 мг/кг. Степень определения 85—90 %.

Реактивы и растворы

Стандартные растворы трефлана и нитрофора в гексане [1—4] (0,1—1,0 мкг/мл) и в метаноле [5, 6] (100 мкг/мл). Гексан х.ч., перегнанный [1—4]. Метанол х.ч., перегнанный [5, 6]. Сульфат натрия безводный, х.ч. Окись алюминия нейтральная, II степени активности.

Приготовление сорбента: определив потерю массы окиси алюминия при сушке в течение 5 ч при 130 °С, вычислить количество воды, необходимое для доведения влажности Al_2O_3 до 1,5 %. Смочить этим количеством

стенки большой колбы и, добавив необходимое количество Al_2O_3, тщательно перемешать. Готовый сорбент хранить герметически закрытым.

Гексадекан, очищенный серной кислотой [1]. Водный раствор серной кислоты, 50 %-ный [1]. Серная кислота концентрированная [1, 2, 5]. Стандартный раствор линдана в гексане (0,01—0,1 мкг/мл) [1]. Азот особой чистоты [1—4]. Диэтиловый эфир перегнанный [2]. Ацетонитрил ч. [4], перегнанный и пропущенный через колонку 400 × 40 мм, содержащую Al_2O_3 (1,5 % влажности) из расчета 500 мл ацетонитрила на 50 г Al_2O_3. Натрий хлористый х.ч. [4]. Водный раствор натрия хлористого, 7 %-ный [5], 5 %-ный [4]. Силикагель (ЧССР), АСК, КСК (100 меш) [5].

Гидроокись тетраэтиламмония, водный раствор, 10 %-ный [5]. Фон – раствор гидроокиси тетраэтиламмония 0,05 н. в водном 60 %-ном метаноле. Приготовление: к 600 мл метанола прибавляют 64 мл 10 %-ного раствора гидроокиси тетраэтиламмония и доводят дистиллированной водой до 1 л [5]. Раствор пирогаллола «А» 10 %-ный в 37 %-ном водном растворе КОН [5]. Водный раствор КОН, 37 %-ный [5]. Азот газообразный, очищенный от кислорода продуванием через раствор пирогаллола «А» [5]. Ртуть металлическая Р-1 [5]. Раствор серной кислоты в метаноле, 1 н. Приготовление: к 250 мл метанола прибавляют 26,4 г концентрированной серной кислоты и доводят до 500 мл метанолом [5] Катионит кислый КУ-1 [5]. Водный раствор натра едкого, 10 %-ный [5]. Активированный уголь, БАУ [3]. Бензол х.ч. [3]. 5 % SE-30 на хроматоне-N-AW DMCS (0,16—0,20 мм) [1—4]. 5 % полифенилметилсиликонового масла ПФМС-4 на хромосорбе W (80—100 меш) [1—4]. 5 % ПЭГ-20М+0,2 % салициловой кислоты на хроматоне-N-AW DMCS (0,16—0,20 мм) [4].

Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов («Цвет-5», «Цвет-106», «Цвет-126», ЛХМ-8МДП, другие модели) [1—4] Полярограф электронный ПЭ-312 (интегральная, схема) [5]. Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М или спектрофотометры СФ-4а, СФ-16 [4]. Гомогенизатор или кофемолка-электромиксер. Ротационный испаритель ИР-1 или ИР-1М. Колонки хроматографические 300 × 20 мм [1, 2, 6], 250 × 10 мм [3], 400 × 20 мм [4], 400 × 10 мм [3, 4, 5]. Колонка ионообменная 250 × 10 мм [5]. Микрошприц МШ-ЭД [1—4]. Встряхиватель универсальный АВУ-1. Колбы конические. Воронки делительные. Воронки Бюхнера. Колбы Бунзена. Водоструйный насос. Колбы грушевидные на шлифах емкостью 14,5; 19, 29. Елочные дефлегматоры на шлифах емкостью 14,5; 19 [4]. V-образный переходник с керном на шлифах 14,5 [4]. Электролизер на 20 мл [5]. Ртутный капельный электрод с характеристикой $m = 2{,}6165$ мг/с, Т-2,1 с [5]. Каломельный электрод [5]. Склянка

Дрекселя [5]. Лабораторная центрифуга с набором центрифужных стаканов [5]. Трубка полиэтиленовая 10 × 5 мм [5]. Зажим винтовой [5]. Банка полиэтиленовая на 1 л – 2 шт. [5]. Баня водяная с терморегулятором.

Подготовка к определению. Хроматографическую колонку заполняют окисью алюминия или силикагеля, уплотняя их путем легкого постукивания. Перед употреблением колонку промывают гексаном. Для подготовки ионообменной колонки 2 г катионита КУ-1 помещают в химический стакан и добавляют 10 мл метанола. После набухания смолу переносят в колонку (250 × 10 мм) и промывают 20 мл метанола. Пропускают через колонку 20 мл 1 н. серной кислоты в метаноле со скоростью 5 мл/мин и промывают метанолом до pH 7.

Ход анализа. Экстракция трефлана и очистка экстракта из воды. Порцию воды 500 мл, отфильтрованной через беззольный фильтр («синяя лента»), экстрагируют в делительной воронке гексаном трижды по 30 мл. Объединенный, осушенный сульфатом натрия гексановый экстракт упаривают с помощью ротационного испарителя или в струе воздуха на водяной бане при температуре не выше 30 °С. При присутствии в пробе больших количеств хлорорганических инсектицидов к гексановому раствору добавляют 10 мл концентрированной серной кислоты и осторожно встряхивают. Сернокислотный слой переносят в делительную воронку, содержащую 500 мл дистиллированной воды. Оставшийся гексановый раствор промывают без встряхивания 15 мл 50 %-ного раствора серной кислоты, присоединяя его к сернокислотному раствору. Гексановый слой может быть использован для определения остаточных количеств хлорорганических инсектицидов. Трефлан из кислотного слоя экстрагируют гексаном трижды по 30 мл. Осушенный безводным сульфатом натрия гексановый раствор упаривают на ротационном испарителе досуха.

Экстракция трефлана и очистка экстракта из почвы [5]. Пробу (100 г) почвы, просеянной через сито с отверстиями 0,5 мм, экстрагируют 200 мл метанола в аппарате для встряхивания в течение 1 ч. Пробу отфильтровывают на воронке Бюхнера в вакууме водоструйного насоса через фильтр «красная лента». Остаток на фильтре промывают 20 мл метанола, а затем повторно экстрагируют дважды по 50 мл метанола. Объединенный метанольный экстракт помещают в полиэтиленовую банку, приливают 100 мл дистиллированной воды и 100 мл гексана и встряхивают 30 мин в аппарате для встряхивания.

Гексановый слой отделяют в делительной воронке, а водно-метанольный экстрагируют повторно свежей порцией гексана (100 мл) в течение 30 мин. Объединенный гексановый экстракт упаривают до 5 мл с помощью ротационного испарителя или в струе воздуха на водяной бане

при температуре не выше 30 °С. Для удаления из экстрактов присутствующих в них хлорорганических инсектицидов используют перераспределение в системе гексан – концентрированная серная кислота, как описано выше для проб воды.

Получение высокой степени чистоты экстрактов производится с помощью, колоночной хроматографии через колонку 400 × 10 мм с 5 г Al_2O_3 (высота слоя 5 см), предварительно промытую 20 мл гексана. Элюирование проводят 130 мл: гексана. Элюат упаривают на ротационном испарителе или в токе воздуха на водяной бане (при 30 °С). Потери препаратов могут быть снижены добавлением «кипера» («удерживателя») – гексадекана, прибавляемого в количестве 0,5—2,0 мл перед упариванием.

Экстракция трефлана и очистка экстракта из гороха и сахарной свеклы [1]. Измельченную пробу 50 г экстрагируют трижды по 50 мл гексана в аппарате для встряхивания в течение 30 мин (каждая экстракция). К отфильтрованному объединенному гексановому экстракту добавляют 10 мл концентрированной серной кислоты и осторожно встряхивают. Далее поступают, как описано для проб воды.

Экстракция трефлана и очистка экстракта из эфирных масел [2]. Пробу 3 мл эфирного масла (мятного, шалфейного, кориандрового) растворяют в 10 мл гексана и оставляют на 1 ч в тщательно закрытом сосуде. Добавляют к раствору 5 мл концентрированной серной кислоты и оставляют на 20 мин, периодически встряхивая. В делительную воронку емкостью 500 мл наливают 250 мл дистиллированной воды и 30 мл гексана. В эту делительную воронку количественно переносят смесь гексанового раствора масла и концентрированной серной кислоты. Воронку охлаждают и экстрагируют препарат (трефлан) из кислого раствора трижды по 50 мл гексана. Экстракты объединяют, высушивают над безводным сульфатом натрия и упаривают до 5 мл на ротационном испарителе при температуре не выше 50 °С. Остаток переносят на колонку с Al_2O_3 (1,5 % влажности). Колбу смывают четырежды по 5 мл гексана, каждый раз перенося порцию на колонку и ожидая ее полного впитывания. Трефлан элюируют 130 мл гексана порциями по 10 мл. Первые 30 мл отбрасывают. Элюат упаривают на ротационном испарителе досуха.

Экстракция трефлана и очистка экстракта из масло-содержащего сырья [2]. Измельченную навеску сырья 25 г заливают 60 мл гексана и оставляют на 10—12 ч. Далее колбу встряхивают на лабораторном встряхивателе в течение 30 мин и отфильтровывают под вакуумом. Колбу и остаток на фильтре промывают гексаном. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе до объема 5 мл, охлажда-

ют и прибавляют 5 мл концентрированной серной кислоты. Далее поступают, как описано для проб эфирных масел.

Экстракция трефлана и очистка экстракта из томатов [3]. Пробу плодов 200 г измельчают в гомогенизаторе. Навеску 50 г помещают в химический стакан емкостью 150 мл, добавляют 50 г сульфата натрия безводного и полученную массу тщательно перемешивают фарфоровой ложкой. После образования однородной массы к содержимому добавляют 50 мл гексана и продолжают перемешивание в течение 5 мин. Экстракцию гексаном повторяют еще трижды по 30 мл гексана каждый раз по 2—3 мин.

К объединенному экстракту добавляют 0,5 г растертого активированного угля и встряхивают в закрытой колбе в течение 5 мин. Осветленный гексановый экстракт фильтруют через бумажный фильтр. Колбу промывают 20 мл гексана и фильтруют. Объединенный очищенный экстракт упаривают на ротационном испарителе досуха, остаток смывают 15 мл гексана, который переносят на хроматографическую колонку (250 × 10 мм), заполненную 15 мл силикагеля АСК, предварительно промытого 10 мл гексана. Трефлан элюируют из колонки 25 мл смеси гексана и бензола (3 : 8) двумя равными порциями. Элюат упаривают на ротационном испарителе досуха.

Для очистки экстрактов из томатов можно использовать [5] колонку 400 × 10 мм с 2 г окиси алюминия (1,5 % влаги). В этом случае и в качестве элюента применяют гексан 100 мл.

Экстракция трефлана и очистка экстракта из томатного сока [5]. Навеску 100 г томатного сока смешивают с 50 г хлористого натрия и 100 мл подогретого до 40 °С гексана. Содержимое встряхивают на лабораторном встряхивателе в течение 1 ч. Пробу центрифугируют 10 мин и отбирают прозрачный гексановый слой. Таким же способом проводят повторную экстракцию 100 мл гексана в течение 30 мин. Объединенный экстракт упаривают досуха, как описано выше. Очистку проводят на колонке с 2 г Al_2O_3 (1,5 % влаги, размеры колонки 400 × 10 мм). Препарат элюируют 100 мл гексана. Полученный элюат упаривают на ротационном испарителе.

Экстракция трефлана и очистка экстракта из капусты [5]. Навеску 100 г измельченной капусты заливают 200 мл метанола и экстрагируют на аппарате для встряхивания в течение 1 ч. Содержимое фильтруют на воронке Бюхнера через фильтр «красная лента», промывая остаток на фильтре 20 мл метанола. Так же проводят повторную экстракцию 100 мл метанола в течение 30 мин. Объединенные метанольные экстракты помещают в полиэтиленовую банку, приливают 100 мл воды и 100 мл гексана и встряхивают 30 мин на аппарате для встряхивания. К

раствору добавляют 10—20 мл этанола (для разрушения эмульсии) и отделяют гексановый слой центрифугированием. Оставшийся водно-метанольный слой повторно экстрагируют гексаном 100 мл в течение 30 мин. Экстракт объединяют, замеряют объем и упаривают с помощью ротационного испарителя или как описано выше.

К упаренному гексановому экстракту прибавляют 3 мл метанола и растворяют 5—10 мин. Метанольный раствор пропускают через ионообменную колонку со скоростью 1—3 мл/мин. Повторно пропускают смыв колбы из-под упаренного гексанового экстракта в количестве 2 мл. Собирают очищенный метанольный раствор (5 мл).

Экстракция трефлана и очистка экстракта из лекарственного сырья [6]. Измельченную пробу 100 г экстрагируют 100 мл гексана в течение 24 ч. Гексановый экстракт отфильтровывают и промывают 30 мл гексана на воронке Бюхнера. Упаривают пробу до 5 мл на ротационном испарителе и проводят очистку с помощью колоночной хроматографии через колонку 400 × 10 мм с 5 г Al_2O_3 (высота слоя 5 см), предварительно промытую 20 мл гексана. Элюирование проводят 130 мл гексана. Элюат упаривают досуха на ротационном испарителе.

Экстракция нитрофора и очистка экстракта из воды [5]. Воду 1000 мл экстрагируют в делительной воронке 100 мл гексана в течение 10 мин при энергичном встряхивании. Такую же экстракцию проводят еще дважды, после чего экстракты отфильтровывают, объединяют, высушивают сульфатом натрия безводным и упаривают досуха с помощью ротационного испарителя.

Экстракция нитрофора и очистка экстракта из почвы [5]. Выделение нитрофора из почвы аналогично выделению трефлана.

Экстракция нитрофора и очистка экстракта томатов и томатного сока [5]. Выделение нитрофора из томатов и томатного сока аналогично выделению трефлана из томатного сока.

Экстракция нитрофора и очистка экстракта из капусты [5]. Выделение нитрофора из капусты аналогично выделению трефлана из капусты.

Экстракция нитрофора и очистка экстракта из семян хлопка и сои [4]. Измельченную пробу 40 г заливают 200 мл гексана. Колбу периодически нагревают и встряхивают в течение 20 мин на водяной бане при температуре не выше 60 °С. После охлаждения гексановый экстракт отфильтровывают на воронке Бюхнера, дважды промывая осадок по 20 мл. Объединенный экстракт помещают в колбу прибора для отгона растворителя и, регулируя расход воды в водоструйном насосе, добиваются интенсивного кипения содержимого колбы при температуре бани не выше 80 °С. В результате получают маслообразный остаток, который

в этих условиях не кипит. После промывки дефлегматора 10 мл гексана маслообразный остаток и смывы доводят до 50 мл гексаном и переносят в делительную воронку на 250 мл.

Препараты экстрагируют дважды по 50 мл ацетонитрила в присутствии 3 мл насыщенного водного раствора хлористого натрия. Объединенный ацетонитрильный экстракт промывают 15 мл гексана встряхиванием в течение минуты в делительной воронке, после чего ацетонитрильный слой отделяют и разбавляют 600 мл 5 %-ного водного раствора хлористого натрия, переносят в делительную воронку на 1 л и реэкстрагируют препараты дважды по 50 мл гексана. Объединенный гексановый экстракт в количестве около 100 мл промывают дважды дистиллированной водой по 100 мл температурой 55 °С.

Отмытый гексановый слой высушивают сульфатом натрия безводным, после чего упаривают, как было описано выше, до объема 1 мл. Дефлегматор промывают 4 мл гексана и содержимое колбы вместе с последующими 2 мл смывов колбы переносят на стеклянную колонку диаметром 10 мм, которая готовится перед этим следующим образом: 8 г Al_2O_3 II степени активности, дезактивированная водой из расчета 4 г H_20 на 100 г Al_2O_3, вносится в колонку в виде суспензии в гексане. Легким постукиванием по колонке слой Al_2O_3 уплотняют и при наличии слоя гексана над слоем Al_2O_3 высотой 10—15 см вносят 5 г безводного сульфата натрия. Проба вводится в момент исчезновения слоя гексана над безводным сульфатом натрия.

Элюируют 75 мл гексана. Весь гексановый раствор собирают (с момента внесения пробы в колонку) в грушевидную колбу емкостью 150 мл и упаривают до 0,1 мл, как было описано. Содержимое колбы вместе со смывами дефлегматора в количестве $^2/_3$ мл переносят на стеклянную колонку диаметром 10 мм, содержащую 8 г Al_2O_3 II степени активности, дезактивированную водой из расчета 1 г H_20 на 100 г Al_2O_3, и 5 г безводного сульфата натрия. Колонку готовят аналогично вышеописанному.

Элюируют гексаном. Отсчет элюирования производят с момента исчезновения 3 мл гексана, применяемых для смыва стенок колонки после внесения пробы.

Для трефлана начальные 40 мл отбрасывают, а последующие 70 мл собирают. Для нитрофора начальные 60 мл отбрасывают, а последующие 110 собирают.

Элюат упаривают до капли, как описано выше. Обмывают дефлегматор 2 мл гексана и содержимое переносят в мерную пробирку.

Условия хроматографирования продуктов приведены в таблице 16.

16. Условия хроматографирования

Параметры хроматографирования	Трефлан			Трефлан и нитрофор из сои и семян хлопка
	ЛХМ-8МДП [3]	«Цвет-5» [2]	«Цвет-106» [1]	«Цвет-106» [4]
Набивка колонки	5 % ПФМС-4	5 % SE-30	5 % SE-30	5 % ПЭГ-20М + + 0,2 % салициловой кислоты
Носитель	Хромосорб W	Хроматон-N-AW DMCS (0,16—0,20 мм)		
Температурный режим, °С:				
испаритель	200	210	200	220
термостат колонок	190	185	160	150
термостат детекторов	210	230	210	250
Размеры колонки, см	150 × 0,3			100 × 0,3
Скорость газа-носителя азота особой чистоты, мл/мин:				
через колонку		60	35	50
на поддувку		180	120	150
Скорость протяжки ленты диаграммы, мм/ч		360	200	240
Рабочие шкалы, А		$0{,}25 \cdot 10^{-10}$	$20 \cdot 10^{-12}$	$20 \cdot 10^{-12}$
Напряжение на детектирующей системе, В	5	8		
Линейный диапазон детектирования, нг		0,1—4	0,1—5	0,1—5
Минимально детектируемое количество, нг		0,1	0,1	0,1
Вводимый объем, мкл		5	2—4	3
Время, удерживания, мин:				
трефлана	2	1	6	6
нитрофора				4
линдана	5		9	

Идентификация и количественная оценка содержания трефлана и нитрофора с помощью газовой хроматогрфии. Перед хроматографированием в упаренный экстракт добавляют точно измеренное количество гексана, в случае использования метода внутреннего, стандарта – точно измеренное количество стандартного раствора линдана, после чего аликвоту вводят в хроматограф.

Для количественной оценки строят градуировочный график зависимости величины площадей пиков от количества введенного в хроматограф препарата. По полученному графику находят содержание пестицида в конечном объеме и пересчитывают на 1 кг исследуемого продукта.

Другим вариантом является использование градуировочных коэффициентов для препарата, а при методе внутреннего стандарта и для линдана. Для этого вводят в хроматограф от 2 до 10 мкл стандартных растворов. Расчет градуировочных коэффициентов (K, мм/нг) производят по формуле:

$$K = \frac{1}{n}\left(\frac{H_1}{CV_1} + \frac{H_2}{CV_2} + \cdots + \frac{H_n}{CV_n}\right), \text{ где}$$

n – число вводимых проб стандартных растворов;

$H_{1, 2, ..., n}$ – высота пиков вещества, мм;

C –концентрация стандартных растворов, мкг/мл;

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

Количество препарата (X, мг/кг) в анализируемой пробе определяют методом абсолютной калибровки, используя формулу:

$$X = \frac{HV}{KV_1P}, \text{ где}$$

H – высота пика, мм;

V – объем анализируемой пробы, мл;

K – градуировочный коэффициент, мм/нг;

V_1 – объем вводимой аликвоты в хроматограф, мкл;

P – навеска, г.

Содержание препарата в пробе (X, мг/кг) определяют и методом внутреннего стандарта по формуле:

$$X = K\frac{H_т CV}{H_л P}, \text{ где}$$

$H_т$, $H_л$ – высоты пиков соответственно трефлана и линдана, мм;

C – концентрация рабочего раствора линдана, мкг/мл;

V – объем добавленного рабочего раствора линдана, мл;

К – относительный градуировочный коэффициент, который находят по формуле:

$$K = \frac{K_л}{K_т}, \text{ здесь}$$

$К_л$, $К_т$ – градуировочные коэффициенты линдана и трефлана, мм/нг, вычисленные по общей формуле, приведенной выше.

Полярографическое определение трефлана и нитрофора [5] *в воде, томатах, томатном соке, почве.* К остатку после упаривания гексановых растворов прибавляют 7 мл 0,05 н. гидроокиси тетраэтиламмония в 60 %-ном метаноле и растворяют в течение 10 мин. Раствор перемеши-

вают, отфильтровывают через фильтр, «красная лента» в электролизер, продувают 20 мин азот и снимают интегральную полярограмму от – 0,2 В по отношению к ртутному дну при силе тока 2 мкА. Измерив высоту первой волны, по градуировочному графику, построенному в этих же условиях, находят содержание препаратов в экстрактах.

Полярографическое определение трефлана и нитрофора в капусте. К 5 мл очищенного метанольного раствора приливают 3 мл воды и 0,2 мл 10 %-ной водной гидроокиси тетраэтиламмония. Раствор фильтруют через фильтр «красная лента» в электролизер и продувают 20 мин азот, а затем снимают интегральную полярограмму по отношению к насыщенному каломельному электроду от – 0,4 В при силе тока 2 мкА. Измерив высоту волны при Е= –0,9 В, по градуировочному графику, построенному в тех же условиях, находят содержание препаратов в экстрактах.

Содержание гербицидов (X, мг/кг) в почве, томатном соке, томатах и капусте (свежие образцы) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{AV}{V_a P}, \text{ где}$$

А – количество гербицида, найденное по градуировочному графику, мкг;

V – объем гексана, из которого отбирают аликвоту, мл;

V_a – объем гексана, взятый для упаривания (аликвотная часть раствора), мл;

P – навеска, г, или объем воды, мл.

Колориметрическое определение трефлана в лекарственном сырье [6]. К сухому остатку после упаривания растворителя прибавляют 2 мл этилового спирта и 2 мл 10 %-ного раствора едкого натра, смесь осторожно перемешивают и колориметрируют с синим светофильтром. При спектрофотометрировании определение проводят при длине волны 270 нм.

При построении градуировочного графика к серии растворов трефлана в этиловом спирте в концентрациях 10—100 мкг/мл прибавляют по 2 мл этилового спирта и 2 мл 10 %-ного раствора едкого натра.

Количество трефлана в пробе (X, мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

A – количество трефлана, найденное по градуировочному графику, мкг;

P – масса анализируемой пробы, г.

Обработка результатов анализа. Формулы для расчета результатов анализа приведены в данном методическом указании выше.

gost.e-ecolog.ru