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

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

Утверждено
Министерством здравоохранения
СССР
1976 г.

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

Часть УIII

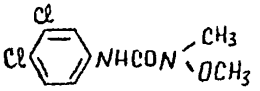
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

Москва - 1977 г.

ГАЗО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЛИНУРОНА В ЭФИРНЫХ МАСЛАХ И МАСЛОСОДЕРЖАЩЕМ СЫРЬЕ

Характеристика препарата

N -3,4-дихлорфенил- N -метил- N'метоксимочевина - линурон / асалон, афалол, гарбитан, Н-2810, лорокс и др. / белое кристаллическое вещество, без запаха, т.пл.93-95°.



$C_9H_{10}Cl_2N_2O_2$

Растворимость в воде при 20° - 75 мг/л. Хорошо растворяется в ацетоне, этаноне, хлороформе, хлористом метилене, диэтиловом эфире. Менее растворим в бензоле и алифатических углеводородах - в петролейном эфире с t° кип -60-70° около 2,5 г/л. Устойчив при хранении. Применяется в качестве гербицида с содержанием д.в. - 80%.

Принцип метода *

Метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы шалфейного, кориандрового, мятного масла или маслосодержащего сырья этих культур н-гексаном, очистке экстрактов концентрированной серной кислотой, экстрагировании линурона из разбавленной серной кислоты н-гексаном с последующей очисткой экстрактов на колонке с окисью алюминия. Идентификация и количественная оценка проводится на газовом хроматографе с детектором по захвату электронов.

Реактивы и растворы

Гексан - "х.ч." - перегнанный
Серная кислота - "х.ч."
Сульфат натрия безводный - "х.ч."
Окись алюминия нейтральная II степени активности ГОСТ 2962-34

---

* Барановцс, Клисенко М.А., Хилик Л.А. ВНИИГИНТОКС и ВНИИЭК, утвержден 20 декабря. №1562-76.

Подготовка окиси алюминия: определить потерю в весе при прокаливании 100 гр окиси алюминия при нагревании в термошкафу при 130°С в течение пяти часов. Вычислить количество воды, которое нужно добавить, чтобы содержание влаги довести до 1,5% и смочить этим количеством стенки колбы с притертой пробкой, емкостью 0,5 л. Добавить в колбу 100 г окиси алюминия и тщательно перемешать путем энергичного встряхивания колбы. Колбу держать герметически закрытой.
Вата гигроскопическая, обезжиренная н-гексаном.
Газ-носитель - азот особой чистоты
Стандартный раствор линурона в н-гексане - 5 мкг/мл и 2 мкг/мл.
Примечание: для экстракции линурона из кислого раствора в случае отсутствия н-гексана можно применять диэтиловый эфир, строго соблюдая при этом предосторожность.

Приборы и посуда

Хроматограф с детектором по захвату электронов
Баллон с азотом особой чистоты
Микрошприц на 10 мкл
Гомогенизатор
Колонка хроматографическая. Подготовка колонки: стеклянную колонку 300х22 мм промывают последовательно содой, хромовой смесью, дистиллированной водой и высушивают. В нижний конец колонки помещают тампон из гигроскопической ваты предварительно обезжиренной н-гексаном. Колонка наполняется приготовленной окисью алюминия при непрерывном постукивании по стенке резиновой трубкой. Высота слоя окиси алюминия - 100 мм /25 г/. Над Al_2O_3 помещают слой безводного сульфата натрия - 30 мм.
Ротационный испаритель - ИР-1
Встряхиватель универсальный - АВУ-1
Колбы конические емкостью - 50, 100, 250 мл
Колбы грушевидные емкостью 25 мл
Колба Бунзена
Воронка делительная емкостью 500 мл
Воронки конические 50 мм и 100 мм
Воронка Бюхнера

Ход анализа

Экстракция и очистка экстрактов

а/ Эфирные масла - / кориандровое, шалфейное и мятное /.

Навеску эфирного масла - 3 мл растворяют в 10 мл н-гексана. Колбу закрывают пробкой и оставляют на 1 час. Затем в колбу добавляют 5 мл концентрированной серной кислоты, встряхивают и оставляют на 20 мин. В делительную воронку емкостью 500 мл наливают 250 мл дистиллированной воды и 30 мл н-гексана. На воронку переносится содержимое колбы после выдержки. После охлаждения экстрагируют н-гексаном из кислого раствора порциями 5 х 30 мл. Экстракты объединяют, высушивают над безводным сульфатом натрия и упаривают до 5 мл на ротационном испарителе. Остаток переносят на колонку с окисью алюминия. После того, как он полностью впитывается в слой адсорбента, колбу промывают 5 мл н-гексана и переносят смыв на колонку. Операцию продельвают пять раз. Ликуров элюируют 100 мл н-гексана порциями по 10 мл. Первые 30 мл окрашенного в темный цвет элюата отбрасывают и, начиная с первой бесцветной капли, собирают остальные 70 мл. Элюат упаривают на ротационном испарителе до одной капли, остальное удаляют струей воздуха. Колбу смывают 5 мл н-гексана и аликвоту вводят в хроматограф.

б/ Маслосодержащее сырье / зерна кориандра и растения /.

Навеску 25 г, измельченную в гомогенизаторе, заливают 60 мл н-гексана и оставляют на 10-12 часов. Затем содержимое колбы 30 минут встряхивают и отфильтровывают под вакуумом. Колбу и осадок на фильтре промывают н-гексаном / дважды /. Экстракт упаривают на ротационном испарителе до 10 мл, охлаждают и прибавляют 5 мл концентрированной серной кислоты. Дальнейший ход анализа аналогичен вышеописанному.

Идентификация и количественная оценка

Условия хроматографирования

- хроматограф "Цвет-5" с детектором по захвату электронов
- рабочая шкала электрометра - $2{,}5 \cdot 10^{-11}$а
- скорость ленты регистратора - 360 мм/час
- колонка стеклянная 3 мм х 1 м, носитель хроматон N - сила-

низированный ДМСS / 0,16 - 0,20 мм /, жидкая фаза - 5% SE - 30

- температурный режим: температура испарителя -210°С, температура колонки - 160°С, температура детектора - 230°С.
- расход азота - 60 мл/мин
- расход азота для поддувки - 180 мл/мин
- напряжение на детекторе 8 в
- линейность показаний детектора - 0,6 мкг - 100 мкг
- вводимый объем - 5 скл
- минимально детектируемое количество линурона - 0,6 мкг
- время удерживания 35 сек
- процентопределения в эфирном масле - 72 ± 2,57%
- в маслосодержащем сырье - 7,2 ± 2,76%
- чувствительность метода для масел - 0,2 мг/кг
- чувствительность метода для сырья - 0,02 мг/кг

Качественный анализ проводится путем сравнения времени удерживания полученных пиков со временем удерживания пиков стандартного раствора.

Количественное определение линурона в анализируемой пробе проводим по следующей формуле:

$$X = \frac{H \cdot V_1}{K \cdot V_2 \cdot A}$$, где

X - количество линурона в пробе, мг/кг
H - высота препарата, мм
V_1 - объем анализируемой пробы, мм
V_2 - объем вводимой пробы, мкл
A - навеска, гр
K - калибровочный коэффициент, его значение определяют следующим образом:

$$K = 1/3 \left(\frac{H_I}{C V_I} + \frac{H_2}{C V_2} + \frac{H_3}{C V_3}\right)$$, где

H_I, H_2, H_3 - высота пиков препарата, мм
V_I, V_2, V_3 - объемы стандартного раствора препарата, вводимые в хроматограф, мкл
C - концентрация стандартного раствора - 5 мкг/мл.

gost.e-ecolog.ru