Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

Государственная комиссия
по химическим средствам борьбы
с вредителями, болезнями растений и сорняками

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками

Редакционная коллегия:

Новикова К.Ф.-начальник сектора ННХСЗР; Калинин В.А.-к.с.н., профессор, зав.кафедры ТСХА; Гиренко Д.Б.-к.х.н., зав.аналитической лаборатории УКР ВНИИГИНТОКС; Борисов Г.С.-зав. КТЛ РРСТАЗР; Устинова Т.Н.-ведущий специалист КТЛ РРСТАЗР.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

Ответственный за выпуск - Орехов Д.А., заместитель председателя Госхимкомиссии -
тел. 207-63-90

Сборник подготовлен к изданию Российской республиканской станцией защиты растений "Главхимзащиты" МСХ РФ
г.Раменское Московской обл., ул.Нефтегазосъемки 11/41 тел.(246) 3-09-52

ОГЛАВЛЕНИЕ

Хлорорганические пестициды стр.

1. Методические указания по групповой идентификации хлорорганических пестицидов и их метаболитов в биоматериале, продуктах питания и объектах окружающей среды методом адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографией.

29 июля 1991г. № 6129-91.....9..

2. Временные методические указания по определению модауна в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6109-91.....18..

Фосфорорганические пестициды

3. Методические указания по определению бициклада в растительном материале хроматографией в тонком слое.

29 июля 1991г, № 6113-91.....26...

4. Временные методические указания по определению офтанола-Т (по изофенфосу) в воде, почве, зерне и семенах сахарной свеклы.

29 июля 1991г, № 6105-91.....31...

5. Временные методические указания по определению метаболитов ФОП, производных тио- и дитиофосфорных кислот в биоматериале методом тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6072-91.....36....

6. Методические указания по определению метаболитов фосфамида в биологических средах методом тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, № 6133-91.....48....

7. Методические указания по определению этримфоса в зерновых культурах методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, № 6129-91.....57....

8. Методические указания по газохроматографическому определению остаточных количеств этамона в столовой и сахарной свекле,зеленой массе

растений и почве.

29 июля 1991г, № 6094-91.....62.....

9. Методические указания по определению эфаля (этилфосфита алюминия и фосфористой кислоты) в растительных культурах, продуктах их переработки, воде, почве методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6132-91.....70...

Пиретроиды

10. Временные методические указания по определению изатрина в растительном материале методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6070-91.....85....

11. Временные методические указания по определению пиретроидов (перметрина, циперметрина, фенвалерата и декаметрина) в молоке и мясе методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6093-91.....91...

12. Временные методические указания по определению суми-α в биологическом материале методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6101-91.....103....

Гетероциклические соединения

13. Временные методические указания по определению остаточных количеств азовита в зерне злаковых, зеленой массе растений, сахарной свекле, яблоках, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 5371-91.....110.....

14. Методические указания по определению байфидана в зерновых и лекарственных культурах, воде и почве методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6131-91.....123....

15. Методические указания по определению бутизана С в воде и почве ме-

тодом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6139-91.....131....

16. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина и его метаболита, 2,6-лутидина в воде, овощах (картофель,огурцы,томаты).

29 июля 1991г, N 6079-91.....136.....

17. Временные методические указания по хроматографическому определению ивина в биологическом материале.

29 июля 1991г, N 6078-91.....143.....

18. Временные методические указания по определению остаточных количеств ивина и его комплексов в воде методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6077-91.....149.....

19. Временные методические указания по определению кентавра в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6100-91.....155....

20. Временные методические указания по определению лентаграна в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6111-91.....162.....

21. Временные методические указания по определению рейсера в эфирных маслах лаванды и мяты методом газожидкостной хроматографии

29 июля 1991 г, N 6074-91.....168.....

22. Методические указания по определению топаза в сельскохозяйственных культурах газожидкостной и тонкослойной хроматографией.

8 июня 1989г, N 5009-89.....174....

23. Временные методические указания по определению харелли в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6102-91.....182...

24. Временные методические указания по определению экспромта в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6107-91.....191...

25. Методические указания по определению эллипса в почве, зерне зерновых культур методами газожидкостной и тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6273-91.....199...

Нитрофенолы и их производные

26. Методические указания по определению акрекса и диносеба в крови и моче тонкослойной хроматографией.

4 октября 1988г, N 4707-88.....210...

27. Методические указания по определению трефлана в зеленой массе и зерне зерновых культур методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6125-91.....215..

Производные мочевины и карбаминовой кислоты

28. Временные методические указания по определению остаточных количеств димилина в яблоках тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6075-91.....222..

29. Временные методические указания по определению остаточных количеств картолина-2 в зерне ячменя, пшеницы и других злаков,гречихи, бобах сои,сухих кормовых травах, почве и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г. N 6097-91.....228.

30. Методические указания по определению картолина-2 в биосубстратах методом тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6115-91.....240.

Алканкарбоновые кислоты и их производные

31. Методические указания по ускоренному определению 2,4-Д и ТХА в биоматериале (органы и ткани мелких наземных и почвенных животных) методом газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6128-91.....247..

32. Методические указания по определению 2,4-Д в воде методом обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии.

29 июля 1991г. N 6127-91.....253..

Прочие пестициды

33. Временные методические указания по определению набу в эфирных маслах методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6110-91.....260..

34. Временные методические указания по определению остаточных количеств нафталевого ангидрида в зерне кукурузы, льна и воде тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991 г, N 6096-91.....265...

Методические указания по измерению концентраций пестицидов и полупродуктов их получения в воздухе рабочей зоны

1. Методические указания по газохроматрографическому измерению концентраций бутизана в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6138-91.....272....

2. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций виджила в воздухе рабочей зоны.

26 февраля 1991г, N 5325-91.....276....

3. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций глина в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6134-91.....281.....

4. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций грамекса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г. N 6082-91.....285.....

5. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций гранстара в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6090-91.....289....

6. Методические указания по измерению концентраций оксиме дикамбы в воздухе рабочей зоны тонкослойной хроматографией.

29 июля 1991г, N 6117-91.....295.....

7. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дикната и адила в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6154-91.....300.....

8. Методические указания по измерению концентраций C_7- C_9 - эфиров 2,4-ДМ; 2,4-Д и 2,4,5 - ТП- кислот в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.

29 июля 1991г, N 6119-91.....308.....

9. Временные методические указания по измерению концентраций дуала в воздухе рабочей зоны методом фотометрии, тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

29 июля 1991 г, N 6086-91.....314.....

10 Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций кентавра в воздухе рабочей зоны

29 июля 1991 г, № 6085-91.....323.....

11.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций лондакса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6104-91.....329.....

12.Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-нитро-о-ксилола и 3-нитро-о-ксилола в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6116-91.....334.....

13.Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций омайта в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6269-91.....339....

14.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций офтанола-Т (по изофенфосу) в воздухе рабочей зоны

29 июля 1991г, N 6087-91.....344....

15.Методические указания по хроматографическому измерению концентраций 4-родан-2-нитроанилина в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6118-91.....349.....

16.Временные методические указания по измерению коонцентраций тиадиазола в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

29 июля 1991г, N 6084-91.....354.....

17.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций тотрила в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6089-91.....358.....

18.Временные методические указания по измерению концентраций фоликура в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии

29 июля 1991г, N 6112-91.....362.....

19.Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фюзилада в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, N 6088-91.....369.....

20.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций харэлли в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, № 6071-91. ....373.....

21.Временные методические указания по измерению концентраций экспромта в воздухе методом газожидкостной хроматографии

29 июля 1991г, № 6081-91.....378.....

22.Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций эллипса в воздухе рабочей зоны.

29 июля 1991г, № 6083-91.....383.....

23.Методические указания по измерению концентраций эфаля в воздухе рабочей зоны фотометрическим и газохроматографическим методом.

29 июля 1991г, № 6120-91.....387.....

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР

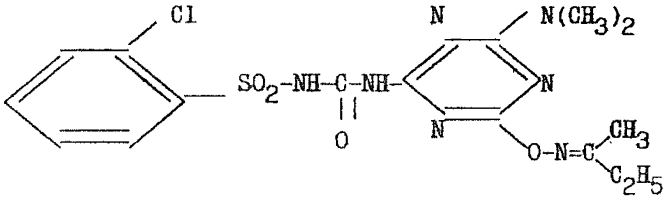
" 29 " июля 1991 г

№ 6273-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЭЛЛИПСА В ПОЧВЕ,ЗЕРНЕ ЗЕРНОВЫХ КУЛЬТУР МЕТОДАМИ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1.Краткая характеристика препарата

Действующее вещество-N-(О-хлорфенилсульфонил)-N'-(4-диметиламино-6--(а-метил)-пропилидениминоокси-1,3,5-триазин-2-ил)-мочевина



C H N O S
16 20 7 4

М.м.441,5

Синонимы:эллипс,хлорсульфоксилеметил

Химически чистое вещество без запаха Т пл.=173°С.Препарат плохо растворим в воде,растворим в спирте,ацетоне.

Применяется в качестве регулятра роста растений и гербицида на зерновых культурах

ПДК в воде-0,005 мг/л,МДУ в пищевых продуктах не допускается (в зерне хлебных злаков),ОБУВ в воздухе рабочей зоны-0,25 мг/м^3

2.Методика определения эллипса в почве,в зерне зерновых культур методом тонкослойной и газожидкостной хроматографии

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод основан на определении эллипса в почве,зерне зерновых культур

Разработчики:Н.И. Рева,А.М.Шмигидина,Н.П.Писаренко,В.И.Боброва,
ВНИИГИНТОКС г.Киев

способом тонкослойной и газожидкостной хроматографии после экстракции препарата из проб и очистки экстракта.

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Минимально-детектируемое количество эллипса –0,2–05 мкг

Диапазон определяемых концентраций:

Почва ГЖХ 0,004–0,04 ТСХ 0,01–0,1

Зерно зерновых культур ГЖХ 0,005–0,05 ТСХ 0,01–0,1

Среднее значение определения 90,0–95,0%.

Суммарная погрешность определения – ±16–20%.

2.2.Реактивы, и материалы

Эллипс (ВНИИХСЗР), 97%-ный препарат.

Натрия сульфат,хч,ГОСТ 4328–77.

Азот газообразный,ГОСТ 9293–74 в баллоне с редуктором.

Ацетон,ч,ГОСТ 2603–79.

Хлороформ,ч,ГОСТ 20015–74.

Кислота хлористоводородная,хч,ГОСТ 3118–78,1н водный раствор (1:1).

Этиловый спирт,96%-ный,ТУ 6–09–1900–77.

Хромосорб–750,3% ОУ–17.

Эфирный раствор диазометана.

О–толидин,0,5%-ный раствор в ацетоне.

Азотнокислое серебро,чда,ГОСТ 1277–81.

Аммиак водный,чда,ГОСТ 3760–79.

Метанол,хч,ТУ 6–09–1709–77.

Калия гидрат окиси,ГОСТ 9285–78.

Гидразин–гидрат,хч,ГОСТ 5832–65.

Бензол,хч,ГОСТ 5955–81 .

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277–81.

О–Толидин, ТУ 6–09–2232–75.

Гексан, ч, ТУ 6–09–3375–78.

Кислота уксусная, хч.,ГОСТ 18290-72, 5%-ный водный раствор.

Кислота лимонная, хч.,ГОСТ 3652-74, 2%-ный водный раствор.

Бромфеноловый синий, чда.,ТУ 6-09-3719-83.

Кальций хлористый,хч.,ГОСТ 4460-77.

Вода дистиллированная, ГОСТ 7602-72.

Пластинки "Силуфол" /Kavalier, ЧССР/.

Диэтиловый эфир, хч., ГОСТ 6262-79.

Вата гигроскопическая.

2.3.Приборы, посуда

Лампа ртутно-кварцевая ПРК-4, ТУ 16-535-280-74.

Весы аналитические, ВЛА-200 М.

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-76.

Баня водяная, ТУ 64-1-2850-76.

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ 10396-75.

Колбы грушевидные,ГОСТ 25336-82,вместимостью 50-100 мл.

Колбы мерные,цилиндры,мензурки,пробирки,ГОСТ 1770-74.

Колбы конические плоскодонные,ГОСТ 25336-82

Воронки химические,диаметр 5-6 см,ГОСТ 25336-82.

Воронки делительные ,ГОСТ 25336-82,вместимостью 250 мл, 1 л.

Пипетки,ГОСТ 20292-74,на 1,5,10 мл.

Микропипетки,ГОСТ 20292-74,на 0,1;0,2 мл.

Пульверизатор стеклянный,ГОСТ 25336-82.

Скальпель.

Камера для хроматографирования,ГОСТ 25336-82.

Камера для опрыскивания,ТУ 25-11-430-70.

Колба КГУ-2-1-100-14/23 ТС,ГОСТ 25336-82.

Колба ОГ-2-100-14/23 ТС,ГОСТ 25336-82.

Камера.

Холодильник ХШ-1-200-14/23 ХС,ГОСТ 25336-82.

Воронка ВК-50 ХС ,ГОСТ 25336-82 /с байпасом/.

Трубка ТХ 45°-14/23,ГОСТ 25336-82.

Капилляр 14/23.

Шланг резиновый.

Микрошприц МШ-10,ТУ 2-833-106.

Стакан полиэтиленовый.

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

2.4.Подготовка к определению

2.4.1.Отбор и подготовка проб

Отбор проб проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции,пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов",утвержденными Минздравом СССР 21.08.79 г № 2051-79.

2.4.2.Приготовление стандартного,рабочих растворов эллипса

Стандартный раствор эллипса с концентрацией 100 мкг/мл готовят растворением соответствующей навески препарата /10,3г/в ацетоне в мерной колбе на 100 мл.Раствор хранят в холодильнике.Годен к употреблению в течение 30 дней.

Рабочие растворы эллипса с концентрацией 2,5;5,0;10,0;20,0 мкг/мл готовят в градуированных пробирках,вместимостью 10 мл соответствующим разбавлением ацетоном стандартного раствора.Хранят рабочие растворы эллипса в холодильнике.Годен к употреблению в течение 3-5 дней.

2.4.3.Проявляющий реактив бромфеноловый реагент

Смесь растворов бромфенолового синего (БМФ) и азотнокислого серебра. Готовят два раствора:1.0,5% водно-ацетоновый (1:3) раствор азотнокислого серебра.2.10 мл 0,05%-ного раствора бромфенолового синего в ацетоне. Раствор 2 разбавляют раствором 1 до объема 100 мл.Хранят проявляющий реактив в темном прохладном месте.Годен к употреблению в течение 3-5 дней.

После обработки хроматограмм бромфеноловым синим реагентом осветляют фон обработкой пластин 2%-ным водным раствором лимонной кислоты или 5%-ным водным раствором уксусной кислоты.

2.4.4.Проявляющий реактив - раствор о-толидина в ацетоне

Готовят 0,5% раствор о-толидина в ацетоне.После опрыскивания пластинки следует облучать УФ-светом.

2.4.5.Получение диазометана

В круглодонную двугорлую колбу,вместимостью 100 мл,снабженную капельной воронкой с байпасом и обратным холодильником,помещают 12 г (0,2 моля) гидрата окиси калия,6 мл или 6,1 г (0,12 моля) гидразин-гидрат и 6 мл или 5,3 г (0,17 моля) метанола.Затем,охлаждая колбу до +5^{o}С смесью воды со льдом,начинают медленно прибавлять из капельной воронки 10 мл или 14,9 г(0,12 моля) хлороформа,постепенно увеличивая скорость,при этом реакционная масса приобретает желтую окраску.

Выделяющийся в ходе реакции диазометан,через обратный холодильник, соединенный с капилляром резиновым шлангом,поступает в двугорлую грушевидную колбу вместимостью 100 мл и растворяется в 50 мл осушенного диэтилового эфира.Предварительно эту колбу,заполненную диэтиловым эфиром,укрепляет в полиэтиленовом стакане с водой и помещают в морозильную камеру холодильника (Т=-12-18^{o}С)на 6-8 часов.

По окончании прибавления хлороформа реакционную колбу нагревают до +40^{o}С на водяной бане для полного удаления диазометана из реакционной массы.Когда реакционная масса и поверхность холодильника обесцветятся, реакцию считают завершенной.Выход диазометана 25% от теоретического.

2.4.6.Подготовка пластин "Силуфол"

Пластинку "Силуфол" помещают в хроматографическую камеру,содержащую смесь растворителей ацетон-25%-ный аммиак в соотношении 7:3 (об/об). Глубина погружения в растворитель составляет 0,5 см.После подъема фронта растворителя до верхнего края пластинки ее вынимают из камеры и выдержи-

вают на воздухе до испарения растворителей.После этого пластинка готова к употреблению.Хранят подготовленные пластинки в эксикаторе.

2.5.Проведение определения

2.5.1.Экстракция и очистка

Зерно(30-50 г)предварительно измельчают на электрической мельнице. Почву (50-100 г.) просеивают через сито.Помещают в коническую колбу, прибавляют ацетон или спирт и настаивают в течение 1 часа.Экстракт фильтруют через бумажный фильтр.Остаток зерна (почвы)в колбе встряхивают дважды с 50 мл растворителя в течение 10-15 мин.В объединенные экстракты приливают 100 мл 1 н HCl,перемешивают,фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку и экстрагируют трижды хлороформом по 20-25 мл.Хлороформный экстракт пропускают через слой безводного сульфата натрия и упаривают досуха.

2.6.2.Хроматографирование

Метод тонкослойной хроматографии

Сухой остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона,закрывают колбу герметично пробкой,перемешивают содержимое и 0,2 мл полученного раствора наносят микропипеткой на подготовленную пластинку "Силуфол".Рядом с пробой наносят по 0,2 мл каждого рабочего раствора эллипса,что соответствует содержанию в пятне 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 мкг препарата.Пластинку помещают в хроматографическую камеру,куда за 10-15 мин до хроматографирования наливают подвижный растворитель: бензол:ацетон (4:1) - 1 или гексан:ацетон (1:1) - 2,в таком количестве,чтобы глубина погружения пластинки в растворитель составила 0,5 см.После подъема фронта растворителя от линии старта на высоту 10 см хроматографирование прекращают. Пластинку выдерживают в вытяжном шкафу до испарения растворителей и обрабатывают бромфеноловым реагентом,затем раствором лимонной (или уксусной) кислоты.О наличии эллипса в пробе свидетельствует проявление

на хроматограмме серо-синего пятна препарата.Или обрабатывают пластинку раствором о-толидина.Сразу же после опрыскивания пластинку облучают УФ-светом.О наличии эллипса в пробе свидельствует проявление на хроматограмме синего пятна препарата.Величины R_f эллипса равны при использовании подвижной фазы (1)=0,43, при использовании подвижной фазы (2)=0,63.

Методом прямого газохроматографического определения

3-5 мкл ацетонового экстракта вводят в испаритель газового хроматографа "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР). Проводят хроматографирование при следующих условиях:

Колонка стеклянная - 1000 х 3 мм

Твердый носитель - Хромосорб-750

Жидкая фаза - 5% OV-17

Температура термостата колонки - 185°С

детектора-250°С

испарителя-200°С

Газ-носитель азот особой чистоты

Скорость движения диаграммной ленты-240 мм/час

Скорость потока азота через колонку-60 мл/мин

Скорость потока азота через детектор-150 мл/мин

Рабочая шкала электрометра-20.10^{-12}

Время удерживания эллипса-7 мин 30 сек

Метод газохроматографического определения с использованием диазометана

К сухому остатку в грушевидной колбочке приливают 5 мл эфирного раствора диазометана и выдерживают 30 минут.Затем эфир отгоняют на ротационном испарителе досуха,остаток растворяют в 1 мл ацетона и 1-5 мкл вводят в испаритель газового хроматографа. Проводят хроматографирование при следующих условиях:

Колонка стеклянная – 1000 х 3 мм

Твердый носитель – Хромосорб-750

Жидкая фаза – 5% OV-17

Температура термостата колонки – 175°С

детектора-200°С

испарителя-200°С

Газ-носитель – азот особой чистоты

Скорость движения диаграммной ленты -240 мм/час

Скорость потока азота через колонку -60 мл/час

Скорость потока азота через детектор-150 мл/мин

Рабочая шкала электрометра-20.10^{-12}

Время удерживания аллипса-5 мин 40 сек

2.7.Обработка результатов анализа.Газохроматографический метод

Для количественного анализа измеряют площадь пиков проб и стандартных растворов.Содержание аллипса в зерне пшеницы рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{Sпр. \; G \; . \; V \; . \; Vст}{Sст.Va \; . \; P}, \text{где}$$

X – содержание препарата аллипс в зерне, мг/кг;

G – содержание аллипса в стандартном растворе, нг;

Sпр.–площадь пика анализируемой пробы, $мм^2$;

V – общий объем пробы, мл;

Sст.–площадь пика стандартного раствора, $мм^2$;

Va– объем хроматографируемой пробы, мкл;

P – навеска пробы, г.

Тонкослойная хроматография

Количественная оценка проводится путем сравнения площадей и интенсивности окраски пятен пробы и рабочих растворов.

Содержание эллипса в анализируемой пробе рассчитывают по следующей формуле:

$$X = \frac{A \cdot V}{V_1 \cdot P}, \text{ где}$$

X – содержание эллипса в исследуемой пробе, мг/кг;

A – количество эллипса, найденное путем сравнения со стандартами, мкг;

V – конечный объем пробы, мл;

V_1 – объем аликвоты, отобранной для хроматографирования, мл. При нанесении всей пробы $V_1 = V$.

P – навеска исследуемой пробы, г.

3. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях. При работе с ядовитыми и взрывчатыми веществами реакции следует проводить только в вытяжном шкафу, строго соблюдая правила производственной санитарии и личной гигиены.

НИТРОФЕНОЛЫ И ИХ ПРОИЗВОДНЫЕ

gost.e-ecolog.ru