

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.

СО Д Е Р Ж А Н И Е
ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Стр.
I

Определение остаточных количеств хлорорганических препаратов в присутствии полихлорированных бифенилов в воде методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов.

Авторы: Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Определение фталофоса, его метаболитов и промежуточных продуктов синтеза (фталамида, оксаметилфталамида и хлорметилфталамида) в биологических субстратах.

9

Авторы: М.А.Клисенко, М.В.Письменная

Хроматографический метод определения фталофоса и фозалона в воде и рыбе и фозалона в растительном материале и мясе.

14

Авторы: Г.А.Троицки, А.Ф.Ковалев

Газо-хроматографический метод определения фозалона и мальбекса в биологическом материале теплокровных.

23

Авторы: Д.Б.Гиренко, З. Златев, М.А.Клисенко

Определение фозалона в молоке и тканях животных, граве, свекле, картофеле, комбикорме методом хроматографии в тонком слое.

26

Авторы: Г.А.Таланов, В.В.Лещев, Н.И.Ряженев

Определение фозалона в биологических субстратах с помощью газо-жидкостной хроматографии.

31

Авторы: Г.А.Таланов, В.В.Лещев, Н.И.Ряженев

- Определение хлорофоса и фосфамида в плодах шиповника методом тонкослойной хроматографии. 38
Авторы: Г. И. Крамаренко
- Газо-адсорбционный метод определения хлорофоса в молоке, органах и тканях животных и яйцах кур. 42
Авторы: В. В. Лецев, Г. А. Таланов, Т. А. Аббасов, В. В. Ермаков.
- Определение карбофоса в молоке, органах и тканях животных методом тонкослойной хроматографии. 46
Авторы: Е. Г. Даурова, Г. А. Таланов, С. Н. Павлов.
- Хроматографический метод определения корала в воде и биосубпродуктах. 50
Автор: Кухтина О. С.
- Определение антис и фосфамида в кормах. 55
Автор: А. Р. Кошхов
- Хроматографический метод определения в тонком слое сайфоса в растительных гороха, картофеля, томатах и пшенице. 59
Авторы: Коштова Ф. И., Петрова Т. М.
- ПРОИЗВОДНЫЕ МОЧЕВИНЫ
- Газохроматографический метод определения дикурана в эфирных маслах и маслосодержащем сырье. 64
Авторы: Баранов Ю. С., Клисенко М. А., Хидих Л. А.
- Хроматографический метод определения милорана в воде. 68
Авторы: М. А. Клисенко, М. В. Письменная
- Хроматографический метод определения дикурана в сырье мака масличного. 73
Авторы: Н. В. Букина, Г. П. Пушкина
- Определение остаточных количеств тенорана в ягодах земляники и в почве хроматографией в тонком слое. 77
Авторы: Г. С. Борисов, Б. А. Сигаева

ПРОИЗВОДНЫЕ СИМ-ТРИАЗИНОВ

Методы определения остаточных количеств сим-
триазинов (симазина, атразина, прометрина, пропазина,
карагарда, семерона, мезорантла) в зерне кукурузы,
яблоках, винограде, мандаринах, капусте; почве, воде. 80

ПРОИЗВОДНЫЕ АРИЛОКСИЛДИАКРБОНОВЫХ И
КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

Определение полметилентглицевого эфира 2,4-Д
в зерне пшеницы и воде методом газо-жидкостной
хроматографии. 94

Авторы: И.И.Шилenkova, А.И.Зорова, А.Д.Фатьянова,
В.Д.Чмиль.

Определение бензилового эфира 2,4-Д в зерне
пшеницы и воде методом газо-жидкостной хрома-
тографии. 102

Авторы: И.И.Шилenkova, А.И.Зорова, А.Д.Фатьянова,
Г.К.Морина, В.Д.Чмиль.

Хроматографические методы определения остаточных
количеств γ -(2,4-дихлорфенокси) масляной
кислоты (2,4-ДМ) в воде, растительном материале
и продуктах питания. 110

Авторы: В.Д.Чмиль, М.А.Клисенко

Хроматографические методы определения остаточных
количеств 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты
(2,4-Д) в воде, почве, фураже, продуктах питания
растительного и животного происхождения. 118

Авторы: В.Д.Чмиль, Д.И.Чмиников, Н.Н.Павлова,
А.М.Макаева

Метод определения остаточных количеств 4-хлор-2
метилфеноксиуксусной кислоты (2М-4Х) в воде,
растительном материале и продуктах питания с
помощью газо-жидкостной хроматографии. 133

Авторы: В.Д.Чмиль, М.А.Клисенко

Метод определения остаточных количеств трихлор-
ацетата натрия и трихлоруксусной кислоты в воде,
почве и расщепительном материале газо-жидкостной
хроматографией.
Авторы: Е. Ч. Чмиль, Н. И. Глембицкий. 138

ПГЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Определение роданистого натрия в зерне дынная,
в воде, дефеканте, биологическом материале
(мышцы, паренхиматозные органы, головной мозг,
кровь). 143
Авторы: А. Т. Иванов, Е. А. Пыльковец

Метод определения остаточных количеств сульфакса
(карахола) в воде и зерне пшеницы методом газо-
жидкостной хроматографией. 149
Авторы: А. Д. Фатянова, О. В. Петрова, В. Д. Чмиль.

Экспрессный метод обнаружения тетраметилдисуль-
фида (ТМТД) в зерне. 154
Авторы: С. Д. Андиферов, А. В. Николаев

Хроматографический и спектрофотометрический
метод определения зоокумарина в мышечной ткани,
крови животных, в препарате пенукомарине и при-
манках (кормах). 156
Авторы: В. В. Ермаков, Д. Ф. Траханов, Болоховец М. Ф.

Определение остаточных количеств нитрохлора в
капусте и воде методом газо-жидкостной хромато-
графия с детектором по захвату электронов. 168
Авторы: К. Ф. Новикова, Л. И. Лещинская

Определение дактала в воде, картофеле, почве
методом газо-жидкостной хроматографии. 172
Авторы: К. И. Пашкевич, Т. В. Платина, Е. В. Кириченко.

- Хроматографический метод определения препарата
680 в луке, моркови, томатах. 176
Авторы: И.И.Пилленкова, А.Д.Фатьянова, Г.К.Морина.
- Методические рекомендации по определению препарата 181
Депра в воде и растительном материале.
Авторы: И.И.Пилленкова, А.Д.Фатьянова.
- Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и 185
мясе методом тонкослойной хроматографии.
Авторы: И.А.Антонова.
- Определение севина в биологических субстратах 190
методом тонкослойной хроматографии.
Автор: О.А.Мадянин

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ СИМ-ТРИАЗИНОВ
(СИМАЗИНА, АТРАЗИНА ПРОМЕТРИНА, ПРОПАЗИНА,
ИГРАНА, КАРАГАРДА, СЕМЕРОНА, МЕЗОРАНИЛА) В
ЗЕРНЕ КУКУРУЗЫ, ЯБЛОКАХ, ВИНОГРАДЕ, МАНДАРИНАХ,
КАПУСТЕ, ПОЧВЕ, ВОДЕ**

В описании методов выделения препаратов из проб, очистки экстрактов и количественного определения использованы разработки авторских коллективов:

1. Определение остаточных количеств триазиновых гербицидов /симазина, атразина, пропазина, прометрина и приматола-М/ в зерне кукурузы и воде методом ГЭХ -Л.И. Лещинская, К.Ф. Новикова, Л.И. Хлюпина/ ВНИИ химических средств защиты растений, Москва/;

2. Газохроматографический метод определения карагарда в почве, винограде, виноградном соке - Л.Д. Микадзе, В.И. Кофанов (Грузинский НИИ защиты растений, Тбилиси);

Хроматографические методы определения семерона, мезоранила, карагарда в воде, яблоках, капусте -М.С. Петросян, С.Г. Геворкян, Д.Е. Гиренко, Мовсетян Н.А. (ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г. Киев);

4. Определение симазина, атразина, прометрина и играна в эфирных маслах и маслосодержащем сырье методом газовой хроматографии - Якубович А.Д., Баранов Ю.С., Клисенко М.А. (ВНИИ эфиромасличных культур, Симферополь);

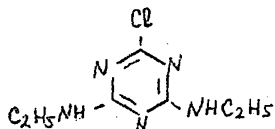
5. Определение карагарда в воде, почве и фруктах (яблоки) методом ТСХ - М.С. Петросян, Ж.С. Степанян, А.Е. Василенко, Ж.А. Арутюнян (Армянский филиал ВНИИГИТКОС, Ереван);

6. Определение карагарда в почве и мандаринах методом хроматографии в тонком слое, автор Л. Микадзе (Грузинский институт защиты растений).

В дальнейшем при описании методики даны ссылки на вышеперечисленные методики.

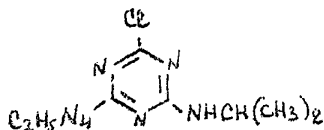
Характеристика препаратов

2-хлор-4,6-бис /этиламино/симм-триазин/приматол-с, газатов, П-27692, бладекс, видекс, цитразин, симазин/. Белое кристаллическое вещество, без запаха, температура плавления 225-227°C.



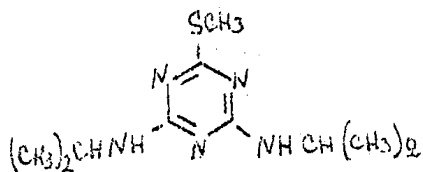
Плохо растворяется в воде и органических растворителях. Малолетуч: давление паров - $6,1 \times 10^{-9}$ мм рт.ст. Симазин устойчив в сухом состоянии при комнатной температуре в присутствии воды, в слабокислой или слабоосновной средах. При повышенных температурах в кислых и щелочных средах подвергается гидролизу. Применяется в качестве гербицида с содержанием д.в. 50% .

2-хлор-4-этиламино-6-изопропиламино-сими-триазин/атразин, приматол-А, гезаприм, аатрекс, Г-30027 /. Бесцветный кристаллический порошок, не имеющий запаха, температура плавления 173 - 175°C.



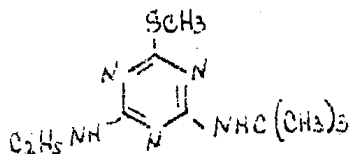
Атразин плохо растворим в воде и слабо в органических растворителях. Малолетуч: давление паров $3,0 \times 10$ мм рт.ст. В сухом виде, в водной суспензии при нейтральной, слабокислой или щелочной реакции при комнатной температуре атразин стабилен. При более высоких температурах в присутствии воды при кислой или щелочной реакции подвергается гидролизу; при облучении ультрафиолетовым и солнечным светом разлагается. Применяется в качестве гербицида с содержанием д.в. 50%.

2-метилмеркапто - 4,6 бис - /изопропиламино / -сими-триазин / прометран, гезапанс, капарол, Г-34161 /. Белое кристаллическое вещество без цвета и запаха, температура плавления 118 - 120°.



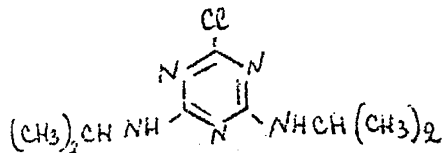
В воде растворим лучше, чем хлортриазин. В большинстве органических растворителей растворим хорошо. Давление паров: $10 \cdot 10^{-6}$ мм рт.ст. В сухом состоянии, в виде суспензий водных, в нейтральной слабокислой или щелочной среде, при комнатной температуре прометриал устойчив. При повышенных температурах гидролизуетса водой в кислой или щелочной среде. Применяется в качестве гербицида с содержанием д.в. 50%.

2-метилмеркапто-4-этиламино-6-трет-бутиламино-симм-триазин /игран, тербутрин, пребан, ГС-14260 / белое кристаллическое вещество без запаха, температура плавления $104 - 105^{\circ}\text{C}$.



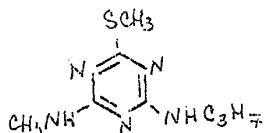
В воде растворим, как и прометриал. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. в сухом состоянии стабилен. При повышенных температурах в щелочной или кислой среде гидролизуетса водой. Применяется в качестве гербицида с содержанием д.в. 50%.

2-хлор-4,6 бис/изопропиламино /-симм-триазин/ пропазин, гезамил, праматол-II миллиград, г-30028 /



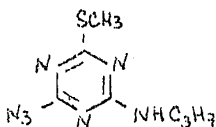
Растворимость в воде 8,6 мг/л. Плохо растворим в большинстве органических растворителей.

2-метилмеркапто-4-метиламино-6-изопропиламино-симм-триазин / семерон,



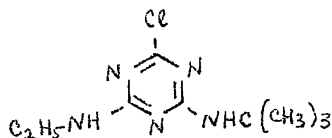
десметрин, Г-34360 /. Хорошо растворим: в органических растворителях. Растворимость в воде 580 мг/л.

2-азидо-4-изопропиламино-6-метилтросимм-триазин / мезо-ранил, азипротрин, брасоран /.

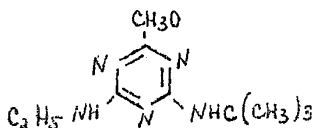


Хорошо растворим в органических растворителях. Растворимость в воде 75 мг/л.

2-хлор-4-этиламино-6 трет-бутиламино-симм-триазин/хлор-карагард, приматол М, ГС-13529 /.



2-метокси-4-этиламино-6 трет-бутиламино-симм-триазин / метокси-карагард, ГС-14259 /



Карагард, технический препарат, представляет собой смесь 25% хлор-карагарда и 25% метокси-карагарда. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей.

Реактивы и растворы

1. Стандартные растворы симм-триазинов в гексане^{2,3}; гексан-этанол / I: I⁴; ацетоне^I с концентрацией 100 мкг/мл; 10 мкг/мл; 1 мкг/мл.
2. n-гексан, х.ч. перегнанный²⁻⁵.
3. Хлороформ мед.²⁻⁵
4. Ацетон^{1,4}
5. Бензол, х.ч.^I
6. Этилацетат, х.ч.^I
7. Диэтиловый эфир⁴ - для наркоза
8. Ацетонитрил⁸, х.ч.
9. Спирт этиловый, ректификакт^{I,4}
10. Хлористый натрий, насыщенный раствор⁴
11. Сульфат натрия, безводный^{I-5}
12. Соляная кислота 0,5 N^I; 0,1 N^{2,3,5}; 1 N⁴
13. Сбдкий натр 0,5 N^{I,2,3,5}; 1 N⁴
14. Уголь активированный марка "БАУ"²
15. Окись алюминия II ст. активности²

Приготовление колонки для очистки экстракта - в узкую часть колонки помещают тампон из обезжиренной ваты и наполняют окисью алюминия / на 7 см / и активированным углем марки "БАУ" / на 4 см /.

16. Окись алюминия, нейтральная, II ст. активности по Брокману^I
17. Азот особой чистоты^{I-4}
18. 5% метилсиликонового каучука SE-30, нанесенного на хроматон N-AW / 0,16 - 0,20 мм/^{3,4}
19. 5% vergamid 900, нанесенного на хроматон N-AW / 0,16 - 0,20 мм /³
20. 5% XE-60, нанесенного на хроматон N-AW / 0,16 - 0,20 мм/²
21. 2,5% карбовакс 20 м и 2,5% альбесона N₁, нанесенного на хроматон N-AW, промытого кислотой и силианизированного ГМДС / 0,16 - 0,20 мм /^I
22. Силикагель КСК³, 100 меш - 14 г силикагеля, 1 г СаSO₄·2H₂O и 40 мл дистиллированной воды тщательно пе-

- ремешивают. Массу наносят равномерно на 6-7 пластинок 9 x 12 см.
23. Проявляющие реактивы: 1/ Смесь равных объемов 0,4% ацетонового раствора бромфенолового синего и 2% водного раствора азотнокислого серебра; 2/ 4% водный раствор лимонной кислоты ⁵.
 24. Проявляющие реактивы: получение хлора - смешивают равные объемы 3% KMnO_4 и 12% HCl в CCl_4 , фильтруют через бумажный фильтр, хранят в холодильнике. 0,2 г о-толидина растворяют в 2 мл уксусной кислоты; 0,8 г KI растворяют в 2 мл дистиллированной воды, смешивают растворы и доводят водой до 200 мл³
 25. Пластины "Silufol" для хроматографии⁵.

Приборы и посуда

1. Газовый хроматограф с термомонным детектором / Цвет-5, Цвет-106, газохром и другие модели / I-4
2. Гомогенизатор или кофемолка
3. Ротационный испаритель
4. Колонок хроматографических: 16 x 2 см¹; 25 x 2 см²
5. Микрошприц МШ-10 I-4
6. Встряхиватель универсальный АВУ-1
7. Колбы конические
8. Воронки делительные
9. Колбы грушевидные НШ 14,5; 19; 29
10. Баня водяная
11. Пипетки на 1 и 5 мл
12. Пробирки с притертыми пробками
13. Камера для хроматографирования
14. Стекланные пластины 9 x 12 см.

ВЫДЕЛЕНИЕ СИМАЗИНА, ПРОПАЗИНА, АТРАЗИНА, ПРОМЕТРИНА, ИГРАНА В ОБЪЕКТАХ ВНЕШНЕЙ СРЕДЫ

Вода¹. 1 л анализируемой воды помещают в делительную воронку емкости 1,5 л, пипеткой добавляют в воду 1 мл этилового спирта и экстрагируют гербициды 50 мл бензола четыре-

раза. Перед каждой экстракцией добавляют в воду по 1 мл этилового спирта. Объединенные экстракты сумат безводным сульфатом натрия / 10 г /. Экстракт фильтруют небольшими порциями в грушевидную колбу емкостью 30 мл. Каждую порцию фильтра упаривают с помощью ротационного испарителя до объема 1-2 мл, последнюю порцию упаривают досуха.

Зерно кукурузы. Навеску, измельченной с помощью кофейной мельницы кукурузы / 25 г /, помещают в круглодонную колбу емкостью 250 мл, заливают 50 мл этилацетата и экстрагируют гербициды в течение 30 мин на механическом встряхивателе. Экстракт фильтруют в круглодонную колбу на 250 мл. Экстракцию повторяют еще два раза этим же количеством растворителя. Объединенный экстракт упаривают до объема 1-2 мл при помощи ротационного вакуумного испарителя. Остаток количественно при помощи ацетона переносят в пробирку. Ацетон упаривают до объема 2 мл и переносят количественно на хроматографическую колонку, заполненную окисью алюминия с высотой слоя 15 см. Гербициды элюируют со слоя сорбента 100 мл этилацетата со скоростью 60 кап./мин. Элюат собирают в круглодонную колбу. Растворитель упаривают с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 1-2 мл, затем количественно с помощью ацетона переносят остаток в пробирку. Ацетон из пробирки упаривают на горячей водяной бане. Следы растворителя отдувают слабым током воздуха. К сухому остатку добавляют пипеткой 2 мл ацетона. Пробирку закрывают притертой пробкой, тщательно обмывают стенки растворителем и вводят в хроматограф 2 мл полученного раствора.

а/ Эфирные масла. Прометрин, игран ⁴. Навеску эфирного масла 10 мл растворяют в 50 мл этанола. Колбу закрывают пробкой, встряхивают, оставляют на 30 мин. Затем добавляют 10 мл 1 N соляной кислоты, 15 мл насыщенного раствора хлористого натрия, 50 мл дистиллированной воды. Весь раствор количественно переносят в делительную воронку емкостью 1000 мл. Раствор на воронке промывают 3 x 30 мл гексан: эфир / 7:1 /. Промытый нижний водный слой подщелачивают 10 мл 1 N едкого натра до pH 7-8 и экстрагируют симм-триазины хлороформом 3 x 50 мл. Экстракты объединяют, высушивают над безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на ротационном испарите-

ле при температуре бани не выше 50°C. Колбу смывают 1 мл смеси гексан: этанол / 1:1 / и аликвоту вводят в хроматограф.

Симазин, атразин. Навеску эфирного масла 10 мл растворяют в 50 мл ацетонитрила. Колбу закрывают пробкой, встряхивают и оставляют на 30 минут. Затем в колбу добавляют 10 мл 1 N соляной кислоты. Смесь переносят в делительную воронку емкостью 1 л и промывают 5x30 мл смесью гексан: эфир / 7:1 /, отделяя каждый раз верхний слой. Промытый нижний слой подкисливают 10 мл 1 N едкого натра до pH 7-8 и прибавляют 15 мл насыщенного раствора хлористого натрия и 50 мл дистиллированной воды и экстрагируют 3x50 мл хлороформа. Экстракты объединяют, высушивают над безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе при температуре бани 50°C. Колбу смывают 1 мл смеси гексан: этанол / 1:1 / и аликвоту вводят в хроматограф.

б/ Маслосодержащее сырье / растения, цветы, семена /. Измельченную навеску 50 г гомогенизируют с 150 мл ацетона и оставляют на 1 час. Затем содержимое колбы фильтруют через фильтр с синей полосой. Фильтрат упаривают на ротационном испарителе до 15-20 мл, охлаждают, прибавляют 50 мл 0,1 N соляной кислоты и оставляют на 1-1,5 часа. Затем содержимое колбы фильтруют. В фильтрат добавляют 5 мл 1 N едкого натра и переносят на делительную воронку на 1000 мл. Из полученного раствора экстрагируют симм-триазин 3x50 мл хлороформом. Экстракты объединяют, высушивают над безводным сульфатом натрия и упаривают до одной капли на ротационном испарителе при температуре бани 50°C. Колбу смывают 1 мл смеси гексан: эфир / 1:1 / и аликвоту вводят на хроматограф.

ВЫДЕЛЕНИЕ СЕМЕРОНА, МЕЗОРАНИЛА, КАРАГАРДА ИЗ ОБЪЕКТОВ ВНЕШНЕЙ СРЕДЫ

Почва^{2,5}. 100 г воздушно-сухой почвы растирают в ступке, просеивают через почвенное сито, заливают в конической колбе хлороформом до покрытия пробки и оставляют на ночь. Отфильтрованный экстракт хроматографируют через колонку с окисью алюминия и активированным углем марки "БАУ", а затем сушат без-

водным сернистым натрием. Очищенную таким образом пробу упаривают досуха в концентраторе, смывают со стенок 1 мл гексана и вводят в хроматограф аликвотную часть гексанового экстракта.

Растительная проба / яблоки, виноград, капуста /^{2,3,5}. 25 г измельченной пробы заливают гексаном или петролейным эфиром до покрытия пробы. Встряхивают 30 мин. Препарат экстрагируют трижды по 50 мл органического растворителя. Раствор фильтруют через слой б/в сульфата натрия и упаривают досуха при температуре бани не выше 60°.

К сухому остатку прибавляют 2-3 мл 0,5 N соляной кислоты, тщательно снимая остаток со стенок колбы, сливают раствор через слой ваты в делительную воронку. Колбу еще трижды ополаскивают по 1 мл соляной кислоты и сливают в ту же воронку. В делительную воронку приливают 5 мл 0,5 N раствора едкого натра, а затем по каплям доводят раствор до нейтральной реакции / по индикаторной бумаге /. Из нейтрального водного раствора препарат экстрагируют трижды по 10-15 мл хлороформа, предварительно насыщенного водой. Отделяют органический слой, сушат б/в сульфатом натрия и упаривают досуха.

Виноградный сок², мандарины⁶ 25 г пробы заливают 25 мл хлороформа, встряхивают в делительной воронке и оставляют на ночь. Затем отделяют хлороформенный слой, пропускают его через колонку с окисью алюминия и активированным углем, затем сушат безводным сульфатом натрия. Очищенную пробу упаривают досуха, смывают со стенок 1 мл гексана и аликвотную часть хроматографируют.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ И КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА СОДЕРЖАНИЯ СИМ-ТРИАЗИНОВ С ПОМОЩЬЮ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

| Условия хроматографирования | Набивка колонки | | | | |
|-----------------------------|---|------------------|----------|----|--------------------|
| | 2,5% карбо-вакс 20 м + 2,5% апиезон L ¹ | 3% | Versamid | 5% | XE-60 ² |
| | | 900 ³ | | | |
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |

I. Температур-

| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|----------------------|---|--|--|---|---|
| ный режим: | | | | | |
| испаритель | | 225 | 220 | 220 | 230 |
| термостат | | | | | |
| колонок | | 225 | 185 | 200 | 190 |
| 2. Размеры | | | | | |
| клонки | | | | | |
| см | | 170x0,35 | 100x0,3 | 200x0,3 | 100x0,3 |
| 3. Расход га- | | | | | |
| зов, мл/мин: | | | | | |
| азот | | 50 | 22 | 20 | 25 |
| водород | | 15 | 16 | 15 | 18 |
| воздух | | 150 | 400 | 400 | 400 |
| 4. Скорость | | | | | |
| протяжки | | | | | |
| ленты диа- | | | | | |
| граммы, | | | | | |
| мм/мин | | | | | |
| | | 6 | 6 | 3,5 | 4 |
| 5. Рабочая | | | | | |
| шкала | | | | | |
| | | $2,5 \cdot 10^{-11}$ | $1 \cdot 10^{-10}$ | $50 \cdot 10^{-12}$ $100 \cdot 10^{-12}$ $200 \cdot 10^{-12}$ | $100 \cdot 10^{-12}$ |
| 6. Линейный | | | | | |
| диапазон де- | | | | | |
| тектирова- | | | | | |
| ния, нг | | | | | |
| | | I-80 для атразина; I-60 для прометри- на | I-100 для хлоркара- гарда I-80 для мезорани- ла | I-5000 для хлоркара- ганца | 2-500 для прометрина и играна; I-300 для симазина и атразина |
| 7. Вводимый | | | | | |
| объем, мкл | | | | | |
| | | 3-5 | 3-5 | 3-5 | 2 |
| 8. Минимально | | | | | |
| детектируе- | | | | | |
| мое количе- | | | | | |
| ство, нг | | | | | |
| | | I | 5 | 0,5-1 | игран-2 прометрин-2 симазин-1 мезоранил-1 карагард-3 |

| I | 2 | 3 | 4 | 5 |
|----------------------------|--------|-------|-------|--------|
| 9. Время удер- живания, | | | | |
| мин: | | | | |
| пропезин | 6'50" | 4'20" | - | - |
| атразин | 8'10" | 5'10" | - | 8'45" |
| прометрин | 10'03" | 6'00" | - | 16'30" |
| симазин | 10'58" | 6'10" | - | 8'45" |
| игран | - | - | - | 18'15" |
| хлоркаре- гид | 7'23" | 4'40" | 7'00" | 1'48" |
| метоксика- ригид | - | 3'50" | 9'00" | - |
| семерон | - | 6'50" | - | 2'00" |
| мезорантл | - | 9'26" | - | 2'36" |

Перед хроматографированием в ударенный экстракт добавляют точно измеренное количество гексана, после чего аликвоту вводят в хроматограф.

Количественное определение проводят методом сравнения высоты пика исследуемого вещества в пробе и известного количества стандарта

$$X = \frac{C \cdot H_2 \cdot V_2}{H \cdot V_1 \cdot a}, \text{ где}$$

X - количество препарата в мг/кг

C - количество препарата в стандартном растворе, введенного в хроматограф, мкг

H - высота пика стандартного раствора препарата в мм

H₂ - высота пика препарата в пробе, мм

V₁ - инъецируемый объем, мл

V₂ - объем анализируемой пробы, мл

a - навеска, г.

Другим вариантом является использование калибровочных коэффициентов для препарата. Для этого вводят в хроматограф

от 2 до 10 мкл стандартных растворов. Расчет калибровочных коэффициентов производят по формуле:

$$K = \frac{1}{n} \left(\frac{H_1}{C \cdot V_1} + \frac{H_2}{C \cdot V_2} + \dots + \frac{H_n}{C \cdot V_n} \right) \quad , \text{ где}$$

n - число вводимых проб стандартных растворов;

$H_{1,2,\dots,n}$ - высоты пиков вещества, мм;

C - концентрация стандартных растворов, мкг/мл;

$V_{1,2,\dots,n}$ - объем вводимого стандартного раствора, мкл.

Для определения препаратов методом абсолютной калибровки используют формулу

$$X = \frac{H \cdot W}{K \cdot V \cdot A} \quad , \text{ где}$$

X - количество препарата в объекте, мг/кг;

H - высота пика, мм;

W - объем анализируемой пробы, мл;

K - калибровочный коэффициент, мм/нкг;

V - объем, вводимой аликвоты в хроматограф, мкл;

A - навеска, г.

Воспроизводимость метода при доверительной вероятности = 0,95

для играна в масле лаванды $77 \pm 6,4\%$, в сырье лаванды - $77,6\%$;

для прометрина в масле лаванды - $70 \pm 3,1\%$, в растительном сырье лаванды $74,4\%$;

для атразина в масле кориандра - $85 \pm 9,5\%$ в растительном сырье кориандра - $75,3\%$;

для симазина в масле лаванды $85 \pm 9,5\%$, в растительном сырье лаванды - $75,3\%$;

- пределы обнаружения в мг/кг:

игран в эфирном масле - 0,2, в эфирномасличном сырье - 0,04;

прометрин в эфирном масле - 0,2, в эфирномасличном сырье - 0,04;

симазин в эфирном масле - 0,1, в эфирномасличном сырье - 0,02;

атразин в эфирном масле - 0,1, в эфирномасличном сырье - 0,02;

При определении гербицидов в воде и кукурузе предел обнаружения составляет 0,001 м. /л и 0,04 мг/кг соответственно. Аналитическая открываемость в кукурузе: пропализа 80,0 - 100%, атразина 80,4 - 100,0%, симазина 74,3 - 100,0%, приматол - М 80,5 - 99,0, прометрина 75 - 100,0%; в воде: пропализа 80,7 - 92,0%, атразина 84,5 - 89,5%, симазина 81,8 - 89,5%, приматола-М 80,8 - 92,8%, прометрина 78,5 - 85,4%.

Пределы обнаружения карагарда в почве 0,01 мг/кг; семерона, мезоранила, карагарда в зеленой массе, виноградном соке 0,05 мг/кг.

Аналитическая открываемость составляет $90 \pm 5\%$ при доверительной вероятности -0,95.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ И КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕМЕРОНА, МЕЗОРАНИЛА И КАРАГАРДА МЕТОДОМ ТСХ 3,5

Подготовленные и упаренные досуха экстракты проб наносят на пластинку "Silufol" или КСК. Рядом микролипеткой наносят стандартный раствор препарата. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую налит подвижный растворитель - смесь n-гексана и ацетона в соотношении 10:3. Край пластинки погружают в растворитель не более чем 0,5 см. После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до полного испарения растворителя.

На пластинках "Silufol" обнаружение производят раствором бромфенолового синего и азотнокислого серебра, высушивают. После чего опрыскивают хроматограмму вторым проявителем - 4% водным раствором лимонной кислоты. При наличии препаратов на пластинке проявляются синие пятна; пластинки с силикагелем КСК после камеры с подвижным растворителем высушивают при комнатной температуре, а затем помещают в эксикатор, содержащий равные объемы 3% раствора $KMnO_4$ и 12% раствора HCl в CCl_4 .

Через 3-6 мин. пластинку вынимают и высушивают 10 мин. при комнатной температуре. Затем пластинку опрыскивают раствором о-толидина. Триазины проявляются на хроматограмме в виде ярко-синих пятен.

Величины R_f триaziнов в подвижном растворителе гексан - этанол / 10 : 3 /

| Препарата | Пластинки S Silufol | Силикагель КСК S ³ |
|-----------------|--------------------------|---------------------------------|
| Хлоркарагард | 0,23 ± 0,05 | 0,52 ± 0,05 |
| Метоксикарагард | 0,59 ± 0,05 | 0,37 ± 0,04 |
| Семерон | - | 0,45 ± 0,04 |
| Мезоранил | - | 0,70 ± 0,02 |

Количественное определение проводят путем сравнения площади и интенсивности окраски пятен проб и стандартов.

Расчет результатов анализа проводят по формулам:

$$X = \frac{A}{B} \quad \text{или} \quad X = \frac{a S_2}{S_1}$$

где X - содержание препарата в пробе в мг/кг или мг/л;

A - количество препарата, найденное путем визуального сравнения размера и интенсивности пятен пробы и стандартных растворов в мкг;

B - вес или объем исследуемой пробы в г или мл;

a - содержание препарата в стандартном растворе в мкг;

S_1 - пятна стандартных растворов в мм²;

S_2 - площадь пятна пробы в мм².

Предел обнаружения бромфеноловым синим - 1 мкг; о-толидинем - 0,5 мкг в анализируемом объекте. Аналитическая открываемость 32 ± 4,8%.

Л-91892 от 23.9.77. Заказ 3824 Тираж 2000 Формат 60x84/16

Типография ВАСХНИЛ