

## 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.

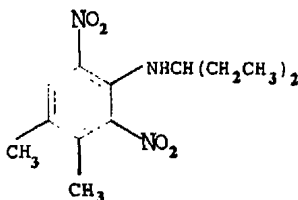
Фирма-изготовитель: Агротрейд.

Торговое название: КОБРА.

Действующее вещество: пендиметалин.

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

Структурная формула:



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

Молекулярная масса: 281,3.

Химически чистое вещество: кристаллы желтого цвета.

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

Краткая токсикологическая характеристика: LD<sub>50</sub> 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 подсол- нечника	Масло подсол- нечника
Предел обнаружения, мг/дм <sup>3</sup> , мг/кг	0,005	0,05	0,025	0,05	0,05
Диапазон определяемых концентраций, мг/дм <sup>3</sup> , мг/кг	0,005-0,04	0,05-0,4	0,025-0,2	0,05-0,4	0,05-0,4
Среднее значение определе- ния, %	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 <sup>3</sup> , мг/кг	Извлечено, %	Доверитель- ный интервал среднего ре- зультата, %
Вода	0,005	85,6	± 4,5
	0,01	88,0	± 4,3
	0,02	91,4	± 3,9
	0,04	95,8	± 3,4
Почва	0,05	83,4	± 4,9
	0,1	87,0	± 4,1
	0,2	90,1	± 3,3
	0,4	92,8	± 3,0
Кочаны капусты	0,025	85,6	± 4,4
	0,05	90,0	± 3,9
	0,1	93,1	± 3,5
	0,2	95,0	± 3,3

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

## 2.2. Реактивы, растворы, материалы.

Аналитический стандарт пенициллина.

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  $\text{KMgO}_4$  и щелочью.

н-Гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78.

Калия гидроокись, чда, ГОСТ 24363-80.

Натрий серноокислый 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 (ДПР).

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  $+40^{\circ}\text{C}$  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<sup>0</sup>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<sup>0</sup>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<sup>0</sup>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<sup>2</sup>) 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<sup>0</sup>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  $+4-6^{\circ}\text{C}$  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  $-18^{\circ}\text{C}$  в закрытой полиэтиленовой таре.

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

Пробы масла подсолнечника хранят при  $+4-6^{\circ}\text{C}$  в закрытой стеклянной таре.

## **2.6. Подготовка проб к определению.**

Пробы почвы перед анализом рассыпают на бумаге или кальке и пестиком разминают крупные комки, из проб пинцетом удаляют включения: корни растений, наскоковых, 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  $100\text{ см}^3$  помещают в делительную воронку емкостью 500 мл, добавляют 1,0 мл 10% водного раствора гидроксида 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 ацетон-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 ацетон-водный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединенным гексано-эфирным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители при температуре  $+40^{\circ}\text{C}$  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  $+40^{\circ}\text{C}$ .

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  $10,0 \pm 0,1$  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 колбу-концентратор емкостью 250 мл. Внутренние стенки колбы с пробой ополаскивают 20 мл ацетона, который также фильтруют 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  $+40^{\circ}\text{C}$  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  $\sim 2,0$ - $2,5$  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  $+40^{\circ}\text{C}$  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  $+40^{\circ}\text{C}$ .

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  $20,0 \pm 0,1$  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  $+40^{\circ}\text{C}$  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  $\sim 2,0-2,5$  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  $+40^{\circ}\text{C}$  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  $+40^{\circ}\text{C}$ .

**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  $+40^{\circ}\text{C}$ . 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°C.

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  $10 \pm 0,1$  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°C. 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°C или в морозильную камеру на 15 минут, где выдерживают при температуре -18°C. 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 гидроксида 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  $+40^{\circ}\text{C}$  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  $+40^{\circ}\text{C}$ .

#### 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  $10,0 \pm 0,1$  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  $+50^{\circ}\text{C}$ . 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  $\sim 2,0$ - $2,5$  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 ацетоноводный слой отбрасывают.

Колбу-концентратор с объединенным гексано-эфирным экстрактом подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю и упаривают растворители при температуре  $+40^{\circ}\text{C}$  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  $+40^{\circ}\text{C}$ .

#### 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:  $8 \times 10^9$ .

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

Температура колонки:  $190^{\circ}\text{C}$ .

Температура испарителя:  $230^{\circ}\text{C}$ .

Температура детектора:  $300^{\circ}\text{C}$ .

Расход газа-носителя (азот в/ч):  $40 \text{ см}^3/\text{мин}$ .

Объем вводимой пробы: 1 мкл.

Время удерживания пентиметалина:  $3,8 \pm 0,1$  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  $80^{\circ}\text{C}$  (1 мин) до  $280^{\circ}\text{C}$  (15 мин) со скоростью  $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ .

Температура испарителя:  $230^{\circ}\text{C}$ .

Температура детектора:  $300^{\circ}\text{C}$ .

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

Объем вводимой пробы: 1 мкл.

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

Предельное детектирование: 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:

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

X – содержание пендиметалина в пробе, мг/кг или мг/дм<sup>3</sup>,

H<sub>1</sub> – высота (площадь) пика анализируемого вещества, мм (мм<sup>2</sup>),

H<sub>0</sub> – высота (площадь) пика стандартного вещества, мм (мм<sup>2</sup>),

A – концентрация стандартного раствора пендиметалина, мг/мл,

V – объем экстракта, подготовленного для хроматографирования, мл,

m – объем (см<sup>3</sup>) 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 сжатými 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).