

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
ВОДЕЗНИЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНКАМИ ПРИ МСХ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В
ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРИМАХ И ВНЕШНей СРЕДЕ

Часть III

Москва - 1977 г.

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

Утверждено

Министерством здравоохранения
СССР
1976 г.

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

Часть III

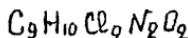
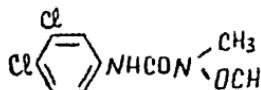
Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками
при МСХ СССР

Москва - 1977 г.

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

Характеристика препарата

N -3,4-дихлорфенил- N -метил- N' метоксимочевина - линурон / асалон, афалол, гарпитан, Н-1810, лорокс и др. / белое кристаллическое вещество, без запаха, т.пл. 93-95°.



Растворимость в воде при 20° - 75 мг/л. Хорошо растворяется в ацетоне, этаноле, хлорформе, хлористом метилене, диэтиловом эфире. Менее растворим в бензоле и алифатических углеводородах - в петролейном эфире с т° 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 линурина 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."

Оксись алюминия нейтральная II степени активности ГОСТ 2962-34

* Баранов Ю.С., Клиоценко М.А., Хилик Л.А. ЕНИИГИТОКС и ЕНИИЭК, утвержден 20 декабря №1562-76.

Подготовка окиси алюминия: определить потерю в весе при прокаливании 100 гр окиси алюминия при нагревании в термощкафу при 130⁰С 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 герметично закрытой.

Вата гигроскопическая, обезжиренная н-гексаном.

Газ-носитель - азот особой чистоты

Стандартный раствор линуриона в н-гексане - 5 мкг/мл и 2 мкг/мл.
Примечание: для экстракции линуриона 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

Микроприц 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 Al₂O₃ помещают слой безводного сульфата натрия - 30 мм.

Ротационный испаритель - ИР-1

Встряживатель 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 вороночку переносятся содержимое колбы после выдержки. После охлаждения экстрагируют н-гексаном из кислого раствора порциями 5 х 30 мл. Экстракти 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 смесь на колонку. Операцию проделяют пять раз. Ликурон эмульгируют 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 аликоголи 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 - $2,5 \cdot 10^{-11} \text{ а}$
- скорость ленты регистратора - 360 мм/час
- колонка стеклянная 3 мм x 1 м, носитель хроматон N - сила-

низированний ДМС / 0,16 - 0,20 мм /, жидкая фаза - 5%
SE - 30

- температурный режим: температура испарителя -210°C , температура колонки -160°C , температура детектора -230°C .
- 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 линуриона - 0,6 мкг
- время удерживания 35 сек
- процент определения в эфирном масле $- 72 \pm 2,57\%$
- в маслосодержащем сырье $- 7,2 \pm 2,76\%$
- 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 линуриона в анализируемой пробе проводим по следующей формуле:

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

X - количество линуриона в пробе, мг/кг

H - высота препарата, мм

V₁ - объем анализируемой пробы, мм

V₂ - объем вводимой пробы, мкл

A - навеска, гр

K - калибровочный коэффициент, его значение определяют следующим образом:

$$K = 1/3 \left(\frac{H_1}{C V_1} + \frac{H_2}{C V_2} + \frac{H_3}{C V_3} \right) \quad , \text{ где}$$

H₁, H₂, H₃ - высота пиков препарата, мм

V₁, V₂, V₃ - объемы стандартного раствора препарата, вводимые в хроматограф, мкл

C - концентрация стандартного раствора - 5 мкг/мл.