

**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.**

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 НИХСЗР; Калинин В.А. - к.с.н., профессор, зав. кафедрой ТСХА; Гиренко Д.Б. - к.х.н., зав. аналитической лабораторией 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 изо-фенфосу) 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 фосамида 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 эфала (этилфосфата 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 сумм-*o* 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 лантаграна 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 харвалли в воде методом хроматографии в тонком слое.

29 июля 1991г, N 6102-91.....182...

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

29 июля 1991г, N 6107-91.....191....

25. Методические указания по определению аллицина 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 диметилена 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 газохроматографическому 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 диоксана и адипата 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, N 6085-91.....323.....
11. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций люндакса 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-Г (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 кооцентраций тиади-зола 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 фолликура в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии
29 июля 1991г, N 6112-91.....362.....
19. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций физилада в воздухе рабочей зоны.
29 июля 1991г, N 6088-91.....369.....
20. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций харелли 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 эфала в воздухе рабочей зоны фотометрическим и газохроматографическим методом.
29 июля 1991г, № 6120-91.....387.....

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР

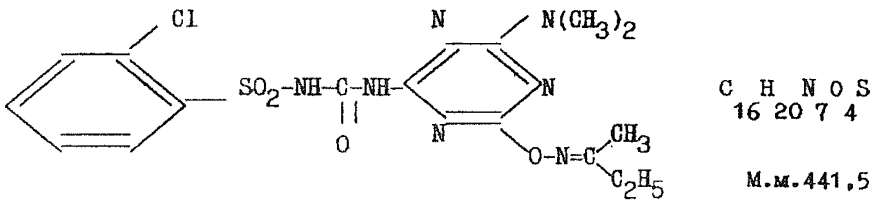
" 29 " июля 1991 г

№ 6273-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЭЛЛИПСИСА В ПОЧВЕ, ЗЕРНЕ ЗЕР-
НОВЫХ КУЛЬТУР МЕТОДАМИ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

1. Краткая характеристика препарата

Действующее вещество - N-(0-хлорфенилсульфонил)-N'- (4-диметиламино-6-
-(а-метил)-пропилиден)аминоокси-1,3,5-триазин-2-ил)-мочевина



Синонимы: эллипис, хлорсульфоксиметил

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

Применяется в качестве регулятора 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/м³

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

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на определении эллиписа 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 пробы и очистки экстракта.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Минимально-детеклируемое количество вещества — 0,2–05 мкг

Диапазон определяемых концентраций:

Почва ГХХ 0,004–0,04 ТСХ 0,01–0,1

Зерно зерновых культур ГХХ 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

Элипинс (ВНИИКСР), 97%-ый препарат.

Натрия сульфат, кч, ГОСТ 4328–77.

Азот газообразный, ГОСТ 9283–74 в баллоне с редуктором.

Ацетон, ч, ГОСТ 2603–79.

Хлороформ, ч, ГОСТ 20015–74.

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

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

Хромосорб–750, 3% ОУ–17.

Эфирный раствор диэтилометана.

О-голидин, 0,5%-ый раствор в ацетоне.

Азотнокислое серебро, чда, ГОСТ 1277–81.

Аммиак водный, чда, ГОСТ 3760–79.

Метанол, кч, ТУ 6–09–1709–77.

Калия гидрат окиси, ГОСТ 9285–78.

Гидразин-гидрат, кч, ГОСТ 5832–65.

Бензол, кч, ГОСТ 5955–81 .

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277–81.

О-Голидин, 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, СССР/.

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 КС, ГОСТ 25336-82 /с байпасом/.

Трубка ТК 45⁰-14/23, ГОСТ 25336-82.

Капилляр 14/23.

Шланг резиновый.

Микрошприц МИ-10, ТУ 2-833-106.

Стакан полистироловый.

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 освещают 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 diazometana

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, охладив колбу до $+5^{\circ}\text{C}$ 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 diazometan, 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 помещает в морозильную камеру холодильника ($T = -12 - 18^{\circ}\text{C}$) на 6-8 часов.

По окончании прибавления хлороформа реакционную колбу нагревают до $+40^{\circ}\text{C}$ на водяной бане для полного удаления diazometana из реакционной массы. Когда реакционная масса и поверхность холодильника обесцветятся, реакцию считают завершенной. Выход diazometana 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-

вайт 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 свидетельствует 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 x 3 мм
Твердый носитель - Хромосорб-750
Жидкая фаза - 5% ОУ-17
Температура термостата колонки - 185⁰С
детектора-250⁰С
испарителя-200⁰С
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- $20 \cdot 10^{-12}$
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 x 3 мм
 Твердый носитель - Хромосорб-750
 Жидкая фаза - 5% ОУ-17
 Температура термостата колонки - 175°C
 детектора - 200°C
 испарителя - 200°C

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 - $20 \cdot 10^{-12}$

Время удерживания эллипса - 5 мин 40 сек

2.7. Обработка результатов анализа. Газохроматографический метод

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

$$X = \frac{S_{пр} \cdot G \cdot V \cdot V_{ст}}{S_{ст} \cdot V_a \cdot P}, \text{ где}$$

X - содержание препарата эллипс в зерне, мг/кг;

G - содержание эллипса в стандартном растворе, мг;

$S_{пр}$ - площадь пика анализируемой пробы, мм²;

V - общий объем пробы, мл;

$S_{ст}$ - площадь пика стандартного раствора, мм²;

V_a - объем хроматографируемой пробы, мл;

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;

V₁ - объем аликвоты, отобранной для хроматографирования, мл. При нанесении всей пробы V₁ = 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