

**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 XII**

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государст-  
венного Санитарного врача СССР

А.И.Зайченко

" 30 " марта \_\_\_\_\_ 1981 г.

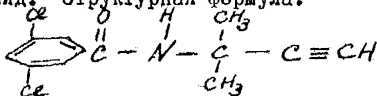
№ 2360-81

ВРЕМЕННЫЕ  
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОЖИДКОСТНО-  
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ КЕРБА  
(ПРОПИЗАМИДА) В ВОДЕ, ПОЧВЕ И РАСТЕНИЯХ

I. Характеристика анализируемого пестицида

Керб (синонимы: пропизамид, пронамид) используется в качестве гербицида для прополки посевов сои, хлопчатника, люцерны. Эффективен против злаковых сорняков, пастушьей сумки, ярути, лютика.

Химическое название: 3,4-дихлор-N-(1,1-диметил-2-пропинил)-бензамид. Структурная формула:



$C_{12}H_{11}Cl_2$ . Молекулярная масса 242. Точка плавления  $154 - 156^{\circ}C$ .

По внешнему виду представляет собой бесцветное кристаллическое вещество. Растворимость: в воде -- 15 мг/л, в органических растворителях (за исключением насыщенных алифатических углеводородов) растворяется хорошо.

МД<sub>50</sub> для крыс 5620 - 8350 мг/кг.

2. Методика определения керба в воде, почве  
и растениях

## 2.1. Основные положения.

### 2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на газохроматографическом определении керба с детектором постоянной скорости рекомбинации на неподвижных фазах SE-30 или XE-60 после экстракции из проб органическим растворителем и очистке экстракта на окиси алюминия.

### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

диапазон определяемых концентраций 0,0005–0,006 мкг. Нижний предел определения: вода – 0,02 мкг/кг; почва – 0,03–0,05 мкг/кг; растения – 0,05 мкг/кг.

Среднее значение определения стандартных растворов пестицидов: 87% (вода), 70% (почва), 67% (растения). Стандартное отклонение: 8, (вода), 10,2% (почва), 5,6% (растения).

Определению керба не мешают: 2,4-Д, 2М-4Х, симазин, атразин, пропразин, прометрин, линурон, арезин, бентазон, диурол.

## 2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ), ГОСТ 2603-71, чда.

Хлороформ ( $\text{CHCl}_3$ ), чда. ТУ 6-09-4263-76.

Генсан ( $\text{C}_6\text{H}_6$ ), МРТУ 6-09-3375-78 хч.

Кислота соляная (НСl), ГОСТ 3118-77, хч.

Аммиак водный, 25%-ный, ГОСТ 3760-64.

Алюминий окись ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), МРТУ 6-09-5296-68, ч.

Натрий серноокислый, безводный ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ), ГОСТ 4166-76, хч.

Неподвижные жидкие фазы: XE-60 (5%) и SE-30 (5%), нанесенные на диоксид кремния N-AW (0,16–0,20 мм), СССР.

Аэрозоль керба, ГОСТ 9293-74, осч.

Стандартный раствор керба в хлороформе: 10 мг кристаллического керба растворяют в мерной колбе в 100 мл хлороформа (методика).

1 мл маточного раствора переносят в мерную колбу и доводят до 100 мл хлороформа (рабочий раствор). В 1 мл рабочего раствора содержится 1 мкг герба.

### 2.3. Посуда и приборы.

Аппарат для встряхивания АВУ-1, ТУ 64-1-1081-73.

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Газовый хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации.

Баня песочная ТУ 46-775-77.

Водоструйный насос КМ 1230, ТУ 64-1-861-72.

Воронки делительные ВД-3-500, ГОСТ 8613-75.

ВД-3-1000, ГОСТ 8613-75.

Колбы КН КШ-500-29/52 ТС, ГОСТ 10394-72.

Колбы остродонные ОКШ-50-14/23 ТС, ГОСТ 10394-72.

Стеклоанальные бюксы: СЧ 34/12, ГОСТ 7148/70.

Колбы мерные ГОСТ 1770-74, 100 мл.

Микрошприцы МШ-10.

### 2.4. Подготовка к определению.

#### 2.4.1. Подготовка хроматографических колонок

##### и их кондиционирование

Стеклоанальные колонки моют хромовой смесью, ополаскивают водой, промывают ацетоном, а затем смесью ацетона, хлороформа и гексана в равных объемных отношениях. Колонку просушивают, затем заполняют сорбентом, используя водоструйный насос. Заполненную колонку кондиционируют, не подключая к детектору 18 час при 250<sup>0</sup>С (ХЕ-60) и 270<sup>0</sup>С (С Е-30).

2.4.2. Отбор проб производится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколи-чесов пестицидов, утвержденных заместителем Главного Государствен-

ного санитарного врача СССР 21.08.1979 за № 2051-79.

## 2.5. Проведение определения.

### 2.5.1. Экстракция.

Вода. 100 мл воды подщелачивают 25% -ным аммиаком (рН 9-10 по универсальному индикатору) и встряхивают в делительной воронке с хлороформом (3 раза по 20 мл) каждый раз в течение 2 мин. Хлороформные экстракты пропускают через бумажный фильтр с безв.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  и упаривают досуха.

Почва. 10 г мелкоизмельченной и просеянной воздушно-сухой почвы заливают в колбе 100 мл ацетона и настаивают в течение ночи (16-17 час.). Ацетон фильтруют через плотный бумажный фильтр с безводным  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , остаток встряхивают с ацетоном (2 раза по 30 мл) в течение 5 мин. Ацетоновые экстракты переносят на тот же фильтр, затем упаривают досуха.

### Растения (зеленая масса люцерны, ботва и клубни картофеля,

### корни свеклы). 10 г мелкоизмельченной растительной массы заливают в колбе 100 мл хлороформа и настаивают в течение ночи. Хлороформ пропускают через слой безв. $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , твердый остаток дважды встряхивают с 30 мл хлороформа каждый раз по 5 мин. Экстракты переносят на тот же фильтр и упаривают досуха.

### 2.5.2. Очистка экстрактов.

Сухие остатки после экстракции почвы и растений (а при сильной загрязненности и воды) растворяют в 2 мл хлороформа и переносят в бюкс, в который помещают 5 г окиси алюминия. Колбу дважды смывают хлороформом по 1 мл и переносят в тот же бюкс. Бюкс помещают на песочную баню, нагретую до 50-60°C и выдерживают до полного улетучивания хлороформа (работать под тягой). Затем стеклянной палочкой тщательно перемешивают сорбент в бюксе. После этого сорбент переносят в делительную воронку, в суженный конец которой помещают тампон из

стеклоткани. Стеклоткань предварительно выдерживают 5-6 час. в конц. серной кислоте, отмывают водой и высушивают.

Для элюирования керба через колонку пропускают 400 мл смеси конц. HCl и воды (1:20 по объему), скорость вытекания (100-120 капель в мин.) регулируют поворотом крана делительной воронки.

Солянокислый раствор подщелачивают 25%-ным раствором аммиака до pH 9-10 и экстрагируют хлороформом (3 раза по 40 мл), встряхивая каждый раз в течение 2 мин. Объединенные хлороформные экстракты фильтруют через бумажный фильтр с безв.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$  и упаривают на ротационном испарителе досуха в колбочке с оттянутым дном. Колбочку дополнительно продувают теплым воздухом из фена.

### 2.5.3. Условия хроматографирования.

В коническую колбочку с оттянутым дном, в которой упаривали экстракт, вносят 2 мл ацетона, закрывают стеклянной пробкой и энергично встряхивают 1 мин. В хроматограф вводят 2-5 мкл ацетонового раствора.

В колбочку с оттянутым дном вносят 0,5-1,0 мкг хлороформного раствора керба (0,5-1,0 мл рабочего раствора). Хлороформ упаривают досуха, продувают теплым воздухом, добавляют 2 мл ацетона и встряхивают 1 мин. В испаритель вводят 2-5 мкл ацетонового раствора.

Хроматограф "Цвет-106", детектор постоянной скорости рекомбинации. Шкала ИМТ 10 x 10<sup>-12</sup> а, скорость протяжки диаграммной ленты 1 см/мин. Колонка стеклянная, спиральная, 2000x3,5 мм, заполненная 5% ХЕ-60 или СЕ-30. Температурный режим для колонки ХЕ-60: температура колонки 230<sup>0</sup>С, испарителя 250<sup>0</sup>С, детектора 260<sup>0</sup>С; для колонки СЕ-30: температура колонки 200<sup>0</sup>С, испарителя и детектора 225<sup>0</sup>С.

Газ-носитель - азот особой чистоты (60 мл/мин), газ для продувки детектора - азот (осч) - 145 мл/мин.

Линейность детектора в пределах 0,0005–0,006 мкг. Чувствительность 0,0005 мкг. Время удерживания керна равно 9, 25 мин. (ХЕ-60) и 4,25 мин (СЕ-30).

### 2.6. Обработка результатов анализа.

Количественное определение проводят путем сравнения площадей пиков проб и стандартных растворов по формуле:

$$X = \frac{M_{\text{ст.}} \cdot S_{\text{пр.}} \cdot V_{\text{к}}}{S_{\text{ст.}} \cdot V_{\text{х}} \cdot M}$$

где X – содержание керна в пробе (мг/кг)

$M_{\text{ст.}}$  – содержание гербицида в стандартном растворе, мкг

$S_{\text{ст.}}$  – площадь пика стандартного раствора, мм<sup>2</sup>

$S_{\text{пр.}}$  – площадь пика пробы, мм<sup>2</sup>

$V_{\text{к}}$  – объем конечного экстракта, в котором растворен сухой остаток, мкл

$V_{\text{х}}$  – объем экстракта, введенного в хроматограф, мкл

M – навеска пробы, г.

### 2.7. Требования техники безопасности.

При анализе необходимо выполнять требования безопасности, рекомендованные для работы с органическими растворителями, растворами кислот, аммиака и сжатыми газами.

2.8. Настоящие методические указания составлены по материалам Белорусского НИИ защиты растений (канд.биол.наук П.М.КИСЛУШКО).