

AGROTECHNIKA	N O R M A B R A N Ź O W A	BN-88
	Materiał roślinny Oznaczanie pozostałości herbicydów	9180-38
	Substancja aktywna — haloksyfopetoksyetyl	
		Grupa katalogowa 1502

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania pozostałości haloksyfopetoksyetylu i haloksyfopu w materiale roślinnym, przy zastosowaniu chromatografii gazowej.

1.2. Zakres stosowania normy. Norma ma zastosowanie przy oznaczaniu pozostałości haloksyfopetoksyetylu, będącego składnikiem czynnym preparatu Gallant 125 EE, oraz haloksyfopu — głównego metabolitu składnika aktywnego w przypadkach:

a) kontroli pozostałości haloksyfopetoksyetylu i haloksyfopu w materiale roślinnym w celu określenia stopnia jego skażenia,

b) analiz pozostałości w przypadkach incydentalnego uszkodzenia upraw, analiz arbitrażowych i sądowych.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na wydzieleniu haloksyfopetoksyetylu i haloksyfopu z próbki materiału roślinnego w procesie ekstrakcji acetonitrylem, rozdzielaniu obydwu związków, poprzez ekstrakcję roztworem kwaśnego węgla sodowego, oczyszczeniu ekstraktu od zanieczyszczeń metodą chromatografii kolumnowej oraz oznaczaniu ilościowym badanych substancji (po uprzedniej estryfikacji haloksyfopu) metodą chromatografii gazowej z wykorzystaniem detektora jonizacyjno-rekombinacyjnego. Wykrywalność metody $0,002 \div 0,005$ mg/kg.

2.2. Odczynniki i roztwory

a) Aceton cz.d.a. przedestylowany z aparatury szklanej.

b) Acetonitryl techniczny, przedestylowany z nad P_2O_5 w aparaturze szklanej.

c) Alkohol *n*-butylowy cz.d.a.

d) Alkohol etylowy — 96%(V/V).

e) Alkohol metylowy cz.d.a. — przedestylowany z aparatury szklanej.

f) Celit 545.

g) Chloroform przedestylowany z aparatury szklanej i stabilizowany etanolem (10 ml/1 l chloroformu).

h) Dwuazometan, roztwór w eterze etylowym.

Odważyć 4,28 g *N*-metylo-*N*-nitrozo-*p*-toluenosulfonamidu, rozpuścić w 60 cm³ eteru etylowego i ochłodzić w lodzie, dodać ochłodzony roztwór 0,8 g wodorotlenku potasowego w 20 ml etanolu. Jeżeli powstaje osad, dodać więcej etanolu, aż do całkowitego rozpuszczenia. Następnie destylować roztwór eterowy dwuazometanu z łaźni wodnej o temperaturze około 40°C, stosując chłodnicę z dobrym chłodzeniem. Destylat odbierać do kolbki stożkowej pojemności 250 ml, zawierającej 50 ml eteru etylowego, umieszczonej w łaźni z lodem.

Otrzymany roztwór eterowy zawiera około 0,7 g dwuazometanu. Przechowywać w szczelnie zamkniętej kolbie w temperaturze poniżej 0°C. Ze względu na jego stosunkowo szybki rozkład (trwałość około tygodnia) należy przygotować taką ilość, która zostanie od razu zużyta. Dwuazometan jest związkiem bardzo toksycznym i wybuchowym. Jego syntezę należy przeprowadzać wyłącznie pod wyciągiem, wyposażonym w sprawny system wentylacyjny, w okularach ochronnych ze szkła organicznego (Plexiglas).

i) Eter etylowy do narkozy.

j) Florisil 60 ÷ 120 mesh.

k) Fractosil 200, 170 ÷ 230 mesh ASTM, firmy Merck.

l) Gas chrom Q, 80 ÷ 100 mesh.

ł) *n*-Heksan przedestylowany z aparatury szklanej.

m) *n*-Heksan nasycony acetonitrylem.

n) Kwas solny cz.d.a. stężony *d* — 1,19.

o) Kwas solny — 37 ÷ 38%.

p) Mieszanina koagulacyjna.

W kolbie pomiarowej pojemności 1 l rozpuścić w wodzie destylowanej 6,25 g chlorku amonu i 10 cm³ kwasu ortofosforowego. Po rozpuszczeniu uzupełnić wodą do kreski.

q) Mieszanina alkoholu *n*-butylowego z kwasem siarkowym stężonym 49 + 1(V/V).

r) *N*-metylo-*N*-nitrozo-*p*-toluenosulfonamid (Diazald) (cz.d.a.).

Handlowy produkt *N*-metylo-*N*-nitrozo-*p*-toluenosulfonamidu wymaga najczęściej oczyszczania. Związek rozpuszcza się we wrzącym eterze etylowym (1 ml/g)

Zgłoszona przez Instytut Uprawy, Nawożenia i Gleboznawstwa
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Uprawy, Nawożenia i Gleboznawstwa dnia 2 lutego 1988 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1988 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 6/1988, poz. 15)

i dodaje równą objętość eteru naftowego, a następnie chłodzi w lodówce. Powstały osad odsącza się i suszy w eksykatorze z P_2O_5 . Produkt należy przechowywać w ciemnym słoju, najlepiej w lodówce.

- s) Olej silikonowy OV — 225.
- t) Olej silikonowy XE — 60.
- u) Roztwór eteru etylowego w *n*-heksanie 15% i 40%.
- w) Roztwór wodorotlenku sodowego o $c(\text{NaOH}) = 0,2 \text{ mol/l}$.
- x) Sączek silikonowy — Whatman 1 P/S.
- y) Węglan sodowy, kwaśny cz.d.a. roztwór 1%.
- z) Wzorzec haloksyfopetoksyetylu (2-/4-/3-chloro-5-trójfluorometylo-2-pirydynylooksy) fenoksy (propionian etoksyetylowy) o czystości 99% otrzymany z firmy Dow Chemical Co.
- ż) Wzorzec haloksyfopu (kwas 2-/4-/3-chloro-5-trójfluorometylo-2-pirydynylo-oksy) fenoksy (propionowy), o czystości 99% otrzymany z firmy Dow Chemical Co.
- z) Żel krzemionkowy 60 230÷400 mesh — firmy Merck No 9385.

2.3. Aparatura, przyrządy i materiały

- a) Chromatograf gazowy z detektorem jonizacyjno-rekombinacyjnym (Ni^{63} 10 mC).
- b) Homogenizator z pojemnikiem szklanym lub ze stali nierdzewnej.
- c) Kolumna chromatograficzna ze szkła borokrzemowego o długości 2,0 m i średnicy 3 mm.
- d) Kolumna szklana chromatograficzna z kranikiem i z dnem ze szkła spiekanego o porowatości zero, o długości 300 mm i średnicy wewnętrznej 20 mm.
- e) Kolumna szklana chromatograficzna z kranikiem i z dnem ze szkła spiekanego o porowatości zero, o długości 100 mm i średnicy wewnętrznej 10 mm.
- f) Mikser lub młynek do rozdrabniania próbek roślinnych.
- g) Mikrostrzykawka pojemności 10 μl .
- h) Wyparka próżniowa rotacyjna.
- i) Zamrażarka (do przechowywania próbek).

2.4. Przygotowanie roztworów wzorcowych

Roztwór A. W kolbie pomiarowej pojemności 100 ml rozpuścić w *n*-heksanie 0,1 g wzorca haloksyfopetoksyetylu lub haloksyfopu odważonego z dokładnością do 0,0002 g, uzupełnić *n*-heksanem do kreski i dobrze wymieszać.

1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1000 μg haloksyfopetoksyetylu lub haloksyfopu.

Roztwór B. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć 10,0 ml roztworu A, uzupełnić *n*-heksanem do kreski. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 100 μg wzorca.

Roztwór C. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć 10,0 ml roztworu B, wypełnić *n*-heksanem do kreski i wymieszać. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 10 μg wzorca.

Roztwór D. Do kolby pomiarowej pojemności 100 ml odmierzyć 10,0 ml roztworu C, uzupełnić *n*-heksanem do kreski. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 1 μg wzorca.

2.5. Estryfikacja roztworu wzorcowego haloksyfopu

2.5.1. Otrzymywanie estru metylowego. Do kolby stożkowej pojemności 100 ml wlać 4 ml roztworu wzorcowego D i odparować do sucha. Do suchej pozostałości dodać 4 ml roztworu eterowego dwuazometanu, kolbę zamknąć pod wyciągiem na około 30 min w temperaturze 20°C. Następnie kolbę umieścić w łożni wodnej o temperaturze 30°C i wydmuchać powietrzem do sucha eter etylowy. Pozostałość rozpuścić w 4,00 ml *n*-heksanu.

2.5.2. Otrzymywanie estru butylowego. Do próbki lub kolbki pojemności 10 ml wlać 4 ml roztworu wzorcowego D odparować do sucha, następnie dodać 2 ml świeżo sporządzonej mieszaniny alkoholu *n*-butylowego ze stężonym kwasem siarkowym, założyć chłodniczkę powietrzną i ogrzewać przez 30 min w temperaturze 110÷112°C. Po ochłodzeniu próbkę przenieść do rozdzielacza, przy użyciu 50 ml wody destylowanej, dodać 4,00 ml *n*-heksanu i całość wytrząsać około 3 min. Po rozdzieleniu się warstw zebrać 2 ml roztworu heksanowego.

2.6. Pobieranie, przygotowanie i przechowywanie próbek

2.6.1. Pobieranie próbek — wg PN-78/R-04011.

2.6.2. Przygotowanie próbek do analizy. Średnią próbkę materiału roślinnego (ziarno, słoma, części zielone roślin, owoce, warzywa itp.) pobraną wg 2.6.1 należy rozdrobnić w młynku, mikserze lub krajalnicy i wymieszać. Z tak przygotowanej próbki należy pobrać odpowiednią odważkę do dalszej analizy laboratoryjnej.

2.6.3. Przygotowanie próbki do analizy. W celu zabezpieczenia przed rozkładem substancji aktywnej, próbkę pobraną wg 2.6.1, przygotowaną wg 2.6.2, przechowuje się w temperaturze -20°C, w zamkniętym pudełku z tworzywa sztucznego, tekturowym lub woreczku foliowym z widocznym na wierzchu numerem próbki. Do analizy pobrać odważkę po uprzednim całkowitym rozmrożeniu próbki.

2.7. Wykonanie oznaczania

2.7.1. Ekstrakcja próbek

2.7.1.1. Owoce truskawek, malin, borówka czarna

a) 40 g próbki przygotowanej wg 2.6.2 umieścić w pojemniku homogenizatora, następnie dodać 100 ml acetonitrylu oraz taką ilość stężonego kwasu solnego (około 2 ml), aby roztwór osiągnął $\text{pH} = 1 \div 2$ (pH sprawdzać przy użyciu uniwersalnego papierka wskaźnikowego). Całość miksować przez 15 min. Próbkę przesączyć przez sączek do kolbki pojemności 250 ml, pozostałość na sączku przemyć acetonitrylem w ilości 20÷30 ml. Połączone ekstrakty acetonitrylowe zagęścić na wyparce do około 20 ml. Przenieść zagęszczony ekstrakt, przy użyciu 200 ml wody redestylowanej, z kolbki do rozdzielacza i całość ekstrahować chloroformem w ilości 50, 30 i 30 ml. Warstwę chloroformową zbierać do rozdzielacza pojemności 500 ml, dodać około 200 ml węglanu sodowego, wstrząsnąć 2÷3 min i pozostawić do rozdzielenia się warstw. Dolną warstwę chloroformową zawierającą haloksyfopetoksyetyl zebrać do kolbki, przepuszczając w celu osuszenia przez sączek silikonowy.

Następnie chloroform odparować bardzo ostrożnie do sucha, na wyparce rotacyjnej w łaźni o temperaturze 40°C.

b) Do pozostałej w rozdzielaczu warstwy wodnej, zawierającej haloksyfop, dodać stężonego kwasu solnego, doprowadzając do pH = 1 ÷ 2, mierzonego uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym, lekko wytrząsać, a następnie ekstrahować chloroformem (50, 30 i 30 ml). Ekstrakty chloroformowe zebrać bezpośrednio do kolbki, odparować do sucha na wyparce rotacyjnej.

2.7.1.2. Warzywa

a) 40 g próbki przygotowanej wg 2.6.2 umieścić w pojemniku homogenizatora, następnie dodać 100 ml acetonitrylu i taką ilość kwasu solnego wg 2.2o) (około 2 ml), aby roztwór osiągnął pH = 1 ÷ 2. Całość miksować przez 15 min. Próbkę przesączyć przez sączek do kolbki pojemności 250 ml, pozostałość na sączku przemyć acetonitrylem. Połączone ekstrakty acetonitrylowe zagęścić na wyparce do pojemności około 20 ml. Przenieść przy użyciu 200 ml wody destylowanej zagęszczone ekstrakty do rozdzielacza i ekstrahować 50 ml chloroformu, a następnie *n*-heksanem w ilości 30 i 30 ml. Otrzymany ekstrakt odparować na wyparce do sucha, pozostałość rozpuścić w 50 ml chloroformu, przenieść do rozdzielacza. Kolbę przemyć 2-krotnie 5 ml chloroformu wlewając go do rozdzielacza.

Dodać około 200 ml węgla sodowego, wytrząsać 2 ÷ 3 min, a następnie pozostawić do rozdzielenia się warstw. Dolną warstwę chloroformową zawierającą haloksyfopetoksyetyl, zebrać do kolbki i przepuszczając przez sączek silikonowy w celu osuszenia i odparować ostrożnie do sucha na wyparce rotacyjnej w temperaturze 40°C.

b) Postępować dalej wg 2.7.1.1b).

2.7.1.3. Bulwy ziemniaka. 40 g próbki przygotowanej wg 2.6.2 umieścić w słoju mającym zamknięcie, dodać 100 ml acetonitrylu i 50 ml kwasu solnego (wg 2.2n) i miksować przez 15 min, potem zamknąć sój i pozostawić całość na noc. Następnie przesączyć przez sączek do kolbki pojemności 500 ml i pozostałość na sączku przemyć 50 ml acetonitrylu. Połączone ekstrakty acetonitrylowe zagęścić do około 20 ml. Zagęszczony ekstrakt przenieść przy użyciu 200 ml wody destylowanej do rozdzielacza. Doprowadzić roztwór do pH = 1 ÷ 2, dodając kwas solny (wg 2.2o). Następnie ekstrahować 50 ml chloroformu, a następnie *n*-heksanem w ilości 30 i 30 ml. Połączone ekstrakty odparować do sucha na wyparce rotacyjnej.

2.7.1.4. Burak cukrowy (korzeń, liście). 40 g próbki przygotowanej wg 2.6.2 umieścić w słoju mającym zamknięcie, dodać 150 ml acetonitrylu i taką ilość kwasu solnego (wg 2.2o), aby roztwór osiągnął pH = 1 ÷ 2. Następnie miksować przez 15 min. Całość przesączyć przez sączek do kolby pojemności 500 ml, pozostałość na sączku przemyć 50 ml acetonitrylu, a otrzymany ekstrakt odparować do sucha na wyparce. Pozostałość rozpuścić w 5 ml acetonu, dodać 50 ml wodorotlenku sodowego i pozostawić na noc w lodówce.

Następnie przy użyciu 100 ml wody przenieść całość do rozdzielacza, dodać taką ilość kwasu solnego (wg 2.2o) około 3 ÷ 4 ml), aby roztwór osiągnął pH = 1 ÷ 2 (mierzonego uniwersalnym papierkiem wskaźnikowym) i ekstrahować chloroformem w ilości 50, 50 i 30 ml, zbierając chloroform do kolbki z dnem okrągłym. Ekstrakty chloroformowe odparować do sucha.

Suchą pozostałość rozpuścić w 5 ml acetonu, dodać 50 ml mieszaniny koagulacyjnej, 2 g celitu, wytrząsać 1 ÷ 2 min i pozostawić na 10 min. Następnie roztwór zdekantować przez sączek do rozdzielacza. Pozostałość w kolbie wytrząsnąć z 50 ml mieszaniny koagulacyjnej zawierającej 10% acetonu, pozostawić na 1 ÷ 2 min i zdekantować ciecz przez sączek do rozdzielacza. Ponownie pozostałość wytrząsnąć z 50 ml mieszaniny koagulacyjnej zawierającej 10% acetonu i całość przesączyć do rozdzielacza. Do ekstraktu dodać 50 ml wody destylowanej, sprawdzić pH (w razie potrzeby doprowadzić do pH = 1 ÷ 2 dodając kwas solny wg 2.2o) i ekstrahować chloroformem w ilości 50, 50 i 30 ml. Warstwę chloroformową przenieść do rozdzielacza i wytrząsać z 200 ml węgla sodowego. Chloroform odrzucić. Warstwę wodną, zawierającą haloksyfop, doprowadzić do pH = 1 ÷ 2, dodając kwasu solnego wg 2.2o), lekko wytrząsać i ekstrahować ponownie takimi samymi porcjami chloroformu. Warstwę chloroformową zbierać do kolbki pojemności 250 ml i odparować do sucha na wyparce rotacyjnej.

2.7.1.5. Naniona rzepaku. 30 g nasion przygotowanych wg 2.6.2 umieścić w słoju mającym zamknięcie, dodać 150 ml acetonitrylu i taką ilość kwasu solnego wg 2.2o) (około 2 ml), aby roztwór osiągnął pH = 1 ÷ 2. Całość miksować przez 15 min. Następnie przesączyć do rozdzielacza, pozostałość na sączku przemyć 50 ml acetonitrylu. Ekstrakt acetonitrylowy wytrząsnąć z 100 ml *n*-heksanu nasyconego acetonitrylem. Po rozdzieleniu warstw, zebrać warstwę acetonitrylową do kolbki i odparować do sucha. Pozostałość rozpuścić w 5 ml acetonu, dodać 50 ml wodorotlenku sodowego i pozostawić na noc w lodówce. Przenieść całość do rozdzielacza za pomocą 200 ml wody destylowanej, doprowadzić roztwór do pH = 1 ÷ 2 przez dodanie kwasu solnego wg 2.2o) i ekstrahować chloroformem (50, 50 i 30 ml). Warstwę chloroformu zebrać do rozdzielacza i wytrząsać z 200 ml węgla sodowego. Warstwę chloroformową odrzucić. Do warstwy wodnej dodać (2 ÷ 3 ml) kwasu solnego wg 2.2o) (pH = 1 ÷ 2), lekko wytrząsać i ponownie ekstrahować chloroformem (50, 50 i 30 ml). Ekstrakty chloroformowe odparować do sucha na wyparce rotacyjnej.

2.7.2. Chromatografia kolumnowa

2.7.2.1. Haloksyfop-etoksyetyl. Do kolumny (2.3d) wlać około 70 ml 15% roztworu eteru etylowego w *n*-heksanie. Usypać 5 g żelu krzemionkowego, a następnie 5 g florosilu stosując ciągły przepływ cieczy. Aby uzyskać równomierne ucięcia wypełnienia, należy w czasie usypywania wprawić kolumnę w lekkie drgania przez uderzenie pręcikiem szklanym lub kawałkiem węża.

Po przygotowaniu kolumny pozostawić nad adsorbentem 2 mm warstwę cieczy i nanieść ilościowo otrzymany wg 2.7.1.1a) i 2.7.1.2a) ekstrakt, po uprzednim rozpuszczeniu suchej pozostałości w 2 ÷ 3 ml 15% roztworu eteru etylowego w *n*-heksanie. Kolbę z resztkami ekstraktu przemyć dwukrotnie 2 ÷ 3 ml tego samego roztworu i nanieść każdą porcję na kolumnę, gdy górny poziom cieczy obniży się na wysokość 2 mm nad powierzchnię adsorbenta (nie dopuścić do całkowitego wycieku cieczy z kolumny). Zanieczyszczenia z kolumny wymywać za pomocą 90 ml 15%, a substancję aktywną 100 ml 40% roztworu eteru etylowego w *n*-heksanie, stosując szybkość wymywania około 1 ml/min. Wyciek z kolumny zbierać do kolby z dnem okrągłym pojemności 250 ml i odparować ostrożnie do sucha na wyparce rotacyjnej w temperaturze 40°C. Suchą pozostałość rozpuścić w 4,00 ml *n*-heksanu.

2.7.2.2. Haloksyfop. Do kolumny (2.3e) wlać chloroform, usypać 2 g fractosilu, przy ciągłym przepływie cieczy. Aby uzyskać równomierne ubicie, kolumnę wprawić w lekkie drgania przez uderzenie pięciokrotnie szklanym lub kawałkiem węża.

Po przygotowaniu kolumny, pozostawić nad adsorbentem 2 mm warstwę cieczy i nanieść ilościowo ekstrakt otrzymany wg 2.7.1.1b), 2.7.1.2b), 2.7.1.3, 2.7.1.4 i 2.7.1.5 rozpuszczony w 10 ml chloroformu. Kolbę z resztkami ekstraktu przemyć 2 ÷ 3 ml chloroformu i nanieść na kolumnę. Zanieczyszczenia wymywać 50 ml chloroformu, a haloksyfop 50 ml mieszaniny chloroformu z metanolem (1:1) *V/V*, z szybkością około 1 ml/min. Wyciek z kolumny zbierać do kolbki pojemności 250 ml i odparować do sucha na wyparce rotacyjnej.

2.7.3. Estryfikacja. Haloksyfop można oznaczać jako ester butylowy lub metylowy.

a) **Otrzymywanie estru metylowego.** Suchą pozostałość otrzymaną wg 2.7.2.2 estryfikować wg 2.6.1.

b) **Otrzymywanie estru butylowego.** Suchą pozostałość otrzymaną wg 2.7.2.2 przenieść przy użyciu 3 ÷ 5 ml *n*-heksanu do próbki lub kolbki pojemności 10 ml. Dalej postępować wg 2.6.2.

2.7.4. Chromatografia gazowa. 2 µl roztworu otrzymanego wg 2.7.3 i 2.7.2.1 wprowadzić przy użyciu mikrostrzykawki na kolumnę chromatograficzną, przy czym przed rozpoczęciem analizy badanych próbek wprowadzić roztwór wzorca otrzymany wg 2.5.

Chromatografię przeprowadzić w następujących warunkach:

- detektor jonizacyjno-rekombinacyjny N₁⁶³ 10 mC,
- kolumna chromatograficzna wg 2.3c),
- wypełnienie 4 części wagowe 1% XE-60 + 1 cz. wag. 10% OV 225 na Gas Chrom Q 80-100 mesh.
- Temperatura kolumny:
 - a) ester metylowy 205°C,

- b) ester etoksyetylowy 220°C,
- c) ester butylowy 220°C,
- gaz nośny: argon 45 cm³/min,
- oznaczalność 0,05 ng.

2.7.5. Obliczanie wyniku oznaczania. Pozostałości badanych związków: haloksyfopetoksyetylu lub haloksyfopu (*x*) należy obliczyć w mg/kg wg wzoru

$$x = \frac{V_p \cdot h_p - a \cdot 100}{V_n \cdot h_w \cdot g \cdot n}$$

w którym:

- V_p* — całkowita objętość roztworu próbki do analizy chromatograficznej, ml,
- h_p* — wysokość pików składnika oznaczonego, mm,
- a* — ilość wzorca wprowadzonego na kolumnę, ng,
- V_n* — wprowadzona do kolumny objętość próbki, µl,
- h_w* — wysokość pików roztworu wzorcowego wprowadzonego na kolumnę, mm,
- g* — odważka próbki wziętej do analizy, g,
- n* — odzysk metody, % (wg 2.8).

2.8. Wyznaczanie odzysku metody. Przygotować jak w 2.6 próbki nietraktowanego herbicydami materiału roślinnego i odważyć 7 próbek po 30 g z dokładnością do 0,1 g. Próbki umieścić w zamkniętych pojemnikach (kolby stożkowe z dnem okrągłym lub słoje).

Do trzech pojemników dodać po 3 ml roztworu D, co odpowiada poziomowi 0,1 mg/kg.

Do trzech pojemników dodać po 3 ml roztworu C, co odpowiada poziomowi 1,0 mg/kg.

Jedną pozostawić jako próbkę kontrolną. Po upływie 3 h przeprowadzić analizy wg 2.7. Wynik obliczyć w procentach odzyskanej substancji aktywnej, przy czym odzysk dla każdego poziomu nie może być mniejszy niż 70%.

Za odzysk do obliczeń przyjmując średnią arytmetyczną uzyskanych wyników dla dwu poziomów.

Odzysk wyznaczyć dla każdego rodzaju analizowanego materiału i sprawdzić wrywkowo, co pewien czas dla jednego wybranego poziomu.

2.9. Wyznaczanie liniowości detektora wykonać za pomocą roztworu wzorcowego haloksyfopetoksyetylu przygotowanego wg 2.4, a haloksyfopu po estryfikacji wg 2.5. Przez odpowiednie rozcieńczenia sporządzić roztwory o stężeniu 0,1 ÷ 1,0 µg/ml i wprowadzić na kolumnę 2 µl każdego roztworu.

Analizę prowadzić w warunkach wg 2.7.4. Następnie wykreślić wykres: wysokość pików (mm) = *f* (ilość wzorca w ng). Wykres powinien mieć charakter liniowy dla całej skali rejestratora.

2.10. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej 2 oznaczeń różniących się między sobą nie więcej niż 25% dla wyższych poziomów. Dla stężeń bliskich granicy wykrywalności różnica może dochodzić do 50%.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. **Institucja opracowująca normę** — Instytut Uprawy, Nawożenia i Gleboznawstwa.

2. **Normy związane**
PN-78/R-04011 Materiał roślinny i gleba. Pobieranie próbek do ilościowego oznaczania pozostałości pestycydów

3. **Autor projektu normy** — doc. dr hab. Barbara Kostowska — Instytut Uprawy, Nawożenia i Gleboznawstwa. Zakład Ekologii i Zwalczenia Chwastów.