



УКРАЇНА

(19) UA (11) 52180 (13) U  
(51) МПК (2009)  
B01D 15/08  
A01N 37/10

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ 2,4-ДИХЛОРФЕНОКСІОЦТОВОЇ КИСЛОТИ У ВОДНИХ РОЗЧИНАХ

1

(21) u201005291

(22) 30.04.2010

(24) 10.08.2010

(46) 10.08.2010, Бюл.№ 15, 2010 р.

(72) ТУРЧИН ВАЛЕНТИНА ОЛЕКСАНДРІВНА,  
ЗАЙЦЕВ ВОЛОДИМИР МИКОЛАЙОВИЧ, ХАЛАФ  
ВІКТОРІЯ АНАТОЛІЙВНА, ГОЖДЗІНСЬКИЙ СЕРГІЙ  
МАРТИНОВИЧ(73) КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА, НАЦІОНАЛЬНИЙ  
МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ  
О.О.БОГОМОЛЬЦЯ

(57) 1. Спосіб визначення 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти, що включає підготування проби до аналізу, відділення 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти від домішок та кількісне визначення методом високоефективної рідинної хроматографії, який **відрізняється** тим, що підготування проби до аналізу проводять шляхом додавання до проби значного надлишку цетилтриметиламоній броміду і доведення рН до 8,5-9,0, відділення 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти від домішок здійснюють пропусканням розчину через

2

колонку з кремнеземом, модифікованим поліоксіетильованим ізооктилфенолом, промиванням колонки дистильованою водою, висушуванням з наступною десорбцією аналіту ацетонітрилом і фільтруванням елюату через мембранний фільтр, а як рухому фазу для високоефективної рідинної хроматографії беруть суміш ацетонітрилу з водою та оцтовою кислотою в об'ємному співвідношенні 40:(59-60):(0,5-1,5).

2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що доведення рН до 8,5-9,0 здійснюють розчином карбонату натрію.

3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що пропускання розчину через колонку з кремнеземом, модифікованим поліоксіетильованим ізооктилфенолом, проводять зі швидкістю 1-2 см<sup>3</sup>/хв.

4. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що як рухому фазу для високоефективної рідинної хроматографії беруть суміш ацетонітрилу з водою та оцтовою кислотою в об'ємному співвідношенні 40:(59-60):(0,5-1,5), а швидкість рухомої фази становить 1,0-1,5 см<sup>3</sup>/хв.

Корисна модель стосується аналітичної хімії і може бути використана для кількісного визначення пестициду 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти в різноманітних об'єктах навколишнього середовища.

Відомий спосіб газо-хроматографічного визначення восьми кислотних гербіцидів, у тому числі і 2,4-дихлорфеноксіоцтової кислоти (2,4-Д), у зразках поверхневих вод з електронно-захватним детектуванням і підтвердженням результатів з допомогою мас-спектрометрії (Vink M., van der Poll J.M. // J. Chromatography A. 1996. V. 733. P.362.). За цим способом проводять багатостадійну процедуру екстрагування та наступного очищення від сторонніх речовин. Потім суміш концентрують до 2мл і очищають на силікатному картриджі SEP-PAK (30см×0,6см) попередньо промитому 5мл 25% суміші толуол-гексан і 5мл n-гексану. Частину визначуваних речовин у тому числі і 2,4-

дихлорфеноксіоцтову кислоту елюють з картриджа 100мл 25% суміші толуол-гексан, потім 15мл 5% суміші етилацетат-гексан. Елюат концентрують до 2мл. В очищеному елюаті визначають 2,4-Д методом газової хроматографії з електронно-захватним детектором і підтверджують результати мас-спектрометричним детектуванням.

Спільними ознаками зі способом, що заявляється, є підготування проби до аналізу, відділення 2,4-Д від домішок та кількісне визначення методом високоефективної рідинної хроматографії.

Причинами, що перешкоджають одержанню потрібного технічного результату, є значні затрати на процедури очистки, а також на використання великих об'ємів сумішей розчинників для елювання речовин з колонки для твердофазної екстракції.

Відомий також спосіб розділення гербіцидів класу хлорфеноксиалкан-карбонових кислот у

(13) U

(11) 52180

(19) UA

природних і питних водах методом капілярного зонного електрофорезу (Комарова Н.В., Карцова Л.А. // Журн. аналит. хим., 2002. Т.57. №7. С.768.). Пробу води об'ємом 1л підкисляють до рН=2,0, додають 50г NaCl і пропускають через патрон Діа-пак С16 зі швидкістю 15мл/хв. Патрон висушують протягом 20хв., а сорбовані речовини елюють 4мл ацетону. Елюат випарюють досуха під вакуумом, а залишок розчиняють в 1мл дистильованої води. Після центрифугування (6000 об/хв., 2хв.) отриманий розчин аналізують методом капілярного електрофорезу. Умови електрофоретичного розділення: не модифікований кварцовий капіляр з зовнішньою поліамідною плівкою довжиною 60см, внутрішнім діаметром 75мкм, ведучий електроліт 10мМ розчин тетраборату натрію (рН=9,2), робоча напруга +20кВ. Піки реєстрували в УФ діапазоні (228,8нм). Ступінь вилучення 2,4-Д після твердофазної екстракції 81,5%. Нижня межа визначення для 2,4-Д у водних зразках з врахуванням концентрування (K=250) становить 0,0005мг/л.

Спільними ознаками зі способом, що заявляється, є підготування проби до аналізу, відділення 2,4-Д від домішок та кількісне визначення методом високоефективної рідинної хроматографії.

Причинами, що перешкоджають одержанню потрібного технічного результату, є не досить вдалий вибір технологічних операцій способу, що призводить до зниження ефективності виділення визначуваних речовин у природних водних об'єктах з концентрацією гумінових кислот від 50 до 150мг/л.

Відомий спосіб визначення феноксіцетових кислот (зокрема 2,4-Д) та інших гербіцидів у воді. (Peruzzi M., Bartolucci G., Cioni F. // J. Chromatography A. 2000. V. 867. P.171) Методика включає твердофазну екстракцію (ТФЕ) на макропористому кополімерному сорбенті полі(дивінілбензен-ко-вінілпіролідоні) (Oasis HLB) та визначення методом високоефективної рідинної хроматографії (ВЕРХ) з діодно-матричним детектуванням. Картриджі для ТФЕ промивали етилацетатом і метанолом. До 500мл дистильованої води, що містить 1% метанолу, додавали розчин досліджуваних речовин, щоб створити концентрацію 0,5нг/мл. Для ТФЕ додали фосфатний буфер. Зразки пропускали через картридж Oasis HLB (60мг-3мл) зі швидкістю потоку 5-10мл/хв. Після висушування картриджів, з них елюювали досліджувані речовини під вакуумом. Елюати випаровували під струменем азоту і сухі залишки розчиняли у двох порціях ацетонітрилу 1,0 і 0,5мл і аналізували методом ВЕРХ. Умови аналізу: колонка 250×4,6мм, швидкість потоку 0,8мл/хв., об'єм для інжекції 8 мкл, t=40°C, спектральний діапазон довжин хвиль 210-350 нм, водна рухома фаза 0,05 М Н<sub>3</sub>РO<sub>4</sub> - КН<sub>2</sub>РO<sub>4</sub> буферний розчин при рН=3, 0,01% трифтороцтова кислота, органічна частина рухомої фази ацетонітрил +0,01% трифтороцтова кислота. Процент сорбції на досліджуваному сорбенті для феноксіцетових кислот, що аналізувалися становить 67-108% (для 2,4-Д -70%). Лінійність концентрацій зберігається в діапазоні 0,1-1,0нг/мл. Межа чутливості для досліджуваних речовин лежить в діапазоні 0,05 -0,1нг/мл. В роботі було порівняно сорбційні властивості досліджуваного сор-

бенту й інших полімерних сорбентів і показано, що полі(дивінілбензенко-вінілпіролідон) дає найкращі результати при відсутності процедури підкислення проби. Метод має такі переваги: одночасна екстракція аналітів різної полярності і кислотно-основними характеристиками, невеликий час аналізу порівняно з іншими методами твердофазного аналізу, де потрібно визначати різні класи гербіцидів, а висока сорбційна сила сорбенту дає можливість використовувати невелику масу сорбенту для картриджа, що сприяє скороченню часу аналізу і об'єму елюату.

Спільними ознаками зі способом, що заявляється, є підготування проби до аналізу, відділення 2,4-Д від домішок та кількісне визначення методом високоефективної рідинної хроматографії.

Причинами, що перешкоджають досягненню потрібного технічного результату, є не досить високий відсоток виділення 2,4-Д з аналізованих об'єктів, а також те, що визначається сума гербіцидів, а визначити кількісний вміст 2,4-Д з достатньою точністю неможливо.

Як прототип за найбільшим числом спільних суттєвих ознак і досягнутим результатом вибрано спосіб визначення 2,4-Д у воді (Методические указания по определению 2,4-Д в воде методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии. Утв. Мин. Здравоохранения 29.07.91, №6127-91). За цим способом 100мл відфільтрованої проби поміщують у плоскодонну конічну колбу місткістю 250мл, додають 4г натрій гідрокарбонату (зваженого на технічних терезах) і розчиняють при перемішуванні. Після цього розчин переносять у ділильну лійку на 250мл. Для видалення з проби домішок, що впливають на аналіз, проводять їх переекстракція спочатку в хлороформ (2 рази по 25мл), а потім н-гексаном (2 рази по 25мл), при збовтуванні вмісту ділильної лійки протягом 1хв. Розчинники, що містять супутні домішки проби, відкидають, а водний розчин зливають в колбу місткістю 250мл і поступово приливають туди 1мл хлороводневої кислоти, розчин перемішують при легкому збовтуванні. Після припинення виділення пухирців вуглекислого газу розчин переносять у ділильну лійку і проводять переекстракцію 2,4-Д у діетиловий ефір (2 рази по 20мл) протягом 1хв. Водний розчин відкидають, а об'єднаний ефірний екстракт відмивають водою до нейтрального значення рН. Фільтрують через прожарений натрій сульфат в круглдонну колбу зі шліфом місткістю 100мл, випарюють на ротаційному упарювачі при 30-35°C до невеликого об'єму, переносять у мірну пробірку і випарюють в струмені азоту особливої чистоти. Сухий залишок проби розчиняють в 0,2мл дистильованої води і проводять хроматографічне визначення 2,4-Д методом ВЕРХ (високоефективної рідинної хроматографії). Нерухома фаза - "Силасорб С<sub>18</sub>", зернистість 5 мкм. Рухома фаза - вода з метанолом в об'ємному співвідношенні 7:3, швидкість потоку 200мкл/хв., довжина хвилі світлового потоку 280нм. Кількість 2,4-Д в аналізованій пробі визначають шляхом порівняння площі піків хроматограми аналізованого зразка і стандартних розчинів з відомим вмістом 2,4-Д.

Спільними ознаками зі способом, що заявляється, є: підготування проби до аналізу, відділення 2,4-Д від домішок та кількісне визначення методом високоефективної рідинної хроматографії.

Причинами, що перешкоджають одержанню потрібного технічного результату, є не досить вдалий вибір параметрів способу-прототипу, а також надмірна складність процесу проведення вилучення 2,4-Д із об'єктів аналізу.

В основу корисної моделі поставлена задача у способі визначення 2,4-Д шляхом зміни параметрів та введення нових операцій розробити відносно просту та ефективну методику визначення 2,4-Д у водних розчинах, спростити процедуру підготовки проби до аналізу та зменшити похибку кількісного визначення 2,4-Д.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі визначення 2,4-дихлорфеноксіцтової кислоти, який включає підготування проби води до аналізу, відділення 2,4-дихлорфеноксіцтової кислоти від домішок та кількісне визначення методом високоефективної рідинної хроматографії, згідно з корисною моделлю, підготування проби до аналізу проводять шляхом додавання до проби значного надлишку цетилтриметиламоній броміду і доведення рН до 8,5-9,0, відділення 2,4-дихлорфеноксіцтової кислоти від домішок здійснюють пропусканням розчину через колонку з кремнеземом, модифікованим поліоксидетильованим ізооктилфенолом, промиванням колонки дистильованою водою, висушуванням з наступною десорбцією аналізу ацетонітрилом і фільтруванням елюату через мембранний фільтр, а рухомою фазою для високоефективної рідинної хроматографії беруть суміш ацетонітрилу з водою й оцтовою кислотою в об'ємному співвідношенні 40:(59-60):(0,5-1,5).

Згідно з корисною моделлю, доведення рН до 8,5-9,0 здійснюють розчином карбонату натрію.

Згідно з корисною моделлю, пропускання розчину через колонку з кремнеземом, модифікованим поліоксидетильованим ізооктилфенолом проводять зі швидкістю 1-2см<sup>3</sup>/хв.

Згідно з корисною моделлю, рухомою фазою для високоефективної рідинної хроматографії беруть суміш ацетонітрилу з водою й оцтовою кислотою в об'ємному співвідношенні 40:(59-60):(0,5-1,5), а швидкість рухомої фази 1,0-1,5см<sup>3</sup>/хв.

Технічним результатом способу, що заявляється, є спрощення процедури підготування проби до аналізу та зменшення похибки кількісного визначення 2,4-Д. Відносне стандартне відхилення для способу, що заявляється, становить 0,01-0,04 (для прототипу відносне стандартне відхилення 0,06).

Для здійснення способу, що заявляється, використовували такі пристрої та реагенти:

- рідинний хроматограф Shimadzu SPD-6A з УФ детектором (№28A7224LP);
- колонку Kromasil C<sub>18</sub> (150×3,2мм, розмір часточок 5мкм);
- перистальтичний насос;
- іономер «І-160 М»;
- мембранні фільтри (пористість 0,45мкм, d=25мм);

- магнітну мішалку;
  - стакани на 100мл;
  - пробірки на 10мл;
  - мірні колби на 50мл, на 100мл;
  - 2,4-дихлорфеноксіцтову кислоту фірми Dow Elanco, чистота 99,5%;
  - кремнезем, модифікований поліоксидетильованим ізооктилфенолом (носій - силохром С-120 (Ставрополь) з питомою площею поверхні 120м<sup>2</sup>/г);
  - дистильовану воду;
  - етиловий спирт кваліфікації х.ч.;
  - ацетонітрил для ВЕРХ фірми Merck без додаткового очищення;
  - оцтову кислоту кваліфікації х.ч.;
  - натрію карбонат кваліфікації х.ч.;
  - натрію гідроксид кваліфікації х.ч.;
  - цетилтриметиламоній бромід фірми «Merck» з чистотою 99,0%;
  - хлороводневу кислоту із фіксаналу;
  - кальцію хлорид кваліфікації х.ч.;
  - натрію хлорид кваліфікації х.ч.;
  - очищене повітря.
- Спосіб, що заявляється, здійснювали таким чином.

До проби досліджуваного водного розчину чи зразка води з певного природного об'єкта, яку в разі необхідності концентрують і фільтрують, додають у значному надлишку цетилтриметиламоній бромід (ЦТМАВr). Доводять рН розчину до 8,5-9,0 за допомогою розчину Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, або іншого лужного розчину. Приготовлений розчин (50см<sup>3</sup>) пропускають із швидкістю 1-2см<sup>3</sup>/хв. через колонку (d=10мм, h=10мм), заповнену модифікованим поліоксидетильованим ізооктилфенолом кремнеземом (SiO<sub>2</sub>-TX). Після цього сорбент промивають водою, висушують і проводять десорбцію 2,4-Д ацетонітрилом. В усіх випадках отриманий елюат фільтрують через мембранний фільтр (пористість 0,45мкм, d=25мм) і визначають у ньому вміст 2,4-Д методом ВЕРХ. Для хроматографування використовують рідинний хроматограф, наприклад, Shimadzu SPD-6A з УФ детектором (№28A7224LP). Умови хроматографування: колонка, заповнена обернено-фазовим сорбентом Kromasil C<sub>18</sub> (150×3,2 мм, розмір частинок 5 мкм); температура термостата колонки 35°С. Рухома фаза: суміш ацетонітрилу з водою та ацетатною кислотою в об'ємному співвідношенні 40:(59-60):(0,5-1,5). Швидкість потоку рухомої фази 1,0-1,5см<sup>3</sup>/хв. Умови детектування: X=220нм. На одержаній хроматограмі вимірюють час утримування, а також висоту піка. За градувальним графіком визначають концентрацію 2,4-Д.

Побудова градувального графіка: Для приготування серії стандартних розчинів у стакани на 100мл вносили по 1мл ацетонітрильного розчину, що містив 2, 4, 8, 16, 20мкг стандартного розчину 2,4-Д. Ацетонітрил у кожному стакані випаровували в струмені очищеного повітря. До сухого залишку приливали по 20мл водного розчину цетилтриметиламоній броміду (ЦТМАВr) з молярною концентрацією 9·10<sup>-4</sup>моль/дм<sup>3</sup>, доводили рН до 8,80 розчином Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> і переносили в мірну колбу ємністю 50мл. Загальний об'єм доводили до 50мл

дистильованою водою. 2,4-Д, що знаходиться в розчині у вигляді іонного асоціату з цетилтриметиламоній бромідом (ЦТМАВг), вилучали пропусканням через колонку з кремнеземом, модифікованим поліоксіетильованим ізооктилфенолом (SiO<sub>2</sub>-TX). Адсорбційну колонку (h=10мм, d=10мм) заповнювали водною суспензією SiO<sub>2</sub>-TX, який є ефективним адсорбентом для твердофазної екстракції (ТФЕ) фенольних сполук у формі їх іонних асоціатів (ІА) з ЦТМАВг. Перед використанням сорбент SiO<sub>2</sub>-VTX кондиціювали (переводили в активну форму) послідовним пропусканням через колонку 1 мл ацетонітрилу, 1мл етилового спирту, 5мл суміші етилового спирту з дистильованою водою у співвідношенні 1:1, а потім - 20 мл дистильованої води. Через колонку, заповнену SiO<sub>2</sub>-TX, пропускали кожний розчин 2,4-Д зі швидкістю 1,5 мл/хв. Потім кожну колонку промивали 20 мл дистильованої води і проводили десорбцію 2,4-Д порціями по 1мл ацетонітрилу. Елюат фільтрували через мембранний фільтр (пористість 0,45мкм, d=25мм) і використовували для наступного кількісного визначення вмісту 2,4-Д методом вискоефективної рідинної хроматографії. Хроматографування проводили на рідинному хроматографі Shimadzu SPD-6A з УФ детектором (№28A7224LP). Умови хроматографування: колонка, заповнена обернено-фазовим сорбентом Chromasil C<sub>18</sub> (150x3,2 мм, розмір частинок 5 мкм); температура термостата колонки 35°C. Рухома фаза: суміш ацетонітрилу з водою й ацетатною кислотою в об'ємному співвідношенні 40:59,5:0,5. Швидкість потоку рухомої фази 1,3мл/хв. Умови детектування: λ =220нм. В інжектор хроматографа вводили порцію (3мкл) виготовленого стандартного розчину 2,4-Д з певною концентрацією. На одержаній хроматограмі визначали час утримування, а також висоту піка. За одержаними результатами серії стандартних розчинів будували градувальний графік залежності висоти піка від концентрації. Одержаний графік використовували для кількісного визначення 2,4-Д у модельних розчинах.

Для перевірки можливості способу, що заявляється, визначати 2,4-Д у різних об'єктах, готували модельні розчини що містили солі кальцію, натрію з концентраціями близькими до природних об'єктів. В такі модельні розчини вводили певну кількість 2,4-Д. Крім того, певну кількість 2,4-Д вводили у зразки води з різних природних джерел (проточна питна вода з водопровідної мережі, озеро із застоююю водою). Після цього проводили кількісне визначення 2,4-Д так, як описано вище.

Можливість здійснення способу, що заявляється, підтверджується наступними прикладами конкретної реалізації.

Приклад 1.

До 30 мл модельного розчину, що містив 3мкг 2,4-Д, додавали значний надлишок ЦТМАВг - цетилтриметиламоній броміду (20мл водного розчину ЦТМАВг з молярною концентрацією  $9 \cdot 10^{-4}$  моль/дм<sup>3</sup>), доводили рН до 8,80 розчином Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Приготовлений розчин (50см<sup>3</sup>) пропускали із швидкістю 1,5см<sup>3</sup>/хв. через колонку (d=10мм), заповнену модифікованим поліоксіетильованим ізооктилфенолом кремнеземом (SiO<sub>2</sub>-TX), який

попередньо кондиціювали (переводили в активну форму), пропускаючи послідовно 1мл ацетонітрилу, 1мл етилового спирту, 5мл суміші етилового спирту з дистильованою водою у співвідношенні 1:1, а потім - 20мл дистильованої води. Потім колонку промивали водою, висушували і проводили десорбцію 2,4-Д ацетонітрилом. Отриманий елюат фільтрували через мембранний фільтр (пористість 0,45мкм, d=25мм). В інжектор хроматографа вводили порцію (3мкл) профільтованого елюату і визначали у ньому вміст 2,4-Д методом ВЕРХ. Для хроматографування використовували рідинний хроматограф Shimadzu SPD-6A з УФ детектором (№28A7224LP). Умови хроматографування: колонка, заповнена обернено-фазовим сорбентом Chromasil C<sub>18</sub> (150x3,2мм, розмір частинок 5мкм); температура термостата колонки 35°C. Рухома фаза: суміш ацетонітрилу з водою та ацетатною кислотою в об'ємному співвідношенні 40:59,5:0,5. Швидкість потоку рухомої фази 1,3см<sup>3</sup>/хвил. Умови детектування: λ =220нм. На одержаній хроматограмі вимірювали час утримування, а також висоту піка. За градувальним графіком визначали вміст 2,4-Д. Кількісне визначення 2,4-Д проводили 3 рази і розраховували відносне стандартне відхилення. Результати кількісного визначення 2,4-Д: уведено 3,0мкг 2,4-Д; знайдено 2,9±0,1мкг; відносне стандартне відхилення 0,03.

Приклади 2, 3.

Кількісне визначення 2,4-Д проводили так, як описано у прикладі 1, за винятком того, що брали модельні розчини із різним умістом 2,4-Д, та змінювали параметри способу в межах заявлених інтервалів.

Параметри способу та результати кількісного визначення наведено у прикладах 2, 3 таблиці.

Приклад 4.

Для дослідження взяли модельний розчин, що не містив 2,4-Д. Результати наведено у прикладі 4 таблиці.

Приклади 5-8.

Кількісне визначення 2,4-Д проводили так, як описано у прикладі 1, за винятком того, що брали зразки проточної питної води з водопровідної мережі із різним умістом 2,4-Д, та змінювали параметри способу в межах заявлених інтервалів. Параметри способу та результати кількісного визначення наведено у прикладах 5-8 таблиці.

Приклади 9-12.

Для кількісного визначення 2,4-Д брали зразки води з озера із застоююю водою, що містили різні кількості 2,4-Д. Кількісне визначення проводили так, як описано у прикладі 1, за винятком того, що зразки фільтрували та змінювали параметри способу в межах заявлених інтервалів. Параметри способу та результати кількісного визначення наведено у прикладах 9-12 таблиці.

Приклад 13.

Для порівняння кількісне визначення 2,4-Д у модельному розчині провели за методикою, що наведена у прототипі. Результати наведено у прикладі 13 таблиці.

Наведені приклади переконливо підтверджують досягнення технічного результату: спрощення процедури підготування проби до аналізу та зме-

ншення похибки кількісного визначення 2,4-Д. Якщо за прототипом підготування проби до аналізу передбачає відділення домішок, що впливають на аналіз, шляхом їх переекстракції спочатку в хлороформ (2 рази по 25мл), а потім н-гексаном (2 рази по 25мл), при збовтуванні вмісту ділильної лійки протягом 1 хвилини, то за способом, що заявляється, відділення 2,4-Д у вигляді іонного асоці-

ату з цетилтриметиламоній бромідом (ЦТМАВг) проводять методом твердофазної екстракції без використання досить токсичного органічного розчинника хлороформу. Відносне стандартне відхилення для способу, що заявляється, становить 0,01-0,04 (для прототипу відносне стандартне відхилення 0,06).

Таблиця

№ прикладу	pH розчину	Об'ємне співвідношення компонентів у суміші ацетонітрилу з водою й ацетатною кислотою.	Швидкість пропускання розчину через колонку з кремнеземом, см <sup>3</sup> /хв.	Швидкість рухомої фази під час хроматографування см <sup>3</sup> /хв.	Тип води	Введено 2,4-Д, мкг	Знайдено 2,4-Д, мкг	Відносне стандартне відхилення
1	8,8	40:59,5:0,5	1,5	1,3	Модельний розчин	3,0	2,9±0,1	0,03
2	9,0	40:60:1,5	1,5	1,3	-"	11,0	10,0±0,6	0,02
3	9,0	40:60:0,5	2,0	1,5	-"	18,0	16,8±0,4	0,01
4	8,5	40:59:1,5	1,0	1,0	-"	0	Не знайдено	
5	8,8	40:59,5:0,5	1,5	1,3	Проточна питна вода	3,0	2,8±0,3	0,04
6	8,8	40:59,5:0,5	1,5	1,3	-"	11,0	10,0±0,9	0,04
7	8,8	40:59,5:0,5	1,5	1,3	-"	18,0	16,9±0,8	0,02
8	8,8	40:59,5:0,5	1,5	1,3	м	0	Не знайдено	
9	9,0	40:60:0,5	2,0	1,5	Озеро із застоюною водою	3,0	2,7±0,3	0,04
10	9,0	40:60:0,5	2,0	1,5	-"	11,0	9,6±0,8	0,03
11	9,0	40:60:0,5	2,0	1,5	-"	18,0	17,5±0,3	
12	9,0	40:60:0,5	2,0	1,5	-"	0	Не знайдено	
13		За прототипом:			Проточна питна вода	18,0	14,7±2,0	0,06

Спосіб, що заявляється, відносно простий і може бути використаний в аналітичних лабораторіях, оснащених рідинними хроматографами, для визначення 2,4-Д у різноманітних об'єктах довкілля.