

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 VIII

Москва - 1977 г.

**СО Д Е Р Ж А Н И Е**  
**ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ**

Стр.  
I

Определение остаточных количеств хлорорганических препаратов в присутствии полихлорированных бифенилов в воде методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов.

Авторы: Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова

**ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ**

Определение фталофоса, его метаболитов и промежуточных продуктов синтеза (фталамида, оксаметилфталамида и хлорметилфталамида) в биологических субстратах.

9

Авторы: М.А.Клисенко, М.В.Письменная

Хроматографический метод определения фталофоса и фозалона в воде и рыбе и фозалона в растительном материале и мясе.

14

Авторы: Г.А.Троицки, А.Ф.Конехов

Газо-хроматографический метод определения фозалона и мальбекса в биологическом материале теплокровных.

23

Авторы: Д.Б.Гиренко, З. Златев, М.А.Клисенко

Определение фозалона в молоке и тканях животных, граве, свекле, картофеле, комбикорме методом хроматографии в тонком слое.

26

Авторы: Г.А.Таланов, В.В.Лещев, Н.И.Ряженев

Определения фозалона в биологических субстратах с помощью газо-жидкостной хроматографии.

31

Авторы: Г.А.Таланов, В.В.Лещев, Н.И.Ряженев

- Определение хлорофоса и фосфамида в плодах шиповника методом тонкослойной хроматографии. 38  
Авторы: Г. И. Крамаренко
- Газо-адсорбционный метод определения хлорофоса в молоке, органах и тканях животных и яйцах кур. 42  
Авторы: В. В. Лецев, Г. А. Таланов, Т. А. Аббасов, В. В. Ермаков.
- Определение карбофоса в молоке, органах и тканях животных методом тонкослойной хроматографии. 46  
Авторы: Е. Г. Даурова, Г. А. Таланов, С. Н. Павлов.
- Хроматографический метод определения корала в воде и биосубпродуктах. 50  
Автор: Кухтина О. С.
- Определение антис и фосфамида в кормах. 55  
Автор: А. Р. Кошхов
- Хроматографический метод определения в тонком слое сайфоса в растительных гороха, картофеля, томатах и пшенице. 59  
Авторы: Коштова Ф. И., Петрова Т. М.
- ПРОИЗВОДНЫЕ МОЧЕВИНЫ
- Газохроматографический метод определения дикурана в эфирных маслах и маслосодержащем сырье. 64  
Авторы: Баранов Ю. С., Клисенко М. А., Хидих Л. А.
- Хроматографический метод определения милорана в воде. 68  
Авторы: М. А. Клисенко, М. В. Письменная
- Хроматографический метод определения дикурана в сырье мака масличного. 73  
Авторы: Н. В. Букина, Г. П. Пушкина
- Определение остаточных количеств тенорана в ягодах земляники и в почве хроматографией в тонком слое. 77  
Авторы: Г. С. Борисов, Б. А. Сигаева

ПРОИЗВОДНЫЕ СИМ-ТРИАЗИНОВ

Методы определения остаточных количеств сим-  
триазинов (симазина, атразина, прометрина, пропазина,  
карагарда, семерона, мезорантла) в зерне кукурузы,  
яблоках, винограде, мандаринах, капусте; почве, воде. 80

ПРОИЗВОДНЫЕ АРИЛОКСИАЛКИЛКАРБОНОВЫХ И  
КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

Определение полметилентглицевого эфира 2,4-Д  
в зерне пшеницы и воде методом газо-жидкостной  
хроматографии. 94

Авторы: И.И.Шилenkova, А.И.Зорова, А.Д.Фатьянова,  
В.Д.Чмиль.

Определение бензилового эфира 2,4-Д в зерне  
пшеницы и воде методом газо-жидкостной хрома-  
тографии. 102

Авторы: И.И.Шилenkova, А.И.Зорова, А.Д.Фатьянова,  
Г.К.Морина, В.Д.Чмиль.

Хроматографические методы определения остаточных  
количеств  $\gamma$ -(2,4-дихлорфенокси) масляной  
кислоты (2,4-ДМ) в воде, растительном материале  
и продуктах питания. 110

Авторы: В.Д.Чмиль, М.А.Клисенко

Хроматографические методы определения остаточных  
количеств 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты  
(2,4-Д) в воде, почве, фураже, продуктах питания  
растительного и животного происхождения. 118

Авторы: В.Д.Чмиль, Д.И.Чмиников, Н.Н.Павлова,  
А.М.Макаева

Метод определения остаточных количеств 4-хлор-2  
метилфеноксиуксусной кислоты (2М-4Х) в воде,  
растительном материале и продуктах питания с  
помощью газо-жидкостной хроматографии. 133

Авторы: В.Д.Чмиль, М.А.Клисенко

Метод определения остаточных количеств трихлор-  
ацетата натрия и трихлоруксусной кислоты в воде,  
почве и расщепительном материале газо-жидкостной  
хроматографией.  
Авторы: Е. Ч. Чмиль, Н. И. Глембицкий. 138

#### ПГЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Определение роданистого натрия в зерне льна,  
в воде, дефеканте, биологическом материале  
(мышцы, паренхиматозные органы, головной мозг,  
кровь). 143  
Авторы: А. Т. Иванов, Е. А. Пыльковец

Метод определения остаточных количеств сульфакса  
(карахола) в воде и зерне пшеницы методом газо-  
жидкостной хроматографией. 149  
Авторы: А. Д. Фатьянова, О. В. Петрова, В. Д. Чмиль.

Экспрессный метод обнаружения тетраметилдисуль-  
фида (ТМТД) в зерне. 154  
Авторы: С. Д. Андиферов, А. В. Николаев

Хроматографический и спектрофотометрический  
метод определения зоокумарина в мышечной ткани,  
крови животных, в препарате пенукомарине и при-  
манках (кормах). 156  
Авторы: В. В. Ермаков, Д. Ф. Траханов, Болоховец М. Ф.

Определение остаточных количеств нитрохлора в  
капусте и воде методом газо-жидкостной хромато-  
графии с детектором по захвату электронов. 168  
Авторы: К. Ф. Новикова, Л. И. Лещинская

Определение дактала в воде, картофеле, почве  
методом газо-жидкостной хроматографии. 172  
Авторы: К. И. Пашкевич, Т. В. Платинина, Е. В. Кириченко.

- Хроматографический метод определения препарата  
680 в луке, моркови, томатах. 176  
Авторы: И.И.Пилленкова, А.Д.Фатьянова, Г.К.Морина.
- Методические рекомендации по определению препарата 181  
Депра в воде и растительном материале.  
Авторы: И.И.Пилленкова, А.Д.Фатьянова.
- Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и 185  
мясе методом тонкослойной хроматографии.  
Авторы: И.А.Антонова.
- Определение севина в биологических субстратах 190  
методом тонкослойной хроматографии.  
Автор: О.А.Мадянин

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕВИНА В БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ  
И ВОДЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ<sup>х)</sup>

Характеристика препарата. Севин - (I-нафтил-N-метил-карбамат, карбарил) является высоко эффективным инсекто-акарицидом с широким спектром действия. Химически чистый препарат представляет собой бесцветные кристаллы, без запаха. Температура плавления - 142°C. Давление паров - менее 0,005 мм рт.ст. при 25°C. В I литре воды комнатной температуры растворяется 0,099 г севина.

В большинстве органических растворителей (хлороформ, ацетон и гексан и др.) этот препарат растворяется хорошо. Севин устойчив в нейтральной или кислой среде. В щелочных растворах (рН 10) он быстро гидролизуеться до I-нафтола. Севин устойчив на свету, при повышенных температурах и хранении. При сильном нагревании он разрушается на I-нафтол и метилизоцианат. Выпускается севин в виде 85% смачивающегося порошка.

В настоящее время севин используется для защиты растений и в ветеринарной практике для борьбы с различными эктопаразитами сельскохозяйственных животных.

Принцип метода. Предлагаемый метод определения севина основан на экстрагировании препарата из анализируемого объекта н-гексаном (или хлороформом), хроматографировании стуженного экстракта на пластинках "Силуфол", гидролизе препарата спиртовым раствором щелочи до I-нафтола и образовании окрашенного соединения с солью диазония - прочный синий Б или прочный красный ГГ.

В принципе этот метод позволяет определить севин в любых биологических объектах и использовать любой метод экстракции, применяемый для колориметрического или хроматографического определения препарата. Использование для проявления хроматограмм готовых стабилизированных солей диазония (диазолеи) - прочный синий Б и прочный красный ГГ, позволило в несколько раз повысить чувствительность и значительно упростить выполнение исследования.

х) Разработан Малининым О.А. в Украинском ордена Трудового Красного Знамени НИИ экспериментальной ветеринарии.

Утвержден 20 декабря, №1559-76

Рекомендуемая методика позволяет полукличесвенно определить на хроматограммах севиин и продукт его метаболизма I-нафтол. Чувствительность метода 0,01 мкг севиина в нанесенной на пластинку пробе.

#### РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

Хроматографические пластинки "Силуфол".  
Камера хроматографическая  
Чашки выпаривательные фарфоровые  
Вакуумный ротационный испаритель.  
Пулверизаторы стеклянные (химические)  
Химическая посуда (пипетки, воронки, бюрокки делительные, стаканы химические, колбы).  
Спирт этиловый  
n-Гексан (или хлороформ) - ч.чч.  
Ацетон - ч.чч.  
Прочный синий Б (или прочный красный ГГ)  
Калий едкий - ч.чч. (15% раствор на 60% спирте)  
Натрий сернокислый безводный  
Метанол - ч.чч.  
Петролейный эфир - ч.чч.  
Натрий хлористый  
Уксусная кислота - 0,25N раствор

Определение севиина в тканях животных (мышцы, печень, почки, легкие, кожа, сердце). Навеска ткани (до 2-3 г) тщательно измельчается в ступке ножницами (или гомогенизаторе) К измельченной ткани приливают 5 мл n-гексана (или хлороформа) и прибавляют 2-3 г безводного сернокислого натрия. После этого ткани растирают пестиком и вместе с экстрагентом переносят в колбу для экстракции. Обший объем растворителя при этом должен составлять - 30-50 мл.

Экстрагирование производят в течение 2-3 часов, при периодическом перемешивании пробы. При необходимости экстракт можно оставлять в таком состоянии до следующего дня. После этого экстракт отфильтровывают и упаривают в вакуумном ротационном испарителе или в выпаривательных чашках при температуре не



свыше 60-70°C. Особенно осторожно нужно удалять последние порции растворителя.

При исследовании более крупных проб экстракт необходимо очищать от жиров и других мешающих определению севина веществ. Навеска ткани 5-20 г (или даже более) экстрагируется аналогичным способом, но с применением больших количеств растворителя. Сухой остаток, после выпаривания экстрагента, смывает 20 мл метанола в делительную воронку, туда же добавляют 30 мл дистиллированной воды и 2-3 г хлористого натрия. Водно-спиртовой раствор 2-3 раза промывает петролейным эфиром. Затем севин дважды экстрагируют из водно-спиртового раствора 30-40 мл хлороформа. Хлороформ осторожно выпаривают в вакуумном ротационном испарителе или водяной бане с температурой не выше 60°C. Последние порции хлороформа нужно удалять особенно осторожно и только при легком подогревании

Определение севина в молоке и крови. Молоко и кровь экстрагируют хлороформом. 10-20 мл молока вносят в колбу и затем туда же осторожно приливают 50 мл хлороформа и добавляют последовательно небольшими порциями безводный сернистый натрий (из расчета 2-2,5 г на 2 мл молока). Экстрагируемая проба при этом осторожно перемешивается. После этого колбы ставят на штуль аппарата и встряхивают в течение часа. Содержимое фильтруется и фильтрат обрабатывается аналогично описанному выше способу.

Определение севина в моче. Мочу разводят 0,25 уксусной кислотой 1 к 1 или 1:2 и экстрагируют. Небольшие порции мочи (до 5 мл) лучше экстрагировать хлороформом. Хлороформ выпаривается, сухой остаток смывается гексаном или метанолом и наносится на пластинки.

Определение севина в воде. Воду для анализа предварительно фильтруют. Затем 10-50 мл воды экстрагируют гексаном (или хлороформом). Экстрагент осторожно выпаривают до небольшого объема (0,5-1 мл) и наносят на хроматографические пластинки.

Обработка хроматограмм. Сухой остаток, после выпаривания растворителя смывается 1-0,5 мл гексана или метилового спирта

в пробирку и концентрируется слабым током теплого воздуха до необходимого объема. Затем весь раствор или его часть собирается микрошприцем или микропипеткой и наносится на хроматографические пластинки.

Хроматографирование производится на стандартных пластинках "Силуфол". Размер наносимого пятна не должен превышать 5 мм в диаметре. Точка старта расположена в 1,5-2 см от нижнего края пластинки. В качестве подвижного растворителя используется система, состоящая из 3-х частей гексана и 1 части ацетона. При такой системе растворителей  $R_f$  себина и 1-нафтола колеблется, в зависимости от серии пластинок и качества реактивов, в пределах 0,33-0,37 и 0,51-0,56 соответственно. После того, как подвижный растворитель поднимается на 8-10 см, пластинки вынимают из камеры, высушивают на воздухе и опрыскивают 15% раствором едкого калия в 60% спирте для гидролиза себина. Пластинки вновь просушивают на воздухе и опрыскивают для проявления препарата и продукта его метаболизма 1-нафтола-0,2% раствором соли прочный синий Б (или прочный красный ГГ). При этом на белом фоне проявляются четкие, компактные пятна определяемых веществ. В случае обработки пластинок солью прочный синий Б - красного, а прочный красный ГГ - синего цвета.

Окраска препарата стабильная и не теряет интенсивности в течение нескольких часов. Полуколичественное определение препарата на хроматограммах производится визуально, путем сравнения окраски опытных и контрольных (стандартных) образцов. Опытные и контрольные пробы желательно наносить на пластинки через одну (поочередно).

Данная методика позволяет определять себин и продукт его метаболизма 1-нафтол в очень небольших пробах. Следует учитывать, что при экстракции различных проб, экстрагируется и наносится на хроматограмму в среднем 75% содержащегося в тканях себина. Однако, несмотря на это, методика позволяет определять себин в количествах до 0,01-0,001 мг/кг. анализируемого продукта.