

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 хорметилфталамида) 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 АРИЛОКСИЛДИАКРБОНОВЫХ 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 γ -(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.Чикинов, 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

ДРУГИЕ 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 хроматографии. 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-
мычках (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. Платина, 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

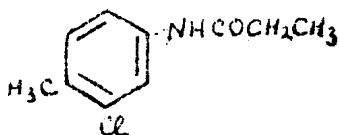
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРЕПАРАТА Б50 В ЛУКЕ, МОРКОВИ, ТОМАТАХ.

Краткая характеристика препарата.

Препарат применяется в качестве гербицида в посевах лука, томатов, моркови. Выпускается в форме эмульгирующегося концентрата с содержанием действующего вещества 25%.

Действующим веществом препарата является 3-хлор-4-метилпропионамид.

Структурная формула:



Молекулярный вес 197,58; темп. плавления 94-96°C.

Растворимость, % вес., в воде нерастворим, этаноле - 47; метаноле - 48; циклогексане - 25; п-кетоле - 10; м-кетоле - 21; хлороформе - 37; ацетоне - 50; толуоле - 21.

Препарат мало токсичен для теплокровных животных и человека.
LD₅₀ 2000 мг/кг.

Принцип метода^{х/}

Метод основан на экстракции пестицида из анализируемых проб органическим растворителем (хлороформом), переэкстракции в этанол, хроматографировании этанольного экстракта в тонком слое окиси алюминия в системе диэтиловый эфир:четыреххлористый углерод (1:1), термическом разложении 3-хлор-4-метилпропионамида непосредственно на хроматографической пластинке и обнаружении

^{х/}Т.И. Пилецкова, А.Д. Фатьянова, Г.К. Морина (Уфимский филиал ВНИИ химических средств защиты растений, г.Уфа).

Утверждено 20 декабря 1976г., № 1564-76.

образовавшегося при этом амина с помощью диазотирующего и азосочетяющегося реагентов.

Чувствительность метода 0,2-0,3 мг/кг. Минимально определяемое количество анилада 2-3 мкг в пробе.

Степень извлечения пестицида из проб составляет 90% для томатов, 96% для лука и 92% для моркови.

Относительная погрешность среднего результата, найденная с надежностью 0,95, составляет для томатов $\pm 3.34\%$, для лука $\pm 5.27\%$, моркови $\pm 8.99\%$.

Реактивы и растворы

Хлороформ "х.ч.", фарм.

Натрий серноокислый безводный "х.ч.", ГОСТ 4166-68;

Спирт этиловый, ТУ 5947-72

α -нафтол "ч.д.а.", ГОСТ 5836-70

Гидрат окиси калия, импорт

Соляная кислота, ГОСТ 3118-67

Серная кислота ГОСТ 2184-67

Углерод четыреххлористый "х.ч.", ГОСТ 5827-68

Эфир диэтиловый (для наркоза)

Алюминий окись для хроматографии II ст. активности,
ТУ 2962-54

Кальций серноокислый "ч.д.а.", ГОСТ 3210-66. Сушится при температуре 150°C в течение 6 ч. и просеивается через сито 100 меш
Хранится в банке с притертой пробкой

Натрий азотистокислый "х.ч.", ГОСТ 4197-66

Кальций хлористый плавленый

Реактив № 1 (диазотирующий): к смеси 46 мл воды и 4 мл соляной кислоты (конц.) добавляют 1 г натрия азотистокислого

Реактив № 2 (азосочетяющий): в 50 мл воды растворяют 2,8 г гидрата окиси калия и добавляют 0,1 г α -нафтола

Стандартный раствор 3-хлор-4-метилпропионанилада. Растворяют 0,05 г анилада и 50 мл этанола;

Натр едкий, 50%ный водный раствор
Универсальная индикаторная бумага.

Посуда и приборы.

Прибор для отгонки растворителя
Аппарат для встряхивания
Центрифуга
Сушильный шкаф
Станок для сушки пластинок
Колбы конические с пробкой емкостью 150-200 мл
Пробирки емкостью 5-10 мл.
Микрошприц емкостью 10 мкл
Шприц медицинский емкостью 1 мл
Микропипетка емкостью 0,1 мл
Воронка делительная
Колба мерная емкостью 50 мл
Воронки химические
Колба для отсасывания
Воронка Бюхнера
Пластины стеклянные размером 90x120 мм
Камера для хроматографирования
Пульверизатор
Цилиндры мерные емкостью 5 и 50 мл
Экспектор
Ступка фарфоровая
Вакуум-насос.

Приготовление пластинок тонким слоем.

На тщательно вымытые и высушенные стеклянные пластины наносят сорбционную массу из смеси окиси алюминия, сернокислого кальция и воды. Для приготовления 15 пластинок взвешивают 14 г окиси алюминия, 2 г сернокислого кальция и смешивают их в фарфоровой ступке. Затем добавляют небольшими порциями 70 мл дистиллированной воды и тщательно перемешивают до образования однородной массы.

Одну чайную ложку пасты помещают на пластинку и распределяют ее равномерно по поверхности, сушат на воздухе 16-18 ч., а затем активируют 2 ч при температуре 100-110°C в сушильном шкафу. Пластинки хранят в эксикаторе над хлористым кальцием.

Ход анализа.

Экстракция пестицида из проб.

Лук, томаты. 25-30 г томатов или лука измельчают, помещают в коническую колбу с пробкой, заливают хлороформом (100 мл) и встряхивают в течение часа. Содержимое колбы переносят в центрифужные пробирки и центрифугируют в течение 3-5 мин. при числе оборотов центрифуги 3000 в мин. При экстракции пестицида из лука центрифугирования обычно не требуется. Центрифугат переносят в делительную воронку и отделяют нижний хлороформный слой. Промывают содержимое делительной воронки хлороформом 2 раза по 30 мл и присоединяют хлороформ к основной вытяжке. С помощью вакуум-насоса фильтруют хлороформный экстракт через слой безводного сульфата натрия (70-80 г), помещенного на воронку Бюхнера. Слой сульфата промывают хлороформом (2 раза по 30 мл), присоединяя его к фильтрату. Переносят фильтрат в прибор для отгонки растворителя и отгоняют хлороформ до объема 1-2 мл, а затем досуха в токе воздуха.

Морковь. 25-30 г моркови измельчают, помещают в коническую колбу с пробкой, заливают хлороформом (100 мл) и встряхивают в течение часа, отфильтровывают, пробу промывают хлороформом, присоединяя его к фильтрату. Фильтрат сушат, пропуская через слой безводного сульфата натрия и испаряют досуха. К сухому остатку прибавляют 3-4 мл конц. серной кислоты и выдерживают 1 ч. Добавляют 30 мл воды, нейтрализуют 50%-ным водным раствором едкого натра до щелочной реакции (по универсальной индикаторной бумаге), смесь охлаждают и трижды по 10 мин. экстрагируют пестицид хлороформом порциями по 25 мл. Отгоняют растворитель сначала в приборе для отгонки растворителя до объема 1-2 мл, а затем досуха в токе воздуха.

Хроматографирование

Из сухих остатков проб томатов, лука или моркови после испарения растворителя пестицид экстрагируют этанолом (3 раза по 0.1 мл). Спиртовый экстракт с помощью микрошпательки или медицинского шприца наносят на пластинку с сорбентом так, чтобы размер пятна был не более 10–12 мм (по диаметру). На расстоянии 2 см друг от друга наносят стандартный раствор 3-хлор-4-метилпропионанилида в количестве 2–10 мкг и хроматографируют в системе диэтиловый эфир: четыреххлористый углерод (1:1). Смесь используется однократно. После хроматографирования пластинку подсушивают на воздухе 5 мин, затем нагревают в сушильном шкафу при температуре 160°C в течение часа. Пластинку охлаждают до комнатной температуры и орошают из пульверизатора сначала диэтиловым эфиром, а затем азосочетанным реактивом. При наличии в пробе 3-хлор-4-метилпропионанилида появляется расщепленное пятно на белом фоне с R_f 0.48.

Количественное определение проводят сравнением интенсивности окраски и размеров пятен пробы и стандарта.

Расчет результатов анализа производят по формуле:

$$X = \frac{A}{B}$$

- где X — содержание анилида в анализируемой пробе в мкг/кг
A — экспериментально найденное количество анилида, мкг
B — количество исследуемой пробы, г

Л-91892 от 23.9.77. Заказ 3824 Тираж 2000 Формат 60x84/16

Типография ВАСХНИЛ