

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 АРИЛОКСИМЛКСИКАРБОНОВЫХ 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.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.

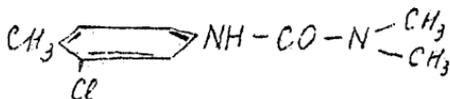
Определение остаточных количеств нитрохлора в
капусте и воде методом газо-жидкостной хромато-
графии с детектором по захвату электронов. 168
Авторы: К. Ф. Новикова, Л. И. Лещинская

Определение дактала в воде, картофеле, почве
методом газо-жидкостной хроматографии. 172
Авторы: К. И. Пашкевич, Т. В. 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.Автонова.
- Определение севина в биологических субстратах 190
методом тонкослойной хроматографии.
Автор: О.А.Мадянин

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИКОРАНА
В СЫРЬЕ МАКА МАСЛИЧНОГО.

Краткая характеристика препарата.



N-/ 3-хлор-4-метилфенил/- N, N, -диметилмочевина - белое кристаллическое вещество с температурой плавления 140-142°. В воде растворяется слабо / 10 мг на 1 л /, хорошо в органических растворителях - ацетоне, спирте, ацетонитриле.

Принцип метода. x/

Метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы органическим растворителем, отгонке растворителя и последующем хроматографированием в тонком слое окиси алюминия.

Зоны локализации гербицида обнаруживаются после термического разложения препарата до ароматического амина, диазотированием последнего нитритом натрия и азосочетанием солей производных фенил-дiazония с 1-нафтолом.

Чувствительность метода 5-10 мкг в пробе.

Процент определения составляет 70-75.

Реактивы и растворы.

Ацетонитрил хч перегнанный

n-Гексан, хч - перегнанный

Хлороформ, хч - перегнанный

Калий едкий, хч

Кальций серноокислый, чда. Реактив высушивают в сушильном шкафу при температуре 150°C в течение 24 часов. Хранят в банке с притертой

x/ Пушкина Г.И., Букина Н.В., Всесоюзный научно-исследовательский институт лекарственных растений, утвержден 20 декабря, №1556-76.

пробкой.

Кислота серная, концентрированная

Кислота соляная, концентрированная

Натрий азотистокислый, чда

Натрий едкий, 50% раствор

I-нафтол, чда

Селикагель КСК

Оксид алюминия для хроматографии

Стандартный раствор дикурана с содержанием 200 мкг/мл готовят из химически чистого препарата, растворяя его в спирте.

Проявляющий реактив № 1. К смеси 46 мл воды и 4 мл соляной кислоты / уд.вес 1,19/, прибавляют 1 г нитрита натрия.

Проявляющий реактив № 2. 2,8 г едкого калия растворяют в 50 мл воды и добавляют 0,1 г I-нафтола.

Примечание: Оба раствора применяются свежеприготовленными.

Приборы и посуда.

Баня водяная.

Весы аналитические.

Весы технические

Воронки делительные

Воронки химические

Камеры для хроматографирования

Камеры для спрыскивания

Колбы конические, емкостью 100-250 мл

Колбы мерные 100 мл

Мельница для размола образцов

Прибор для отгонки растворителя

Прибор для отгонки растворителя с набором колец

Нульвелизатор стеклянный

Фильтры бумажные

Шкаф сушильный

Микропишетки

Колонки стеклянные 2 x 25 см

Шкаф сушильный

Пластинки стеклянные 13 x 18 см

Эксикатор

Приготовление хроматографических пластинок

Для приготовления сорбента 100 г окиси алюминия смешивают с 10 г сернистого кальция, добавляют 150 мл воды и встряхивают 15-20 мин. Полученную смесь наносят на 20 - 22 пластинки /размером 13 x 18 /, сушат в течение ночи при комнатной температуре, хранят в эксикаторе над слоем осушителя.

Ход анализа.

а/ экстракция дикурана из проб:

№ 1. семена мака масличного

10 г анализируемой пробы измельчаем на мельнице и заливаем на ночь 50 мл ацетонитрила. Экстракт отфильтровываем, а пробу промываем дважды 20 мл ацетонитрила. Промывную жидкость объединим с экстрактом. Полученный экстракт пропускаем через колонку, заполненную силикагелем и окисью алюминия / II степень активности/ в соотношении 3:1 на высоту 20 см. Колонку предварительно промываем 30 мл ацетонитрила. После прохождения фильтрага, колонку промываем 3 раза по 15 мл ацетонитрила. Элюат собираем в колбу для отгонки растворителя и отгоняем досуха. Оставшийся сухой остаток растворяем в 1-2 мл спирта.

2. Коробочки мака масличного.

10-20 г воздушно-сухой пробы измельчаем на мельнице и заливаем на ночь 50 мл хлороформа. Экстракт отфильтровываем, растворитель отгоняем досуха. К сухому остатку прибавляем 3-4 мл концентрированной серной кислоты и оставляем на 30-60 мин. Затем добав-

л.ем 50 мл воды, нейтрализуем и подделачиваем 8-10 мл 50% водного раствора едкого натрия. Смесь охлаждаем и трижды экстрагируем н-гексаном, порциями по 20 мл. Экстракты объединяем, высушиваем и отгоняем растворитель досуха. Сухой остаток растворяем в 1-2 мл спирта.

Хроматографирование.

Спиртовой раствор остатка наносим на хроматографическую пластинку /0,1 мл/. Рядом с пробами наносим стандартные растворы анализируемого препарата. Пластинку с пробами помещаем в камеру для хроматографирования: заполненную серным эфиром. После того, как фронт растворителя поднимется на 14 см, пластинку вынимаем из камеры, отмечаем линию фронта и оставляем на воздухе для испарения растворителя. Затем пластинку помещаем в сушильный шкаф с температурой 160-170°C на 30 мин. После охлаждения, пластинку опрыскивают проявляющим реактивом 1 и 2. При наличии препарата в пробе на хроматограммах проявляются красные пятна. $R_f = 0,68 \pm 0,01$.

Количественное определение производим путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов.

Расчет результатов анализа

Количество диксурана в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P} \cdot 1000,$$

Где: X - содержание диксурана в анализируемой пробе, мг/кг

A - количество пестицида, найденное путем сравнения со стандартами, в мкг

P - навеска исследуемой пробы в г.

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

Типография ВАСХНИЛ