

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.Ковалев

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

Определение 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  $\gamma$ -(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.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-  
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.Антонова.
- Определение севина в биологических субстратах 190  
методом тонкослойной хроматографии.  
Автор: О.А.Мадянин

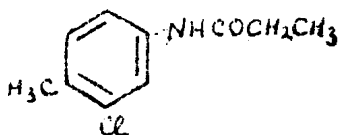
## ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРЕПАРАТА БЭО-В ЛУКЕ, МОРКОВИ, ТОМАТАХ.

### 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.  
LD<sub>50</sub> 2000 мг/кг.

### Принцип метода<sup>х/</sup>

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

<sup>х/</sup>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 азосочетającegoся реагентов.

Чувствительность метода 0,2-0,3 мг/кг. Минимально определенное 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

$\alpha$ -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 от 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 микрон  
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 (азосочетający): в 50 мл воды растворяют 2,8 г гидрата окиси калия и добавляют 0,1 г  $\alpha$ -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