

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 линурина 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 ликурана 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 хроматографии. 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 хроматографии. 149
Авторы: А. Д. Фатянова, 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

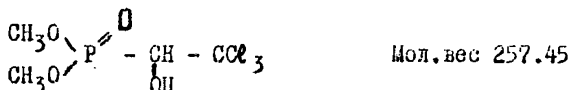
Определение дактала в воде, картофеле, почве
методом газо-жидкостной хроматографии. 172
Авторы: К. И. Пашкевич, Т. В. Платинина, Е. В. Кириченко.

- 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.Автонова.
- Определение севина в биологических субстратах 190
методом тонкослойной хроматографии.
Автор: О.А.Мадянин

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРОФОСА И ФОСФАМИДА В ПЛОДАХ
 ШИЛОВНИКА МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

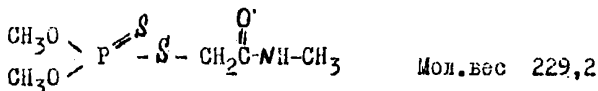
Краткая характеристика препаратов

Хлорофос (трихлорфон, диптерекс, нэгувон, дилокс, тугон, Байер
 Л-13/59)



O,O-Диметил-(I-окси-2,2,2-трихлорэтил)фосфонат (хлорофос) - белый кристаллический порошок; растворимость (в г на 100 г): в воде 12,3, бензоле 15,2, хлороформе 75. Трудно растворим в парафиновых углеводородах. Т.пл. 73-74°C, давление паров хлорофоса при 20°C составляет 7,8·10⁻⁶ мм рт.ст., летучесть при 20°C 0,11 мг/м³. Хлорофос устойчив в кислой среде и быстро гидролизуются в щелочной.

Фосфамид (диметоат, рогор, Би-5В, Фострон ММ, роксион, перфектион)



O,O - Диметил-S-(N-метилкарбамоилметил)дитиофосфат (фосфамид) - белоснежное кристаллическое вещество; т.пл. 49-51°C, давление пара при 20°C составляет 8,5·10⁻⁶ мм рт.ст., летучесть 0,107 мг/м³. Хорошо растворим в воде и большинстве органических растворителей, но в парафиновых углеводородах растворим плохо. Легко гидролизуются водными щелочами, относительно устойчив в слабокислой среде.

Принцип метода x)

Метод основан на экстракции пестицидов из анализируемого объекта хлороформом, очистке экстракта с последующим определением методом тонкослойной хроматографии в системе ацетон-гексан(1:1) для хлорофоса, в системе хлороформ-ацетон-гексан (3:1:1) для фосфамида

x) Г.И.Крамаренко - ВНИИ лекарственных растений, Москва, утвержден 20 декабря, № 1561-76.

на чешских пластинках "Silufol".

Хлорофос обнаруживается после опрыскивания пластинок раствором резорцина с карбонатом натрия с последующим нагреванием при 100°C в течение 3-5 минут, либо после опрыскивания пластинок смесью азотнокислого серебра и бромфенолового синего с последующей обработкой пластинок уксусной или лимонной кислотой.

Фосфамид обнаруживается после опрыскивания пластинок раствором хлористого палладия, либо раствором азотнокислого серебра и бромфенолового синего с последующим отбеливанием пластинок уксусной или лимонной кислотой.

Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов.

Чувствительность метода 0,15-0,20 мг/кг. Процент определения 75-80%.

Реактивы и растворы.

- Хлороформ (перегнанный) х.ч.
- Ацетон х.ч. --
- И-Гексан х.ч. --
- Натрий серноокислый х.ч. безводный
- Активированный уголь марки БАУ
- Уксусная кислота х.ч.
- Лимонная кислота х.ч.
- Чешские пластинки " "
- Бромфеноловый синий х.ч.
- Хлористый палладий х.ч.
- Азотнокислое серебро х.ч.
- Резорцин х.ч.
- Карбонат натрия х.ч.
- Стандартный раствор хлорофоса и фосфамида (10 мг препарата в 100 мл ацетона)

Проявляющие реактивы

- № 1. 2% раствор резорцина и 10% водный раствор карбоната натрия.
Перед опрыскиванием растворы смешивают в отношении 2:3
- № 2. 0,2% раствор хлористого палладия
- № 3. 1% водный раствор азотнокислого серебра:
0,05% раствор бромфенолового синего в 50% этиловом спирте.

Перед употреблением смешивают в отношении 1:1
5% водный раствор уксусной или 2,5% лимонной кислоты для отбеливания.

Приборы и посуда

Колбы конические на 250 и 500 мл с притертыми пробками
Дежательные воронки на 250 мл
Аппарат для встряхивания
Прибор для отгонки растворителя под вакуумом с набором груше-
видных колб
Электрическая водяная баня
Водоструйный насос
Пульверизатор стеклянный
Микрошпатель (микрошприц)
Камера для хроматографирования
Сушильный шкаф

Ход анализа

20г измельченных воздушно-сухих плодов шиповника заливают 80 мл хлороформа и экстрагируют на аппарате для встряхивания 1,5-2 часа. Хлороформный экстракт отделяют от растительной массы через бумажный фильтр, фильтрат собирают в колбу. Растительную массу на фильтре трижды промывают хлороформом по 20-30 мл. Промывные порции хлороформа объединяют с фильтратом и хлороформ отгоняют досуха на водяной бане. Сухой остаток обрабатывают 3-4 раза дистиллированной водой (по 10 мл), фильтруют через бумажный фильтр "синая лента". Фильтрат собирают в делительную воронку. Из водного раствора фосфамид экстрагируют хлороформом трижды равным объемом. Хлороформные экстракты собирают вместе, сушат их безводным сернистым натрием, добавляют активированный уголь (0,3-0,5г), перемешивают и через 15-20 минут отфильтровывают. Растворитель отгоняют до минимального объема (0,2 мл).

Хроматографирование

Остаток количественно наносят в одну точку на чешскую пластинку "Silufol", рядом наносят серию стандартных растворов препарата. Пластинки с нанесенными пробами помещают в хроматографическую камеру с системой растворителей: ацетон-гексан (1:1) при определе-

нии хлорофоса и хлорофори-ацетон-гексани (3:1:1) при определении фосфамида. После поднятия фронта подвижного растворителя на 10-12 см пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе и повторно хроматографируют в той же системе. После вторичного хроматографирования пластинку высушивают и обрабатывают проявляющим реактивом.

При определении хлорофоса пластинки обрабатывают проявляющим реактивом № 1 или № 3. При обработке пластинок проявляющим реактивом № 1 пластинку помещают в сушильный шкаф на 3-5 минут при температуре 100°C, хлорофос проявляется в виде оранжевых нитей. При обработке пластинок проявляющим реактивом № 3 пластинку помещают в сушильный шкаф при t 120° на 20 минут, а затем отбеливают раствором уксусной или лимонной кислоты. При этом хлорофос проявляется в виде пятен синего цвета $R_f 0,58 \pm 0,2$.

При определении фосфамида пластинки обрабатывают проявляющим реактивом № 2 или № 3. При обработке пластинок проявляющим реактивом № 2 фосфамид проявляется в виде пятен желтого цвета. При обработке пластинок проявляющим реактивом № 3 пластинки помещают в сушильный шкаф при t 60°C на 20 минут, а затем отбеливают, фосфамид проявляется при этом в виде пятен синего цвета $R_f 0,58 \pm 0,2$.

Количественное определение

Количественное определение производят путем сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов.

Расчет анализа производят по формуле:

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

где X - содержание препарата в пробе мг/кг;

A - количество препарата, найденное путем сравнения со стандартным, мкг;

P - навеска исследуемой пробы, г.

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

Типография ВАСХНИЛ