

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 мальбенса 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 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 дынная,
в воде, дефеканте, биологическом материале
(мышцы, паренхиматозные органы, головной мозг,
кровь). 143
Авторы: А. Т. Иванов, Е. А. Пыльковец

Метод определения остаточных количеств сульфидка
(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 хромото-
графия 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

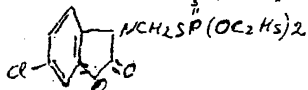
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОЗАЛОНА В БИОЛОГИЧЕСКИХ СУБСТРАТАХ С ПОМОЩЬЮ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ*

Характеристика препарата

Фозалон (бензофосфат) – фосфорорганический инсектицид, является одним из перспективных заменителей ДДТ. Рекомендован для применения на овощах, полевых, технических и других сельскохозяйственных культурах.

Предполагается широкое испытание этого препарата для борьбы с вредителями леса.

Действующее начало препарата – О,О-Диэтил – S – (6-хлорбен-зоксазолинил-3-метил) – дитиофосфат. Имеет структурную формулу:



В чистом виде – белое кристаллическое вещество с чесночным запахом, t° пл. 45–47 $^{\circ}$ C. Он практически нерастворим в воде, хорошо растворим во многих органических растворителях.

ЛД₅₀ для крыс 135 мг/кг, для мышей – 180 мг/кг.

Принцип метода

Метод основан на экстрагировании пестицида из исследуемых проб, очистке экстрактов, упаривании и переведении остатка в ацетон (ДТИ или гексан (ДЭГ) с последующим определением на газовом хроматографе с термоионным детектором (ДТИ) или детектором электронного захвата (ДЭЗ).

* Метод разработан во Всесоюзном научно-исследовательском институте ветеринарной санитарии. Авторы: кандидаты ветеринарных наук Г.А. Таланов, В.В. Лещёв и Н.И. Ряженков, утвержден 20 декабря, № 1553-76.

Чувствительность метода для фозалона на ДТИ 0,2 нг, на ДЭЭ 0,05 нг в пробе, вводимой в хроматограф, что соответствует 0,02 и 0,005 мг/кг веса в биологических субстратах. Процент определения в молоке 81 ± 5 , рыбе, органах и тканях животных - 80 ± 6 , свекле 79 ± 4 , картофеле 75 ± 5 , траве 76 ± 6 , комбикорме 75 ± 6 , белке яиц 80 ± 5 , желтке 70 ± 5 , листьях и лесной подстилке 85 ± 5 .

Реактивы и растворы

Ацетон х.ч., н-гексан х.ч., сульфат натрия безводный.
Стандартный раствор фозалона в н-гексане.

Приборы и посуда

Газовый хроматограф "Цвет-5" или другой подобный аппарат с термоионным детектором или детектором электронного захвата.

Колонка стеклянная 500 x 3 мм, заполнена XE-60 (3%) + эпокот -100I (0,3%) на силинизированном хромосорбе W (60-80 меш) - для ДТИ.

Колонка стеклянная 1000 x 3 мм, заполнена XE-30 (5%) на силинизированном хроматоне (60-80 меш) - для ДЭЭ.

Склянки с притертой пробкой на 100 мл. Делительные воронки на 250 мл.

Цилиндры на 50 мл.

Фарфоровые чашки.

Бюксы.

Водяная баня.

Фильтры бумажные.

Пипетки на 5 мл.

Пробирки с притертой пробкой, градуированные на 5 мл.

Микрошприц на 10 мкл.

Экстракция фозалона из биологических субстратов и очистка экстрактов

10 мл молока, 10 г измельченной ткани животного или рыбы помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и помещают в холодильник на 1 час, через каждые 15 минут склянку встряхивают. Затем сливают через тройной слой марли в делительную воронку. Склянку ополаскивают 10 мл ацетона. Смыв сливают в эту же делительную воронку. После чего в делительную воронку с экстрактом наливают 40 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 40 мл н-гексана, еще раз встряхивают в течение 2 минут. Затем ставят в штатив. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку, добавляют 0,5 г сульфата натрия безводного и упаривают в токе воздуха до 5 мл, сливают в градуированную пробирку с притертой пробкой, доводят гексаном объем до 5 мл. В пробирку всыпают 0,5 г сульфата натрия безводного и экстракт исследуют на газовом хроматографе "Цвет-5" или другом приборе с ДТИ или ДЭЗ.

10 г измельченной свеклы помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и экстрагируют в течении 1 часа при комнатной температуре, встряхивая через каждые 15 минут. Затем содержимое склянки сливают в делительную воронку. Склянку ополаскивают 10 мл ацетона. Смыв сливают в ту же делительную воронку. После чего в делительную воронку с экстрактом наливают 40 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 40 мл н-гексана, встряхивают в течение 2 минут. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку, добавляют 0,5 г сульфата натрия безводного и упаривают в токе воздуха до 5 мл. Сливают гексан в градуированную пробирку с притертой пробкой, добавляют сульфата

натрия 0,5 г и исследуют на газовом хроматографе.

10 г измельченного картофеля помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 40 мл ацетона, добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и экстрагируют в течение одного часа при комнатной температуре, встряхивая через каждые 15 минут. Затем сливают 10 мл ацетона. Смыв сливают в эту же делительную воронку. После чего в делительную воронку с экстрактом наливают 100 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 50 мл н-гексана. Делительную воронку встряхивают в течение 2 минут. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку, добавляют 0,5 г сульфата натрия безводного и упаривают в токе воздуха до 5 мл. Сливают гексан в градуированную пробирку с притертой пробкой, добавляют 0,5 г сульфата натрия и исследуют на газовом хроматографе.

10 г измельченной травы помещают в склянку с притертой пробкой заливают 50 мл теплой воды ($\pm 0,40^{\circ}$), добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и оставляют на 18 часов при комнатной температуре, после чего воду сливают. Траву в склянке заливают 5 мл ацетона, встряхивают, добавляют 50 мл н-гексана подогретого до 40° , экстрагируют в течение часа на водяной бане при $\pm 0,40^{\circ}$. Затем гексан сливают ~~в делительную~~ в делительную воронку, ополаскивают склянку 10 мл подогретого гексана, который сливают в эту же делительную воронку. Добавляют 60 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают в течение 2 минут. После разделения жидкостей декантируют верхний гексановый слой в склянку с притертой пробкой, которую помещают на 1 час в морозильную камеру холодильника. После чего сливают через бумажный фильтр в фарфоровую чашку, упаривают в токе воздуха досуха, ополаскивают чашку 5 мл ацетона, сливают в пробирку с притертой пробкой, добавляют 0,5 г сульфата натрия и исследуют на газовом

хроматографе.

10 г комбикориа помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 40 мл ацетона, добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и помещают в холодильник на 1 час, через каждые 15 минут встряхивают. Затем сливают через тройной слой марли в другую склянку с притертой пробкой, ополаскивают первую склянку 10 мл ацетона и сливают во вторую склянку, доливают в нее 25 мл дистиллированной воды и помещают на 2 часа в морозильную камеру холодильника. После чего содержимое склянки сливают в через бумажный фильтр в делительную воронку. Склянку и фильтр ополаскивают 5 мл охлажденного ацетона, который сливают в эту же воронку. Доливают 75 мл воды, встряхивают, прибавляют 50 мл н-гексана, встряхивают делительную воронку в течение 1 минуты. После разделения жидкостей сливают верхний гексановый слой в фарфоровую чашку, упаривают под током воздуха до 5 мл. Сливают гексан в градуированную пробирку с притертой пробкой, добавляют 0,5 г сульфата натрия и исследуют на газовом хроматографе.

10 г белка или желтка яиц помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 50 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и помещают в морозильную камеру холодильника на 3 часа. Затем сливают через бумажный фильтр в делительную воронку, склянку и фильтр дважды ополаскивают по 5 мл ацетона. Смывы сливают в эту же делительную воронку. После чего в делительную воронку с экстрактом наливают 200 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 30 мл н-гексана, еще раз встряхивают в течение 2 минут, затем ставят в штатив. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку, добавляют 0,5 г сульфата натрия безводного и упаривают в токе воздуха до 5 мл, смывают в градуированную пробирку с притертой пробкой, доводят гексаном объем до 5 мл. В пробиркусыпают 0,5 г сульфата натрия безводного и экст-

ракт исследуют на газовом хроматографе.

10 г измельченных листьев или лесной подстилки помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 50 мл н-гексана подогретого до 40° , экстрагируют в течение 1,5 часов на водяной бане при $\pm 0,4^{\circ}$. Затем гексан сливают через бумажный фильтр в фарфоровую чашку, ополаскивают склянку и фильтр подогретым н-гексаном дважды по 5 мл, который сливают в эту же чашку, упаривают в токе воздуха до 5 мл. Сливают в градуированную пробирку с притертой пробкой, доводят гексаном объем до 5 мл и исследуют на газовом хроматографе.

Условия хроматографирования

Хроматограф "Цвет-5", детектор термоионный. Рабочая шкала электрометра $2,5 \times 10^{-10}$ А. Скорость протяжки ленты самописца 10 мм/мин. Длина колонки 0,5 метра, внутренний диаметр 3 мм. Колонка заполнена ХЕ-60 (3%) и эликотом-1001 (0,3%) на хромосорбенте (80-100 меш). Температура колонки 230, температура испарителя 230-250 $^{\circ}$. Скорость газа-носителя азота 22 мм/мин, водорода - 14 мл/мин, воздуха - 400 мл/мин. Объем пробы, вводимой в испаритель 5 мкл. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,2 нг до 4 нг. Минимальное детектируемое количество 0,2 нг. Время удерживания 2,5 мин. Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами по высоте пикав. Процент обнаружения фозалона в молоке 81 ± 5 , рыбе, органах и тканях животных 80 ± 6 , свекле 79 ± 4 , картофеле 75 ± 5 , траве 78 ± 6 , белке яиц 80 ± 5 , желтке 70 ± 5 , комбикорме 75 ± 6 , листьях и лесной подстилке $85 \pm 5\%$.

Чувствительность метода 0,02 мг/кг веса.

Хроматограф "Цвет-5", детектор электронного захвата (ДЭЗ) рабочая шкала электрометра 10×10^{-12} А. Скорость протяжки ленты самописца 10 мм/мин. Длина колонки 1 метр, внутренний диаметр 3 мм. Колонка заполнена SE-30 (5%) на хроматоне N-ALC эликотом

серной кислотой (60-80 меш). Температура колонки 230⁰, испарителя 230-250⁰, детектора 250⁰. Скорость газа-носителя азота на колонку 75 мл/мин, на детектор 100 мл/мин. Объем пробы, вводимой в испаритель 5 мкл.

Линейность детектирования наблюдается в пределах от 0,05 нг до 1 нг. Минимальное детектируемое количество 0,05 нг. Время удерживания 3,8 мин. Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами по высоте пиков. Чувствительность метода 0,005 мг/кг веса.

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

Типография ВАСХНИЛ