

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 II

Москва - 1976 г.

ГАЗО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАФОСА В КАПУСТЕ И КАРБОФОСА В ЗЕРНЕ

Принцип метода^{*}

Метод основан на извлечении препаратов экстракцией органическими растворителями, очистке экстрактов и конечном определении на хроматографе с термодсионным детектором.

Чувствительность составляет:

- 1) при определении метафоса в капусте 1 мкг в пробе
- 2) при определении карбофоса в зерне 2 мкг в пробе

Реактивы и растворы

Для экстракции и очистки экстракта:

Н-гексан, х.ч. перегнанный

Ацетон, х.ч., перегнанный, за 2 часа до употребления помещать в холодильник

Диметилформамид, х.ч., насыщенный гексаном. Для насыщения ДМФ - к 0,5 л ДМФ прибавляли 200 мл гексана, встряхивали, оставляли на ночь, после разделения слоев, гексан отбрасывали, нижний слой использовали для работы.

Натрий серноокислый, б/в, свежерокаленный

Натрий серноокислый 2% водный раствор

Для хроматографирования:

Носитель для колонки - хромотон №-AW 0,16-0,2 мм, с нанесенной жидкой фазой SE-30 в количестве 5%.

Стандартные растворы пестицидов в ацетоне 5,2 и 1 мкг/мл.

^{*} Разработан Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко, ВНИИГИНТОКС

Приборы и посуда

Хроматограф с термодионным детектором (модель "Цвет-106", "Цвет-5" или любой другой марки.)
 Баллон с азотом, содержание O_2 не более 0,003%
 Баллон с водородом
 Баллон с воздухом
 Колонки стеклянные, диаметр 3-5 мм, длина I-1,5 м
 Шприц емк. 5 или 10 мкл
 Делительные воронки емк. 500 мл
 Колбы конические емк. 250 мл
 Колбы круглодонные емк. 250 мл
 Воронки химические
 Прибор для отгонки растворителей (ротационный испаритель ИР-1)
 Прибор для встряхивания

Описаны определения

Экстракция и очистка экстрактов

Определение метабола в капусте

25 г измельченной пробы заливают 50 мл гексана и встряхивают 20 мин. Сливают экстракт, и оба экстрагируют свежей порцией гексана в течение 20 мин. Объединяли экстракты, сушили б/в сульфатом натрия и упаривают досуха при температуре бани не выше 60° . Колбу помещали в лед (хорошо перемешанная смесь льда и соли). В колбу приливали 1-2 мл охлажденного ацетона и смывали остаток. Раствор быстро фильтровали через небольшой слой сульфата натрия в новую колбу для отгонки растворителей. Повторяли процедуру 3-4 раза так, чтобы весь осадок, оставшийся на стенках колбы перенести на воронку. Промывали осадок на 1-2 мл ацетона. Ацетон упаривали досуха. Для капусты зимних сортов вымораживание можно повторить два раза. Капусту ранних сортов можно анализировать без очистки.

Перед хроматографированием остаток в колбе растворяли в 1 мл гексана и 3-5 мкл раствора анализировали.

Определение карбофоса в зерне

25 г зерна заливали 50 мл ацетона, встряхивали в течение 20 минут, фильтровали экстракт. Повторяли экстракцию дважды. Объединяли фильтраты, сушили *о/в* сульфатом натрия и упаривали досуха при температуре бани не выше 60°. Остаток количественно небольшими порциями гексана переносят в делительную воронку, содержащую 10 мл диметилформамида. Соотношение гексана и ДМФ должно быть 1:1. Встряхивают воронку 1 минуту, отделяют нижний слой ДМФ. Этот слой ДМФ переносят в новую делительную воронку, содержащую 30 мл гексана и 350 мл 2% раствора сульфата натрия. Встряхивают воронку 2 минуты, отделяют органический слой, а водную фазу экстрагируют новыми 30 мл гексана. Объединяют фракции гексана, промывают 100 мл дистиллированной воды, сушат *о/в* сульфатом натрия и упаривают. Остаток растворяют в 1 мл гексана и *вдлж-вотную* часть хроматографируют.

Хроматографирование

Условия хроматографирования

Хроматограф с термояонным детектором (Цвет-10⁶, Цвет-5)
 Шкала - 2,5 · 10⁻¹⁰ (2·10⁻¹⁰)
 Скорость бумаги - 360 мм/час
 Колонка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3 мм, носитель - хромотон
 № -АV, фаза - 5% SE-30
 Температура колонки - 190, испарителя - 220°
 Скорость газа-носителя (азота) - 20-22 мл/мин., водорода - 14-17
 мл/мин., воздуха - 400 мл/мин.
 Линейность - 0,1-40⁴ нг
 Вводимый объем - 3-5 мкл
 При указанных условиях время элюирования метафоса - 4,8 мин.
 Карбофос (50% препарат) дает два пика - I пик - 5,5 мин.,
 II пик - 6,6 мин.

В таблице приведены результаты определения заданных количеств препаратов, внесенных в пробы.

Таблица

Определение метафоса в капусте и карбофоса в зерне

Внесено, мкг	Обнаружено, %
Метафос	
15	89,5 ± 4,6
10	89,1 ± 3,9
5	87,5 ± 4,1
3	86,4 ± 5,~
1	76,0 ± 4,2
Карбофос	
10	87,6 ^X ± 4,1
5	87,0 ± 3,9
3	82,1 ± 3,7

^X Карбофос определяли по сумме двух пиков

СОДЕРЖАНИЕ

120

Стр.

ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- Метод определения ДДТ, его метаболитов и ГХЦГ в табочных изделиях способом хроматографии в тонком слое** 1
авторы: Л.Ф. Васьковская, А.Е. Бурштейн
- Определение остатков кельтана в молоке** 7
авторы: В.В.Молочников, В.И.Мочалов.
- Определение хлороорганических пестицидов в мясе, мясопродуктах и животных жирах хроматографией в тонком слое** 11
авторы: И.А.Шумкова, И.Н.Карпова, С.А.Ликунова, Л.Д.Рузанкова.
- Определение остатков хлороорганических пестицидов в сырье для производства сухих детских молочных смесей** 18
авторы: В.В.Молочников, В.И.Мочалов, Л.Н.Чудакова.
- Определение остаточных количеств ЭФ-2 в зерне методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов** 24
авторы: К.Ф.Новикова, Л.И.Лещинская.

ФОСФОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- Определение анти и фосфамида в меде** 29
автор: Р.Д.Петухов.
- Газо-хроматографический метод определения валексона в молоке, органах и тканях животных** 33
авторы: В.В.Лещев, Б.А.Королев.
- Методика определения варбекса в молоке и тканях животных с помощью газ-жидкостной хроматографии** 38
авторы: А.А.Непоклонов, К.Ф.Заболотный, .
- Определение остаточных количеств ДЦВФ в молоке и воде методом газ-жидкостной хроматографии с термодионным детектором** 42
авторы: Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова.
- Методик определения дифоса(абата) в мясе, молоке и в воде хроматографией в тонком слое** 46
авторы: Н.П.Бирякова, Д.Ф.Моряков, А.А.Непоклонов.

- Газо-хроматографический метод определения метафоса в капусте и карбофоса в зерне.** 51
авторы: Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко
- Методика определения метилнитрофоса в мясе,молоке и яйцах с помощью газо-жидкостной хроматографии** 55
Автор: Т.Г.Аббасов
- Газо-хроматографический метод определения рогора и антио в яблоках, сливе, смородине** 59
авторы: Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко

РТУТЬОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- Газохроматографический метод определения метил- и этил-ртутихлорида в пищевых продуктах,кулинарно обработанных суточных пищевых рационах,кормах и почве** 62
автор: В.Л.Ермаков
- Хроматографический метод определения ртутьорганических пестицидов в кормах,овошах,продуктах животноводства и патматериале** 68
автор: В.В.Ермаков
- Хроматографический метод определения ртути в рыбе и молочных продуктах** 75
авторы: А.М.Шмигидина, М.А.Клисенко, Э.П.Чурпий.

ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ гатнона в воде и некоторых продуктах растительного происхождения** 81
авторы: В.Е.Кириченко,К.И.Паткевич,И.Я.Постовский
- Хроматографические методы определения остаточных количеств 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты(2,4-Д) в воде, растительном материале и продуктах питания** 86
авторы: В.Д.Чиль, Р.Д.Васильева, М.А.Клисенко
- Определение сероуглерода в винограде** 99
авторы: С.А.Акоряко, М.Ш.Векштейн.

- Определение остаточных количеств севина в молоке и молочных продуктах методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов I04
авторы: Л.И.Маневич, В.В.Молочников, Н.И.Жаворонков
- Колориметрический метод определения севина и I-нафталя в тканях животи его происхождения и моче I10
авторы: Н.И.Жаворонков, О.А.Малинин
- Определение гербицидов энтама и тиллама в воде, почве, свекле и ее ботве методом газо-жидкостной хроматографии I16
авторы: А.М.Ботвиньева, А.Д.Перцовский