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.

gost.e-ecolog.ru

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Стр.

Определение остаточных количеств хлорорганических препаратов в присутствии полихлорированных бифенилов в воде методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов. I
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. I4
Авторы: Г.А.Троицина, 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, траве, свекле, картофеле, комбикорме методом хроматографии в тонком слое. 26
Авторы: Г.А.Таланов, В.В.Лещев, Н.И.Рыженов

Определение фозалона в биологических субстратах с помощью газо-жидкостной хроматографии. 3I
Авторы: Г.А.Таланов, В.В.Лещев, Н.И.Рыженов

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.Б.Лещев, 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.Д.Павлов.

Хроматографический метод определения корала в воде и биосубпродуктах. 50
Автор: Кухтина О.С.

Определение витакс и фосфамида в кормах. 55
Автор: А.Р.Конихов

Хроматографический метод определения в тонком слое сайфоса в растениях гороха, картофеля, томатах и почве. 59
Авторы: Кошатова Ф.И., Петрова Т.М.

ПРОИЗВОДНЫЕ МОЧЕВИНЫ

Газохроматографический метод определения линурона в эфирных маслах и маслосодержащем сырье. 64
Авторы: Тарасов Ю.С., Клисенко М.А., Хилих Л.А.

Хроматографический метод определения малорана в воде. 68
Авторы: М.А.Клисенко, М.Б.Письменная

Хроматографический метод определения линурана в сырье мака масличного. 73
Авторы: И.Б.Букина, Г.П.Пушкина

Определение остаточных количеств тенорана в ягодах земляники и в почве хроматографией в тонком слое. 77
Авторы: Т.С.Борисов, Б.А.Сигаева

ПРОИЗВОДНЫЕ СИМ-ТРИАЗИНОВ

Методы определения остаточных количеств симм-триазинов (симазина, атразина, прометрина, пропазина, карагарда, семерона, мезоранила) в зерне кукурузы, яблоках, винограде, мандаринах, капусте; почве, воде. 80

ПРОИЗВОДНЫЕ АРИЛОКСИАЛКИЛКАРБОНОВЫХ И КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

Определение полиэтиленгликолевого эфира 2,4-Д в зерне пшеницы и воде методом газо-жидкостной хроматографии. 94
Авторы: И.И.Пиленкова, 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.Пиленкова, А.И.Зорова, А.Д.Фатьянова, Г.К.Морина, В.Д.Чмиль.

Хроматографические методы определения остаточных количеств γ-(2,4-дихлорфеноксн) 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.Чкаников, Н.Н.Павлова, А.М.Макеева

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 трихлорацетата натрия и трихлоруксусной кислоты в воде, почве и растительном материале газо-жидкостной хроматографией. 138
Авторы: Е.Ч.Чмиль, Н.И.Глембицкий.

ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Определение роданистого натрия в зерне люпина, в воде, дефолианте, биологическом материале (мышцы, паренхиматозные органы, головной мозг, кровь). 143
Авторы: А.Т.Иванов, Е.А.Павлович

Метод определения остаточных количеств суффикса (карахола) в воде и зерне пшеницы методом газо-жидкостной хроматографии. 149
Авторы: А.Д.Татьянова, О.В.Петрова, В.Д.Чмиль.

Экспрессный метод обнаружения тетраметилдисульфида (ТМТД) в зерне. 154
Авторы: С.Д.Анциферов, А.В.Николаев

Хроматографический и спектрофотометрический метод определения зоокумарина в мышечной ткани, крови животных, в препарате пенукомарине и приманках (кормах). 156
Авторы: В.В.Ермаков, Д.Ф.Траханов, Болоховец М.Ф.

Определение остаточных количеств нитрохлора в капусте и воде методом газо-жидкостной хроматографии 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.Пиленкова, А.Д.Фатьянова, Г.К.Мормна.

Методические рекомендации по определению препарата Депра в воде и растительном материале. 181
Авторы: И.И.Пиленкова, А.Д.Фатьянова.

Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии. 185
Авторы: И.А.Антонова.

Определение севина в биологических субстратах методом тонкоолойной хроматографии. 190
Автор: О.А.Малинин

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕВИНА В БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТАХ И ВОДЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ[x])

Характеристика препарата. Севин - (1-нафтил-*N*-метил-карбамат, карбарил) является высоко эффективным инсекто-акарицидом с широким спектром действия. Химически чистый препарат представляет собой бесцветные кристаллы, без запаха. Температура плавления - 142°С. Давление паров - менее 0,005 мм ртст. при 25°С. В 1 литре воды комнатной температуры растворяется 0,099 г севина.

В большинстве органических растворителей (хлороформ, ацетон н-гексан и др.) этот препарат растворяется хорошо. Севин устойчив в нейтральной или кислой среде. В щелочных растворах (pH 10) он быстро гидролизуется до 1-нафтола. Севин устойчив на свету, при повышенных температурах и хранении. При сильном нагревании он разрушается на 1-нафтол и метилизоцианат. Выпускается севин в виде 85% смачивающегося порошка.

В настоящее время севин используется для защиты растений и в ветеринарной практике для борьбы с различными эктопаразитами сельскохозяйственных животных.

Принцип метода. Предлагаемый метод определения севина основан на экстрагировании препарата из анализируемого объекта н-гексаном (или хлороформом), хроматографировании сгущенного экстракта на пластинках "Силуфол", гидролизе препарата спиртовым раствором щелочи до 1-нафтола и образовании окрашенного соединения с солью диазония - прочный синий Б или прочный красный ГТ.

В принципе этот метод позволяет определить севин в любых биологических объектах и использовать любой метод экстракции, применяемый для колориметрического или хроматографического определения препарата. Использование для проявления хроматограмм готовых стабилизированных солей диазония (диазолей) - прочный синий Б и прочный красный ГТ, позволило в несколько раз повысить чувствительность и значительно упростить выполнение исследования.

---

x) Разработан Малининым О.А. в Украинском ордена Трудового Красного Знамени НИИ экспериментальной ветеринарии.

Утвержден 20 декабря, №1559-76

Рекомендуемая методика позволяет полуколичественно определить на хроматограммах севин и продукт его метаболизма 1-нафтол. Чувствительность метода 0,01мкг севина в нанесенной на пластинку пробе.

РЕАКТИВЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

Хроматографические пластинки "Силуфол".
Камера хроматографическая
Чашки выпаривательные фарфоровые
Вакуумный ротационный испаритель.
Пульверизаторы стеклянные (химические)
Химическая посуда (пипетки, воронки, воронки делительные, стаканы химические, колбы).
Спирт этиловый
н-Гексан (или хлороформ) - ч.хч.
Ацетон - ч.хч.
Прочный синий Б (или прочный красный ГГ)
Калий едкий - ч.хч. (15% раствор на 60% спирте)
Натрий сернокислый безводный
Метанол - ч,хч.
Петролейный эфир - ч.хч.
Натрий хлористый
Уксусная кислота - 0,25*N* раствор

Определение севина в тканях животных (мышц, печень, почки, легкие, кожа, сердце). Навеска ткани (до 2-3 г) тщательно измельчается в ступке ножницами (или гомогенизаторе) К измельченной ткани приливают 5 мл н-гексана (или хлороформа) и прибавляют 2-3 г безводного сернокислого натрия. После этого ткани растирают пестиком и вместе с экстрагентом переносят в колбу для экстракции. Общий объем растворителя при этом должен составлять - 30-50 мл.

Экстрагирование производят в течение 2-3 часов, при периодическом перемешивании пробы. При необходимости экстракт можно оставлять в таком состоянии до следующего дня. После этого экстракт отфильтровывают и упаривают в вакуумном ротационном испарителе или в выпаривательных чашках при температуре не

свыше 60-70°С. Особенно осторожно нужно удалять последние порции растворителя.

При исследовании более крупных проб экстракт необходимо очищать от жиров и других мешающих определению севина веществ. Навеска ткани 5-20 г (или даже более) экстрагируется аналогичным способом, но с применением больших количеств растворителя. Сухой остаток, после выпаривания экстрагена, смывают 20 мл метанола в делительную воронку, туда же добавляют 30 мл дистиллированной воды и 2-3 г хлористого натрия. Водно-спиртовый раствор 2-3 раза промывают петролейным эфиром. Затем севин дважды экстрагируют из водно-спиртового раствора 30-40 мл хлороформа. Хлороформ осторожно выпаривают в вакуумном ротационном испарителе или водяной бане с температурой не свыше 60°С. Последние порции хлороформа нужно удалять особенно осторожно и только при легком подогревании

Определение севина в молоке и крови. Молоко и кровь экстрагируют хлороформом. 10-20 мл молока вносят в колбу и затем туда же осторожно приливают 50 мл хлороформа и добавляют последовательно небольшими порциями безводный сернокислый натрий (из расчета 2-2,5 г на 2 мл молока). Экстрагируемая проба при этом осторожно перемешивается. После этого колбы ставят на шутель аппарата и встряхивают в течение часа. Содержимое фильтруется и фильтрат обрабатывается аналогично описанному выше способу.

Определение севина в моче. Мочу разводят 0,25 уксусной кислотой 1 к 1 или 1:2 и экстрагируют. Небольшие порции мочи (до 5 мл) лучше экстрагировать хлороформом. Хлороформ выпаривается, сухой остаток смывается гексаном или метанолом и наносятся на пластинки.

Определение севина в воде. Воду для анализа предварительно фильтруют. Затем 10-50 мл воды экстрагируют гексаном (или хлороформом). Экстрагент осторожно выпаривают до небольшого объема (0,5-1 мл) и наносят на хроматографические пластинки.

Обработка хромато грамм. Сухой остаток, после выпаривания растворителя смывается 1-0,5 мл гексана или метилового спирта

92

в пробирку и концентрируется слабым током теплого воздуха до необходимого объема. Затем весь раствор или его часть собирается микрошприцем или микропипеткой и наносится на хроматографические пластинки.

Хроматографирование производится на стандартных пластинках "Силуфол". Размер наносимого пятна не должен превышать 5 мм в диаметре. Точка старта расположена в 1,5-2 см от нижнего края пластинки. В качестве подвижного растворителя используется система, состоящая из 3-х частей гексана и 1 части ацетона. При такой системе растворителей R_f севина и 1-нафтола колеблется, в зависимости от серии пластинок и качества реактивов, в пределах 0,33-0,37 и 0,51-0,58 соответственно. После того, как подвижный растворитель поднимается на 8-10 см, пластинки вынимают из камеры, высушивают на воздухе и опрыскивают 15% раствором едкого калия в 60% спирте для гидролиза севина. Пластинки вновь просушивают на воздухе и опрыскивают для проявления препарата и продукта его метаболизма 1-нафтола-0,2% раствором соли прочный синий Б (или прочный красный ГГ). При этом на белом фоне проявляются четкие, компак. ные пятна определяемых веществ. В случае обработки пластинок солью прочный синий Б- красного, а прочный красный ГГ - синего цвета.

Окраска препарата стабильная и не теряет интенсивности в течение нескольких часов. Полуколичественное определение препарата на хроматограммах производится визуально, путем сравнения окраски опытных и контрольных (стандартных) образцов. Опытные и контрольные пробы желательно наносить на пластинки через одну (поочередно).

Данная методика позволяет определять севин и продукт его метаболизма 1-нафтол в очень небольших пробах. Следует учитывать, что при экстракции различных проб, экстрагируется и наносится на хроматограмму в среднем 75% содержащегося в тканях севина. Однако, несмотря на это, методика позволяет определять севин в количествах до 0,01-0,001мг/кг. анализируемого продукта.

Л-91892 от 23.9.77. Заказ 3824 Тираж 2800 Формат 60x84/16

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru