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

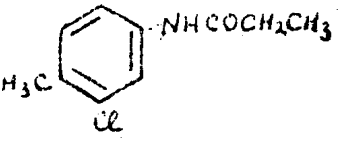
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРЕПАРАТА 650 В ЛУКЕ, МОРКОВИ, ТОМАТАХ.

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-метилпропионанилид.

Структурная формула:



Молекулярный вес 197.58; темп. плавления 94-96°С.

Растворимость, % вес., в воде нерастворим, этаноле - 47; метаноле - 48; циклогексаноне - 25; н-гексоле - 10; м-ксилоле - 21; хлороформе - 37; ацетоне - 50; толуоле - 21.

Препарат мало токсичен для теплокровных животных и человека. $ЛД_{50}$ 2000 мг/кг.

Принцип метода[x/]

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-метилпропионанилида непосредственно на хроматографической пластинке и обнаружении

[x/] Т.И.Пиленкова, А.Д.Фатьянова, Т.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 азосочетающегося реагентов.

Чувствительность метода 0.2-0.3 мг/кг. Минимально определяемое количество анилида 2-3 мкг в пробе.

Степень извлечения пестицида из пробы составляет 90% для томатов, 96% для лука и 92% для моркови.

Относительная погрешность среднего результата, найденная с надежностью 0.95, составляет для томатов ±3.34%, для лука ±5.27%, моркови ±8.99%.

Реактивы и растворы

Хлороформ "х.ч.", фарм.
Натрий сернокислый безводный "х.ч.", ГОСТ 4166-68;
Спирт этиловый, ТУ 5947-72
α-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 ст.активности, ТУ 2962-54
Кальций сернокислый "ч.д.а.", ГОСТ 3210-66. Сушится при температуре 150^{0}С в течение 6 ч. и просеивается через сито 100 меш
Хранится в банке с притертой пробкой
Натрий азотистокислый "х.ч.", ГОСТ 4197-66
Кальций хлористый плавленный
Реактив № I (диазотирующий): к смеси 46 мл воды и 4 мл соляной кислоты (конц.) добавляют I г натрия азотистокислого
Реактив № 2 (азосочетающий): в 50 мл воды растворяют 2.8 г гидрата окиси калия и добавляют 0.I г α - нафтола
Стандартный раствор 3-хлор-4-метилпропионанилида. Растворяют 0,05 г анилида 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
Пластинки стеклянные размером 90х120 мм
Камера для хроматографирования
Пульверизатор
Цилиндры мерные емкостью 5 и 50 мл
Эксикатор
Ступка фарфоровая
Вакуум-насос.

Приготовление пластинок тонким слоем.

На тщательно вымытые и высушенные стеклянные пластинки 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°С 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 склянки 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 (70–80г), 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 микропипетки 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°С в течение часа. Пластинку охлаждают до комнатной температуре и опрыскивают из пульверизатора сначала диазотирующим, а затем азосочетающим реактивами. При наличии в пробе 3-хлор-4-метилпропионанилида появляется красное 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 мг/кг
A – экспериментально найденное количество анилида, мкг
B – количество исследуемой пробы, г

Л-91892 от 23.8.77. Заказ 3824 Тираж 2600 Формат 60x84/16

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru