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.

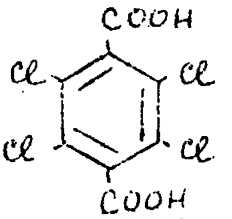
Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии. 185
Авторы: И.А.Антонова.

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДАКТАЛА В ВОДЕ, КАРТОФЕЛЕ, ПОЧВЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Характеристика препарата

Дактал (ДАС-893)- довсходовый гербицид, применяющийся в виде 75% и 50% смачивающегося порошка или 2,5 и 5% гран. Действующим началом препарата является диметиловый эфир 2,3,5,6-тетрахлортерефталевой кислоты.



Белое кристаллические вещество с Т.пл.156°С. Препарат растворим в ацетоне, бензоле, гексане, спирте, растворимость в воде составляет 0,5 мг/л.

Как довсходовый гербицид дактал эффективен против однолетних злаков для кормовых и овощных культур, а также в плодовых насаждениях. Используется также для борьбы с ползучими сорняками.

Острая пероральная токсичность ($ЛД_{50}$) дактала для самцов белых крыс более 3 г на I кг живого веса. Острая кожная токсичность для белых кроликов превышала 10 г на I кг живого веса.

Принцип метода.[x]

Метод заключается в экстракции препарата из образца органическими растворителями (ацетон, гексан), очистке путем перераспределения между несмешивающимися растворителями (гексаном и ацетонитрилом) с последующим пропусканием экстракта через колонну, заполненную окисью алюминия.

---

[x] К.И.Пашкевич, В.Е.Кириченко, И.Я.Постовский, Т.В.Пластинина. Утверждено 20 декабря 1976г., № 1538-76г.

Конечное определение производится на хроматографе Цвет-5 с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР). Метод проверен на пробах воды, картофеля и почвы. Чувствительность метода составляет 0.002 мг/кг, при использовании в качестве газа-носителя азота особой чистоты и 0.01 мг/кг – аргона.

Реактивы и растворы.

Ацетон, х.ч. перегнанный

Н-гексан, х.ч. перегнанный

Ацетонитрил ч. перегнанный

Натрий сернокислый, ч.д.а. прокаленный

Окись алюминия для хроматографии II степени активности фирмы „Reanal"

Стеклоната.

Стандартные растворы препаратов в ацетоне и гексане в концентрации 5.10^{-5} мг/мл, 1.10^{-4} мг/мл, 2.10^{-4} мг/мл, $2.5.10^{-4}$ мг/мл.

Приборы и посуда

Хроматограф Цвет-5 с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР).

Баллон с азотом особой чистоты с содержанием кислорода $\leq$ 0,001% и влаги $\leq$ 0,03%.

Секундомер.

Микрошприц на 10 мкл.

Стеклянные хроматографические колонки 250х18 мм.

Ротационный испаритель типа ИР-1

Сушильный шкаф

Стеклянные U -образные колонки для хроматографа 1 м х 3 мм

Прибор для перегонки растворителей

Набор пипеток

Колбы мерные на 50 и 100 мл

Цилиндры мерные на 50 и 250 мл

Круглодонные колбы на 100 и 500 мл.

Делительные воронки на 250 и 500 мл.

Экстракция, очистка экстрактов и количественное определение диктола

Вода. Из 100 мл воды диктол экстрагируют двумя порциями н-гексана (100 и 50 мл), встряхивая смесь в делительной воронке 3–5 мин, экстракты объединяют, сушат над сульфатом натрия в течение 15–20 мин и отгоняют растворитель на ротационном испарителе до объема 30 мл после чего раствор заливают на колонку, заполненную окисью алюминия.

Смывают колбу 5 мл н-гексана, который также заливают на колонку. Элюирование проводят 55 мл смеси гексан-ацетон 9:1, не допуская понижения уровня жидкости ниже верхнего слоя адсорбента.

Полученный раствор упаривают в колбе досуха, добавляют 5 мл гексана пипеткой 5 мкл полученного раствора вводят в газовый хроматограф и проводят расчет содержания гербицида определением площади пика, при обязательном определении содержания в холостой пробе.

Картофель. К 100 г мелко натертого картофеля добавляют 200 мл ацетона и периодически встряхивают в течение 20–30 мин. Массу отфильтровывают под вакуумом и промывают на фильтре 50 мл ацетона. Полностью отгоняют ацетон на ИР-1. Водный экстракт помещают в делительную воронку и экстрагируют гербицид двумя порциями (100 и 50 мл) н-гексана. Гексановый экстракт упаривают досуха, добавляют 30 мл ацетонитрила и ацетонитрильный экстракт промывают в делительной воронке тремя н-гексановыми порциями по 15 мл. Ацетонитрильный слой упаривают досуха на ИР-1 и к остатку добавляют 30 мл гексана.

Гексановый раствор пропускают через колонку с окисью алюминия и дальнейшее определение проводят, как описано выше для воды.

Почва. К 100 г почвы добавляют 50 мл воды. Проводят экстракцию ацетоном (150 мл) в течение 20–30 мин. при периодическом встряхивании. Суспензию отфильтровывают, промывают почву на фильтре 50 мл ацетона и 50 мл воды последовательно. Отгоняют полностью ацетон. Далее очистку и определение проводят, как описано выше для картофеля и воды.

Условия хроматографирования.

Хроматограф марки Цвет-5 или аналогичный прибор с детектором постоянной скорости рекомбинации. Рабочая шкала электрометра (ДПР) – $1{,}0 \times 10^{-10}$ а.
Скорость протяжки ленты самописца 0,7 см/мин.
Длина стеклянной колонки 1 м и внутренний диаметр – 3 мм.
Колонка заполнена хроматоном N-AW-ДМСS (0,16 – 0,20 мм) с 5% метилсиликона SE-30.
Температура колонки 200°С, детектора – 230°, испарителя – 250°С.
Скорость газа-носителя азота – 30 мл/мин, поддув детектора – 150 мл/мин.
Испаритель вводят 5 мкл раствора, Время удерживания дактала относительно гексахлорбензола – 2 мин. 9 сек.
Абсолютное время удерживания гексахлорбензола – 1 мин. 25 сек.

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

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru