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.

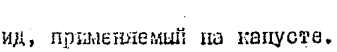
Методические рекомендации по определению препарата Депра в воде и растительном материале. 181
Авторы: И.И.Пиленкова, А.Д.Фатьянова.

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 ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ НИТРОХЛОРА В КАПУСТЕ И ВОДЕ МЕТОДОМ ГЖХ С ДЕТЕКТОРОМ ПО ЗАХВАТУ ЭЛЕКТРОНОВ

Нитрохлор – предуходовый гербицид, применяемый на капусте. Действующее начало препарата 2,4-дихлорфенил-п-нитрофениловый эфир. Другие встречающиеся названия NJP, Tok-Nip, FW 925, нитрофен.



Нитрохлор хорошо растворим в бензоле, ацетоне, четыреххлористом углероде, хуже в спиртах. Растворимость в воде при 25°С – 0.8 мг/л. Т.пл. 70-71°С. Препарат малотоксичен для теплокровных. $ЛД_{50}$ для крыс 3050±500 мг/кг, для кроликов 1630±420 мг/кг. Предельно-допустимая концентрация нитрохлора в продуктах питания и воде еще не установлена.

Принцип метода[x/]

Метод определения нитрохлора в капусте основан на извлечении гербицида из анализируемого образца ацетоном с последующим перераспределением из ацетоно-водной среды в гексан, очистке экстракта микросублимацией в вакууме и определении методом ГЖХ с детектором по захвату электронов. Из воды нитрохлор извлекают гексаном и без очистки экстракта определяют методом ГЖХ. Чувствительность определения составляет для капусты 0,02 мг/кг, для воды 0,0002 мг/л. Процент определения 84.5–100.0% и 80.0±10Q.0% соответственно. Прочие ХОП (ТХЦГ, гептахлор, пп'ДДЭ; оп'ДДД, оп'ДДТ) определению не мешают.

Реактивы и растворы

Растворители: ацетон, гексан, марки х.ч. свежеперегнанные, Na_2SO_4 безводный.

Chromaton-N-AW-ДМСС, пропитанный 5% метилсиликона SE-30, с размером частиц 0,160-0,200 мм.

---

x/ Метод разработан во ВНИИ химических средств защиты растений Новиковой К.Ф., Лещинской Л.И. Утвержден 20 декабря 1976г., № 1539-76.

NaCl, х.ч.

Приборы и посуда

Газожидкостной хроматограф марки ЛХМ-8МД с дополнительной приставкой с анодным питанием, снабженный детектором по захвату электронов.
Хроматографическая колонка длиной 150 см и внутренним диаметром 3,5 мм.
Аппарат для встряхивания.
Ротационный вакуумный испаритель.
Прибор для сублимации в вакууме.
Колбы плоскодонные емкостью 450 мл.
Делительные воронки на 500 мл и 1,5 л.
Колбы плоскодонные емкостью 750 мл.
Пробирки на 10 мл с притертыми пробками.
Микробюретки на 10 мл.
Пипетки на 10 мл, 1 мл, 0,1 мл.

Ход анализа.

В капусте: Навеску измельченной капусты (25г) помещают в плоскодонную колбу емкостью 500 мл, добавляют 200 мл ацетона и с помощью механического встряхивателя экстрагируют нитрохлор в течение 30 мин. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку емкостью 1,5 л. Экстракцию ацетоном повторяют еще два раза тем же количеством растворителя. К объединенному ацетоновому экстракту добавляют 600 мл воды и экстрагируют нитрохлор гексаном, порциями по 100 мл три раза. Объединенный гексановый экстракт в течение нескольких минут сушат над безводным сульфатом натрия, после чего фильтруют в колбу прибора для отгонки растворителя. Концентрируют раствор до объема 1-2 мл, остаток количественно переносят в патрон сублиматора и после удаления растворителя на горячей водяной бане, сублимируют нитрохлор на кипящей водяной бане при давлении 0,15 мм рт.ст. в течение 20 мин. После окончания сублимации нитрохлор смывают спиль-

ца сублиматора 10-15 мл ацетона впробирку с притертой пробкой. Удаляют ацетон на горячей водяной бане, следы растворителя отдувают слабым током воздуха. К сухому остатку пипеткой добавляют 10 мл гексана. Пробирку закрывают притертой пробкой, тщательно перемешивают ее содержимое и вводят в хроматограф 2 мкг полученного раствора.

В воде. 200 мл анализируемого образца воды помещают в делительную воронку емкостью 500 мл, добавляют 1 чайную ложку соли и экстрагируют нитрохлор гексаном порциями два раза по 100 мл и два раза по 50 мл. Объединенный гексановый экстракт сушат над безводным сульфатом натрия, пропускают через бумажный фильтр и концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя досуха. К сухому остатку пипеткой добавляют 2 мл гексана. Колбу закрывают притертой пробкой, тщательно ополаскивают растворителем стенки колбы и вводят в хроматограф 5 мкл полученного раствора.

Условия хроматографирования.

Хроматограф марки ЛХМ-8МДП с дополнительной приставкой с анодным питанием, снабженный ДЭЗ.
Источник радиоактивности Ni^{63}.
Напряжение, подаваемое на детектор 100 V
Рабочая шкала электрометра 3x1
Скорость протяжки ленты самописца 1 см/мин.
Длина стеклянной колонки 150 см, внутренний диаметр 3,5 мм.
Колонка заполнена chromaton N-AW-DMCS, пропитанным 5% SE-30 (0,160-0,200 мм).
Температура колонки 220°, детектора 240°, испарителя 200°С.
Скорость газа-носителя N_2 - 60 мл/мин., для поддува детектора 100 мл/мин.
В испаритель вводят 2-5 мкл рабочего раствора в гексане
Время удерживания нитрохлора 3,4 мин.
Линдан, гептахлор, пп'ДДЕ, пп'ДДД и пп'ДДТ определению не мешают, т.к. в этих условиях имеют время удерживания 0.7; 0.8;

1.5; 3.0; 3.8; 4.9 мин.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков.

Минимально детектируемое количество 0,05 нг. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,05 до 2,00 нг.

Если при введении в хроматограф 3-5 мкл получаются слишком большие пики или происходит "зашкаливание", готовят менее концентрированные растворы путем добавления замеренного количества растворителя.

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

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru