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.

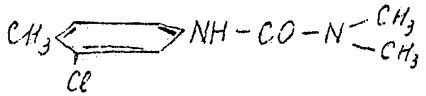
Методические рекомендации по определению препарата Депра в воде и растительном материале. 181
Авторы: И.И.Пиленкова, А.Д.Фатьянова.

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 ДИКУРАНА
В СЫРЬЕ МАКА МАСЛИЧНОГО.

Краткая характеристика препарата.



N-/ 3-хлор-4-метилфенил/- N, N,-диметилмочевина - белое кристаллическое вещество с температурой плавления 140-142°. В воде растворяется слабо / 10 мг на 1 л /, хорошо в органических растворителях - ацетоне, спирте, ацетонитриле.

Принцип метода.[x/]

Метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы органическим растворителем, отгонке растворителя и последующем хроматографировании в тонком слое окиси алюминия.

Зоны локализации гербицида обнаруживаются после термического разложения препарата до ароматического амина, диазотированием последнего нитритом натрия и азосочетанием солей производных фенилдиазония с 1-нафтолом.

Чувствительность метода 5-10 мкг в пробе.

Процент определения составляет 70-75.

Реактивы и растворы.

Ацетонитрил хч перегнанный

н-Гексан, хч - перегнанный

Хлороформ, хч - перегнанный

Калий едкий, хч

Кальций сернокислый, чда. Реактив высушивают в сушильном шкафу при температуре 150°С в течение 24 часов. Хранят в банке с притертой

---

x/ Пушкина Г.Н., Букина Н.В., Всесоюзный научно-исследовательский институт лекарственных растений, утвержден 20 декабря, №1556-76.

пробкой.

Кислота серная, концентрированная

Кислота соляная, концентрированная

Натрий азотистокислый, чда

Натрий едкий, 50% раствор

I-нафтол, чда

Селикагель КСК

Окись алюминия для хроматографии

Стандартный раствор дикурана с содержанием 200 мкг/мл готовят из химически чистого препарата, растворяя его в спирте.

Проявляющий реактив № I. К смеси 46 мл воды и 4 мл соляной кислоты / уд.вес I,I9/, прибавляют I г нитрита натрия.

Проявляющий реактив № 2. 2,8 г едкого калия растворяют в 50 мл воды и добавляют 0,I г I-нафтола.

Примечание: Оба раствора применяются свежеприготовленными.

Приборы и посуда.

Баня водяная.

Весы аналитические.

Весы технические

Воронки делительные

Воронки химические

Камеры для хроматографирования

Камеры для опрыскивания

Колбы конические, емкостью I00-250 мл

Колбы мерные I00 мл

Мельница для размола образцов

Прибор для отгонки растворителя

Прибор для отгонки растворителя с набором колб

Пульверизатор стеклянный

Фильтры бумажные

Шкаф сушильный

Микропипетки

Колонки стеклянные 2 х 25 см

Шкаф сушильный

Пластинки стеклянные I3 х I8 см

Эксикатор

Приготовление хроматографических пластинок

Для приготовления сорбента I00 г окиси алюминия смешивают с I0 г сернокислого кальция, добавляют I50 мл воды и встряхивают I5-20 мин. Полученную смесь наносят на 20 - 22 пластинки /размером I3 х I8 /, сушат в течение ночи при комнатной температуре, хранят в эксикаторе над слоем осушителя.

Ход анализа.

а/ экстракция дикурана из пробы:

№ I. семена мака масличного

I0 г анализируемой пробы измельчаем на мельнице и заливаем на ночь 50 мл ацетонитрила. Экстракт отфильтровываем, а пробу промываем дважды 20 мл ацетонитрила. Промывную жидкость объединяем с экстрактом. Полученный экстракт пропускаем через колонку, заполненную селикагелем и окисью алюминия / II степень активности/ в соотношении 3:I на высоту 20 см. Колонку предварительно промываем 30 мл ацетонитрила. После прохождения фильтрата, колонку промываем 3 раза по I5 мл ацетонитрила. Элюат собираем в колбу для отгонки растворителя и отгоняем досуха. Оставшийся сухой остаток растворяем в I-2 мл спирта.

2. Коробочки мака масличного.

I0-20 г воздушно-сухой пробы измельчаем на мельнице и заливаем на ночь 50 мл хлороформа. Экстракт отфильтровываем, растворитель отгоняем досуха. К сухому остатку прибавляем 3-4 мл концентрированной серной кислоты и оставляем на 30-60 мин. Затем добав-

лем 50 мл воды, нейтрализуем и подщелачиваем 8-10 мл 50% водного раствора едкого натрия. Смесь охлаждаем и трижды экстрагируем н-гексаном, порциями по 20 мл. Экстракты объединяем, высушиваем и отгоняем растворитель досуха. Сухой остаток растворяем в 1-2 мл спирта.

Хроматографирование.

Спиртовой раствор остатка наносим на хроматографическую пластинку /0,1 мл/. Рядом с пробами наносим стандартные растворы анализируемого препарата. Пластинку с пробами помещаем в камеру для хроматографирования: заполненную серным эфиром. После того, как фронт растворителя поднимется на 14 см, пластинку вынимаем из камеры, отмечаем линию фронта и оставляем на воздухе для испарения растворителя. Затем пластинку помещаем в сушильный шкаф с температурой 160-170°С на 30 мин. После охлаждения, пластинку опрыскивают проявляющим реактивом 1 и 2. При наличии препарата в пробе на хроматограммах проявляются красные пятна. $Rf = 0,68 \pm 0,01$.

Количественное определение производим путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов.

Расчет результатов анализа

Количество дикурана в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P} \cdot 1000,$$

где: X - содержание дикурана в анализируемой пробе, мг/кг

A - количество пестицида, найденное путем сравнения со стандартами, в мкг

P - навеска исследуемой пробы в г.

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

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru