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.

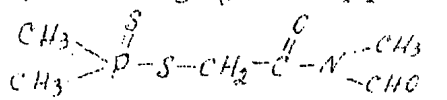
Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии. 185
Авторы: И.А.Антонова.

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНТИО И ФОСФАМИДА В КОРМАХ

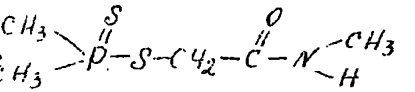
Характеристика препаратов

Антио (формотион) –О,О-диметил–S–(N–метилформилкарбамоилметил) дитиофосфат



Антио хорошо растворим в спирте, эфире, хлороформе, ацетоне, в растворителях ароматического ряда; плохо растворим в предельных углеводородах и воде, устойчив в неполярных растворителях, неустойчив в щелочной среде. Препарат выпускается в виде 25%-ного эмульгирующего концентрата и является высокоэффективным инсектицидом-акарицидом контактного и системного действия. Он широко применяется в сельском хозяйстве для защиты различных культур хлопок, рис, хлебные злаки, цитрусовые, фруктовые, картофель, свекла и др. от сосущих и грызущих вредителей. В организме животных, а также на обработанных культурах антио под действием УФ-света и высокой температуры превращается в более токсичное соединение-фосфамид.

Фосфамид (рогор, диметоат, Би-58) –О,О-диметил–S–(N–метилкарбамоилметил) дитиофосфат



В чистом виде фосфамид представляет собой белое кристаллическое вещество с температурой плавления 51–52°С. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей, в воде (39 г/л), но плохо растворим в предельных углеводородах. Фосфамид как и антио также широко используется в сельском хозяйстве на тех же культурах против различных вредителей.

Принцип метода[x/]

Метод основан на извлечении антио и фосфамида из кормов хлороформом; очистке экстрактов от коэкстрактивных веществ перераспределением в несмешивающихся растворителях; концентрировании экстрактов и хроматографировании в тонком слое силикагеля в подвижной фазе: хлороформ–ацетон (9:1). Обнаружение антио и фосфамида производят аммиачно-ацетоновым раствором азотнокислого

---

x/ Разработан А.Ф.Конюховым во Всесоюзном институте экспериментальной ветеринарии, Москва.
Утвержден 20 декабря 1976 г., № 1547-76

серебра с предварительной обработкой хроматограмм раствором щелочи. Чувствительность метода–0,2 мг/кг, процент определения в среднем составляет 86 ± 13.

Реактивы и растворы

1. Ацетон
2. Хлороформ
3. Едкий натр или едкое кали
4. Серебро азотнокислое, х.ч.
5. Силикагель марки КСК
6. Гипс
7. Сульфат натрия безводный
8. Антио-90%
9. Фосфамид-96%
10. Аммиак 25%-ной концентрации уд.вес 0,9
11. Стандартные ацетоновые растворы антио и фосфамида, содержащие 100 мкг/мл действующего вещества

Проявляющие реактивы

1. 20%-ный раствор едкого натра или кали.
2. Аммиачно-ацетоновый раствор азотнокислого серебра. 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, приливают 5 мл аммиака 25%-ной концентрации и доводят объем раствора до 100 мл ацетоном.

Приборы и посуда

Хроматографическая камера (можно использовать эксикатор)
Весы аналитические
Делительные воронки на 150 мл
Пульверизаторы
Шуттель-аппарат
Шприцы медицинские на 1 мл
Фильтры бумажные
Чашки фарфоровые выпарительные на 20 и 100 мл
Водяная баня
Стеклянные пластинки 9х12 см
Конические колбы с притертыми пробками на 150 и 200 мл
Воронки для фильтрования
Мерные пипетки на 2,5 и 10 мл

Микропипетки
Сушильный шкаф
Фарфоровая ступка
Сито на 100 меш
Мельница для измельчения гранулированного силикагеля
Стеклянные палочки
Камера для опрыскивания хроматограмм

Приготовление пластинок с тонким слоем сорбента

Стеклянные пластинки размером 9х12 см моют хромовой смесью, затем водопроводной и дистиллированной водой и сушат в вертикальном положении. Сухие пластинки перед нанесением сорбционной массы протирают спиртом или эфиром. Для приготовления сорбционной массы берут 35 г силикагеля КСК, просеянного через сито 100 меш, 2 г гипса, 90 мл дистиллированной воды и все переносят в коническую колбу с притертой пробкой и встряхивают в течение 15 минут. Приготовленную массу в количестве 10 г (2 чайные ложки) наносят на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Пластинки сушат в течении 16-20 часов при комнатной температуре в горизонтальном положении. Готовые пластинки хранят в эксикаторе.

Ход определения

Исследуемую пробу кормов (сено, картофельная и морковная ботва, листья капусты, свекла, картофель, овес, ячмень, комбикорма и т.д) измельчают, отбирают по 10 г, помещают в коническую колбу и заливают 40мл хлороформа и экстрагируют встряхиванием дважды в течение 30 и 3 минут.

Экстракты отделяют фильтрованием через бумажный фильтр в фарфоровую выпарительную чашку, объединяют и концентрируют без нагрева в вытяжном шкафу досуха.

Для извлечения антио и фосфамида из сухого остатка проводят экстрагирование дистиллированной водой четырежды порциями по 2 мл, тщательно растирая остаток стеклянной палочкой. Экстракты собирают через бумажный фильтр в делительную воронку, объединяют и пестициды экстрагируют из водного раствора хлороформом дважды порциями по 10 мл, встряхивая в течение минуты.

Хлороформные экстракты сливают в фарфоровую выпарительную чашку через фильтр с безводным сульфатом натрия, объединяют и выпаривают досуха как описано выше.

Сухой остаток растворяют в 0,2 мл хлороформа и с помощью медицинского шприца или микропипетки наносят на пластинку со слоем сорбента. Эту процедуру выполняют трижды.

Для идентификации пятен ядохимикатов и их количественной оценки на ту же пластинку наносят стандартные растворы антио и фосфамида, содержащие предполагаемые количества в пробе и пластинку помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой: хлороформ-ацетон (9:1).

После подъема фронта растворителя на 10 см от линии старта, пластинку вынимают и сушат в вытяжном шкафу до испарения растворителя. Для обнаружения пестицидов хроматограмму опрыскивают из пульверизатора до насыщения слоя сорбента 20%-ным раствором едкого натра или едкого кали и помещают на 5 минут в сушильный шкаф при температуре 100°С.

После охлаждения пластинку опрыскивают аммиачно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра и опять помещают в сушильный шкаф на 10 минут при той же температуре.

На белом фоне пластинки антио и фосфамид проявляются в виде темно-серых пятен с R_f = 0,72 ± 0,03 для антио и R_f = 0,45 ± 0,03 для фосфамида.

Количественное определение пестицидов проводят путем визуального сравнения интенсивности окраски пятен пробы и их величины с пятнами стандартных растворов.

Содержание ядохимикатов (X) в мг/кг расчитывают по формуле:

$$X = \frac{A}{B}$$, где:

A-количество ядохимиката, найденное путем сравнения со стандартными пятнами (мкг);

B-вес исследуемой пробы (г).

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

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru