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.

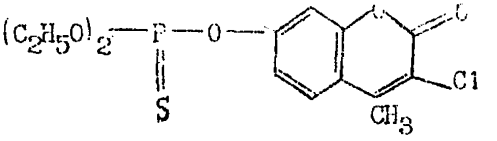
Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии. 185
Авторы: И.А.Антонова.

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

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОРАЛА В ВОДЕ И БИОСУБСТРАТАХ*

К О Р А Л /О,О-Диэтил-О- /3-хлор-4-метилкумаринил-7 /-тиофосфат /

Синонимы: Байер 21/199, азунтол, кумафос, резитокс, мускатокс



Мол. вес 362,77

В чистом виде представляет собой твердые кристаллы с температурой плавления 90-92°С. Хорошо растворим в ароматических углеводородах, спиртах, кетонах, хлороформе, ацетонитриле. В воде при комнатной температуре /20°/ растворяется до 200 мг/л корала, при кипячении растворимость его повышается до 450 мг/л. Выпускается в виде смачивающихся порошков и концентрата эмульсии.

Принцип метода

Метод основан на извлечении корала из пробы органическим растворителем, очистки экстракта ацетонитрилом и последующем хроматографическим определением в тонком слое силикагеля. Обнаружение препарата производится по реакции азосочетания с диазотированным п-нитроанилином.

Предел обнаружения составляет 0,3 мкг в пробе.

---

* Методические рекомендации разработаны О.С.Кухтиной, Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, Киев, утверждены 20 декабря 1537-76.

Реактивы и растворы

1. Силикагель марки КСК с размером частиц, проходящих через сито 100 меш.

2. $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ просушивают в сушильном шкафу при 150-160°С в течение 6 часов или медицинский гипс, высушенный в течение 3-4 часов при 100-110°С.

3. Хлороформ

4. Ацетонитрил

5. 1,0 *N* раствор едкого калия в смеси метилового и бутилового спиртов 1:1

6. 1 % раствор п-нитроанилина в 0,1 *N* соляной кислоте

7. 4 % водный раствор азотнокислого натрия

Перед самым опрыскиванием пластинок растворы 6 и 7 смешиваются в соотношении 1:10.

Посуда и оборудование

1. Колбы конические на 100 и 700 мл.
2. Колба мерная на 100 мл
3. Воронки делительные на 50, 100 и 250 мл.
4. Ступки и чашки фарфоровые.
5. Колбы грушевидные на 100 мл на шлифах
6. Прибор для отгонки растворителя /ротационный испаритель/
7. Пульверизатор стеклянный для опрыскивания пластинок
8. Камера для хроматографирования
9. Цилиндры мерные на 10, 50, 100 и 200 мл
10. Микропипетки на 0,1 мл
11. Шприц медицинский на 1 мл
12. Шкаф сушильный

Приготовление пластинок

Пластинки размером 9 х 12 см или 18 х 24 см моют раствором хромовой смеси, промывают проточной водой, затем дистиллированной водой и сушат.

Взвешивают 14 г силикагеля и 1,5 г медицинского гипса или сернокислого кальция. Растирают навески в фарфоровой ступке,

переносят смесь в широкогорлую колбу на 100 мл и небольшими порциями вносят 40 мл дистиллированной воды. Колбу встряхивают до первых признаков загустевания массы.

На пластинку 9 х 12 наносят одну чайную ложку массы, на пластинку 18 х 24 – две чайные ложки массы. Сушат при комнатной температуре не менее 12 часов. Хранят в эксикаторе над безводным $CaCl_2$.

Определение корала в воде

Экстракция. Экстрагируют корал из 200 мл воды хлороформом трижды, беря 50, 40 и 30 мл растворителя и встряхивают по 15 мин. на механическом встряхивателе. Воду отделяют от хлороформного экстракта. Экстракты объединяют, перенося в коническую колбу и сушат в течение 20–30 минут безводным сернокислым натрием. Количество экстракта замеряют и для определения берут либо весь экстракт, либо часть его, содержащую не менее 0,2 мкг корала.

Экстракт испаряют на водяной бане с температурой 50–55°С и слабым разрежением воздуха, либо прямо под вытяжным шкафом при комнатной температуре, оставляя для нанесения на пластинку 0,2–0,3 мл.

Хроматографирование

Экстракт при помощи микропипетки наносят на пластинку. Расстояние точек нанесения от нижнего и бокового края пластин составляет не менее 15 мм, расстояние между точками нанесения – 20 мм.

Стандартные растворы наносятся микропипеткой справа и слева от нанесенной пробы так, чтобы один стандарт содержал концентрацию корала более, а другой менее предполагаемого в пробе количества.

Пластинку с нанесенными пробами и стандартами опускают в камеру, насыщенную парами смеси подвижного растворителя, состоящего из циклогексана, хлороформа, ацетона в соотношении 0,5:8, 5:1. При подъеме фронта подвижного растворителя на 10 см пластинку вынимают из камеры и оставляют в вытяжном шкафу пока не испарится растворитель. Затем пластинку опрыс-

кивают 1,0 мл спиртовым раствором КОН, после испарения смеси спиртов пластинку помещают в сушильный шкаф при температуре 160°С на 5-8 мин. Затем ее опрыскивают смесью проявляющих реактивов, в результате чего появляются розовые пятна при малой концентрации пестицида. При содержании корала в пробе свыше 8-10 мкг - пятна красного цвета. Количественная оценка производится визуально путем сравнения со стандартами. Величина R_f корала 0,5-0,62. Чувствительность реакции при нанесении на пластинку корала /стандарта/ - 0,2 мкг.

Определение корала в биологических тканях

Экстракция. а/ Жировая ткань, мозг; навеску / 1 г / заливают 10 мл н-гексана и растирают в фарфоровой ступке с 2 г безводного сернокислого натрия в течение 5 мин. Экстракт сливают в пробирку для отсасывания через воронку с фильтром, остаток вторично растирают с 5 мл н-гексана и получившуюся кашицу переносят в воронку с фильтром, расположенную над пробиркой для отсасывания. Жидкость отсасывается, а остатки ткани промываются 1 мл н-гексана. Экстракт переносят в делительную воронку на 50 мл и трижды экстрагируют ацетонитрилом по 5 мин. с 6 мл ацетонитрила.

Объединенные ацетонитрильные экстракты переносят в делительные воронки на 100 мл, в которые предварительно внесено по 50 мл. воды. Экстрагируют трижды гексаном /30, 30 и 20 мл/. Объединенные гексановые экстракты сушат над 1 г безводного сернокислого натрия. Замеряют количество полученного экстракта. Для работы испаряют весь экстракт или часть его. Дальнейший ход исследования соответствует определению корала в воде.

б/ Скелетные мышцы, мышцы сердца, печень, почки, легкие, селезенка, стенки тонкого и толстого кишечника, желудка: навеску /1 г / тщательно измельчают, растирают с сернокислым натрием в фарфоровой ступке. Заливают 5 мл ацетона и еще растирают 2 мин. Экстракт сливают в пробирку для отсасывания через воронку с фильтром. Остатки ткани вторично растирают с 5 мл ацетона, сливая экстракт в пробирку для отсасывания. Аналогичную операцию производят дважды, беря по 5 мл бензола. Оставшуюся в ступке кашицу переносят на фильтр воронки, расно-

ложенной над пробиркой для отсасывания и промывают 5 мл ацетона. Объединенный ацетоно-бензольный экстракт сушат над безводным сернокислым натрием и замеряют его количество. Дальнейший ход исследования соответствует определению корала в воде.

б/ Щитовидная железа, надпочечники: органы взвешивают, растирают с безводным сернокислым натрием, переносят в колбочки на 25 мл и заливают 5 мл ацетона. Туда же добавляют через 5 мин. 5 мл бензола. 5 мл экстракта упаривают до 0,2 -0,3 мл. Это количество экстракта наносят на пластинку. В дальнейшем ход анализа соответствует ходу анализа по определению корала в воде.

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

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru