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.

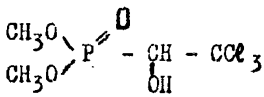
Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии. 185
Авторы: И.А.Антонова.

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРОФОСА И ФОСФАМИДА В ПЛОДАХ ШИПОВНИКА МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

Краткая характеристика препаратов

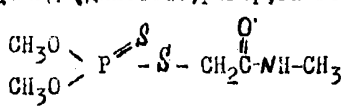
Хлорофос (трихлорфон, диптерекс, нэгувон, дилокс, тугон, Байер Л-13/59)



Мол.вес 257.45

0,0-Диметил -(1-окси-2,2,2-трихлорэтил)фосфонат (хлорофос) - белый кристаллический порошок; растворимость (в г на 100 г): в воде 12,3, бензоле 15,2, хлороформе 75. Трудно растворим в парафиновых углеводородах. Т.пл. 73-74°С, давление паров хлорофоса при 20°С составляет $7,8.10^{-6}$ мм рт.ст., летучесть при 20°С 0,11 мг/м^3. Хлорофос устойчив в кислой среде и быстро гидролизуется в щелочной.

Фосфамид (диметоат, рогор, Би-58, фостион ММ, роксион, перфектион)



Мол.вес 229,2

0,0 - Диметил-*S*- (*N*- метилкарбамоилметил)дитиофосфат (фосфамид) - белоснежное кристаллическое вещество; т.пл. 49-51°С, давление пара при 20°С составляет $8,5.10^{-6}$ мм рт.ст., летучесть 0,107 мг/м^3. Хорошо растворим в воде и большинстве органических растворителей, но в парафиновых углеводородах растворим плохо. Легко гидролизуется водными щелочами, относительно устойчив в слабокислой среде.

Принцип метода x)

Метод основан на экстракции пестицидов из анализируемого объекта хлороформом, очистке экстракта с последующим определением методом тонкослойной хроматографии в системе ацетон-гексан(1:1) для хлорофоса, в системе хлороформ-ацетон-гексан (3:1:1) для фосфамида

---

x) Г.И.Крамаренко - ВНИИ лекарственных растений, Москва, утвержден 20 декабря, № 1561-76.

на чешских пластинках " Silufol ".

Хлорофос обнаруживается после опрыскивания пластинок раствором резорцина с карбонатом натрия с последующим нагреванием при 100°С в течение 3-5 минут, либо после опрыскивания пластинок смесью азотнокислого серебра и бромфенолового синего с последующей обработкой пластинок уксусной или лимонной кислотой.

Фосфамид обнаруживается после опрыскивания пластинок раствором хлористого палладия, либо раствором азотнокислого серебра и бромфенолового синего с последующим отбеливанием пластинок уксусной или лимонной кислотой.

Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов.

Чувствительность метода 0,15-0,20 мг/кг. Процент определения 75-80%.

Реактивы и растворы.

Хлороформ (перегнанный) х.ч.
Ацетон х.ч. -"-
И-Гексан х.ч. -"-
Натрий сернокислый х.ч. безводный
Активированный уголь марки БАУ
Уксусная кислота х.ч.
Лимонная кислота х.ч.
Чешские пластинки " "
Бромфеноловый синий х.ч.
Хлористый палладий х.ч.
Азотнокислое серебро х.ч.
Резорцин х.ч.
Карбонат натрия х.ч.
Стандартный раствор хлорофоса и фосфамида (10 мг препарата в 100 мл ацетона)

Проявляющие реактивы

№ 1. 2% раствор резорцина и 10% водный раствор карбоната натрия. Перед опрыскиванием растворы смешивают в отношении 2:3.
№ 2. 0,2% раствор хлористого палладия
№ 3. 1% водный раствор азотнокислого серебра;
0,05% раствор бромфенолового синего в 50% этиловом спирте.

Перед употреблением смешивают в отношении I:I
5% водный раствор уксусной или 2,5% лимонной кислоты для отбеливания.

Приборы и посуда

Колбы конические на 250 и 500 мл с притертыми пробками
Делительные воронки на 250 мл
Аппарат для встряхивания
Прибор для отгонки растворителя под вакуумом с набором грушевидных колб
Электрическая водяная баня
Водоструйный насос
Пульверизатор стеклянный
Микропипетки (микрошприцы)
Камера для хроматографирования
Сушильный шкаф

Ход анализа

20г измельченных воздушно-сухих плодов шиповника заливают 80 мл хлороформа и экстрагируют на аппарате для встряхивания 1,5-2 часа. Хлороформный экстракт отделяют от растительной массы через бумажный фильтр, фильтрат собирают в колбу. Растительную массу на фильтре трижды промывают хлороформом по 20-30 мл. Промывные порции хлороформа объединяют с фильтратом и хлороформ отгоняют досуха на водяной бане. Сухой остаток обрабатывают 3-4 раза дистиллированной водой (по 10 мл), фильтруют через бумажный фильтр "синяя лента". Фильтрат собирают в делительную воронку. Из водного раствора фосфамид экстрагируют хлороформом трижды равным объемом. Хлороформные экстракты собирают вместе, сушат их безводным сернокислым натрием, добавляют активированный уголь (0,3-0,5г), перемешивают и через 15-20 минут отфильтровывают. Растворитель отгоняют до минимального объема (0,2 мл).

Хроматографирование

Остаток количественно наносят в одну точку на чешскую пластинку "*Silufol*", рядом наносят серию стандартных растворов препарата.

Пластинки с нанесенными пробами помещают в хроматографическую камеру с системой растворителей: ацетон-гексан (I:I) при определе-

нии хлорофоса и хлороформ-ацетон-гексан (3:1:1) при определении фосфамида. После поднятия фронта подвижного растворителя на 10-12 см пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе и повторно хроматографируют в той же системе. После вторичного хроматографирования пластинку высушивают и обрабатывают проявляющим реактивом.

При определении хлорофоса пластинки обрабатывают проявляющим реактивом № 1 или № 3. При обработке пластинок проявляющим реактивом № 1 пластинку помещают в сушильный шкаф на 3-5 минут при температуре 100°С, хлорофос проявляется в виде оранжевых пятен. При обработке пластинок проявляющим реактивом № 3 пластинку помещают в сушильный шкаф при t 120° на 20 минут, а затем отбеливают раствором уксусной или лимонной кислоты. При этом хлорофос проявляется в виде пятен синего цвета R_f 0,58 ± 0,2.

При определении фосфамида пластинки обрабатывают проявляющим реактивом № 2 или № 3. При обработке пластинок проявляющим реактивом № 2 фосфамид проявляется в виде пятен желтого цвета. При обработке пластинок проявляющим реактивом № 3 пластинки помещают в сушильный шкаф при t 60°С на 20 минут, а затем отбеливают, фосфамид проявляется при этом в виде пятен синего цвета R_f 0,58 ± 0,2.

Количественное определение

Количественное определение производят путем сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов.

Расчет анализа производят по формуле:

$$X = \frac{A}{P}$$

где X – содержание препарата в пробе мг/кг;

A – количество препарата, найденное путем сравнения со стандартным, мкг;

P – навеска исследуемой пробы, г.

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

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru