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

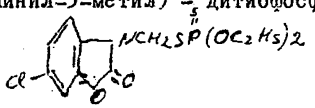
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФОЗАЛОНА В БИОЛОГИЧЕСКИХ СУБСТРАТАХ С ПОМОЩЬЮ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ*

Характеристика препарата

Фозалон (бензофосфат) – фосфорорганический инсектицид, является одним из перспективных заменителей ДДТ. Рекомендован для применения на овощах, полевых, технических и других сельскохозяйственных культурах.

Предполагается широкое испытание этого препарата для борьбы с вредителями леса.

Действующее начало препарата – О,О-Диэтил – S – (6-хлорбензоксазолинил-3-метил) – дитиофосфат. Имеет структурную формулу:



В чистом виде – белое кристаллическое вещество с чесночным запахом, t° пл. 45–47°С. Он практически нерастворим в воде, хорошо растворим во многих органических растворителях.

$ЛД_{50}$ для крыс 135 мг/кг, для мышей – 180 мг/кг.

Принцип метода

Метод основан на экстрагировании пестицида из исследуемых проб, очистке экстрактов, упаривании и переведении остатка в ацетон (ДТИ или гексан (ДЭЗ) с последующим определением на газовом хроматографе с термоионным детектором (ДТИ) или детектором электронного захвата (ДЭЗ).

---

* Метод разработан во Всесоюзном научно-исследовательском институте ветеринарной санитарии. Авторы: кандидаты ветеринарных наук Г.А. Таланов, В.В. Лещёв и Н.И. Ряженов, утвержден 20 декабря, № 1553-76.

Чувствительность метода для фозалона на ДТИ 0,2 нг, на ДЭБ 0,05 нг в пробе, вводимой в хроматограф, что соответствует 0,02 и 0,005 мг/кг веса в биологических субстратах. Процент определения в молоке 81 ± 5, рыбе, органах и тканях животных – 80 ± 6, свекле 79 ± 4, картофеле 75 ± 5, траве 78 ± 6, комбикорме 75 ±6, белке яиц 80 ± 5, желтке 70 ± 5, листьях и лесной подстилке 85 ± 5.

Реактивы и растворы

Ацетон х.ч., н-гексан х.ч., сульфат натрия безводный. Стандартный раствор фозалона в н-гексане.

Приборы и посуда

Газовый хроматограф "Цвет-5" или другой подобный аппарат с термоионным детектором или детектором электронного захвата.

Колонка стеклянная 500 х 3 мм, заполнена ХЕ-60 (3%) + эпикот -1001 (0,3%) на силанизированном хромосорбе W (60-80 меш) - для ДТИ.

Колонка стеклянная 1000 х 3 мм, заполнена SE -30 (5%) на силанизированном хроматоне (60-80 меш) - для ДЭБ.

Скляянки с притертой пробкой на 100 мл. Делительные воронки на 250 мл.

Цилиндры на 50 мл.

Фарфоровые чашки.

Боксы.

Водяная баня.

Фильтры бумажные.

Пипетки на 5 мл.

Пробирки с притертой пробкой, градуированные на 5 мл.

Микрошприц на 10 мкл.

Экстракция фозалона из биологических субстратов и очистка экстрактов

10 мл молока, 10 г измельченной ткани животного или рыбы помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и помещают в холодильник на 1 час, через каждые 15 минут склянку встряхивают. Затем сливают через тройной слой марли в делительную воронку. Склянку ополаскивают 10 мл ацетона. Смыв сливают в эту же делительную воронку. После чего в делительную воронку с экстрактом наливают 40 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 40 мл н-гексана, еще раз встряхивают в течение 2 минут. Затем ставят в штатив. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку, добавляют 0,5 г сульфата натрия безводного и упаривают в токе воздуха до 5 мл, сливают в градуированную пробирку с притертой пробкой, доводят гексаном объем до 5 мл. В пробирку всыпают 0,5 г сульфата натрия безводного и экстракт исследуют на газовом хроматографе "Цвет-5" или другом приборе с ДТИ или ДЭЗ.

10 г измельченной свеклы помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и экстрагируют в течении 1 часа при комнатной температуре, встряхивая через каждые 15 минут. Затем содержимое склянки сливают в делительную воронку. Склянку ополаскивают 10 мл ацетона. Смыв сливают в ту же делительную воронку. После чего в делительную воронку с экстрактом наливают 40 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 40 мл н-гексана, встряхивают в течение 2 минут. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку, добавляют 0,5 г сульфата натрия безводного и упаривают в токе воздуха до 5 мл. Сливают гексан в градуированную пробирку с притертой пробкой, добавляют сульфата

натрия 0,5 г и исследуют на газовом хроматографе.

10 г измельченного картофеля помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 40 мл ацетона , добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и экстрагируют в течение одного часа при комнатной температуре, встряхивая через каждые 15 минут. Затем сливают 10 мл ацетона. Смыв сливают в эту же делительную воронку. После чего в делительную воронку с экстрактом наливают 100 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 50 мл н-гексана. Делительную воронку встряхивают в течение 2 минут. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку, добавляют 0,5 г сульфата натрия безводного и упаривают в токе воздуха до 5 мл. Сливают гексан в градуированную пробирку с притертой пробкой, добавляют 0,5 г сульфата натрия и исследуют на газовом хроматографе.

10 г измельченной травы помещают в склянку с притертой пробкой заливают 50 мл теплой воды ($\leq 40^{0}$), добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и оставляют на 18 часов при комнатной температуре, после чего воду сливают. Траву в склянке заливают 5 мл ацетона, встряхивают, добавляют 50 мл н-гексана подогретого до 40^{0}, экстрагируют в течение часа на водяной бане при $\leq 40^{0}$. Затем гексан сливают в делительную воронку, ополаскивают склянку 10 мл подогретого гексана, который сливают в эту же делительную воронку. Добавляют 60 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают в течение 2 минут. После разделения жидкостей декантируют верхний гексановый слой в склянку с притертой пробкой, которую помещают на 1 час в морозильную камеру холодильника. После чего сливают через бумажный фильтр в фарфоровую чашку, упаривают в токе воздуха досуха, ополаскивают чашку 5 мл ацетона, сливают в пробирку с притертой пробкой, добавляют 0,5 г сульфата натрия и исследуют на газовом

хроматографе.

10 г комбикорма помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 40 мл ацетона, добавляют 0,5 мл ледяной уксусной кислоты, размешивают стеклянной палочкой и помещают в холодильник на 1 час, через каждые 15 минут встряхивают. Затем сливают через тройной слой марли в другую склянку с притертой пробкой, ополаскивают первую склянку 10 мл ацетона и сливают во вторую склянку, доливают в нее 25 мл дистиллированной воды и помещают на 2 часа в морозильную камеру холодильника. После чего содержимое склянки сливают в через бумажный фильтр в делительную воронку. Склянку и фильтр ополаскивают 5 мл охлажденного ацетона, который сливают в эту же воронку. Доливают 75 мл воды, встряхивают, прибавляют 50 мл н-гексана, встряхивают делительную воронку в течение 1 минуты. После разделения жидкостей сливают верхний гексановый слой в фарфоровую чашку, упаривают под током воздуха до 5 мл. Сливают гексан в градуированную пробирку с притертой пробкой, добавляют 0,5 г сульфата натрия и исследуют на газовом хроматографе.

10 г белка или желтка яиц помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 50 мл ацетона, размешивают стеклянной палочкой и помещают в морозильную камеру холодильника на 3 часа. Затем сливают через бумажный фильтр в делительную воронку, склянку и фильтр дважды ополаскивают по 5 мл ацетона. Смывы сливают в эту же делительную воронку. После чего в делительную воронку с экстрактом наливают 200 мл дистиллированной воды, воронку встряхивают, добавляют в нее 30 мл н-гексана, еще раз встряхивают в течение 2 минут, затем ставят в штатив. После разделения верхний гексановый слой декантируют в фарфоровую чашку, добавляют 0,5 г сульфата натрия безводного и упаривают в токе воздуха до 5 мл, смывают в градуированную пробирку с притертой пробкой, доводят гексаном объем до 5 мл. В пробирку вносят 0,5 г сульфата натрия безводного и экст-

ракт исследуют на газовом хроматографе.

10 г измельченных листьев или лесной подстилки помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 50 мл н-гексана подогретого до 40°, экстрагируют в течение 1,5 часов на водяной бане при t° 40°. Затем гексан сливают через бумажный фильтр в фарфоровую чашку, ополаскивают склянку и фильтр подогретым н-гексаном дважды по 5 мл, который сливают в эту же чашку, упаривают в токе воздуха до 5 мл. Сливают в градуированную пробирку с притертой пробкой, доводят гексаном объем до 5 мл и исследуют на газовом хроматографе.

Условия хроматографирования

Хроматограф "Цвет-5", детектор термоионный. Рабочая шкала электрометра 2,5 х 10^{-10} А. Скорость протяжки ленты самописца 10 мм/мин. Длина колонки 0,5 метра, внутренний диаметр 3 мм. Колонка заполнена ХЕ-60 (3%) и эпикотом-1001 (0,3%) на хромосорбе W (80-100 меш). Температура колонки 230 , температура испарителя 230-250°. Скорость газа-носителя азота 22 мл/мин, водорода - - 14 мл/мин, воздуха - 400 мл/мин. Объем пробы, вводимой в испаритель 5 мкл. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,2 нг до 4 нг. Минимальное детектируемое количество 0,2 нг. Время удерживания 2,5 мин. Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами по высоте пиков. Процент обнаружения фозалона в молоке 81±5, рыбе, органах и тканях животных 80±6, свекле 79±4, картофеле 75±5, траве 78±6, белке яиц 80±5, желтке 70±5, комбикорме 75±6, листьях и лесной подстилке 85±5%.

Чувствительность метода 0,02 мг/кг веса.

Хроматограф "Цвет-5" , детектор электронного захвата (ДЗЭ) рабочая шкала электрометра 10х10^{-12} А. Скорость протяжки ленты самописца 10 мм/мин. Длина колонки 1 метр, внутренний диаметр 3 мм. Колонка заполнена SE -30 (5%) на хроматоне N-AW отмытом

серной кислотой (60–80 меш). Температура колонки 230°, испарителя 230–250°, детектора 250°. Скорость газа-носителя азота на колонку 75 мл/мин, на детектор 100 мл/мин. Объем пробы, вводимой в испаритель 5 мкл.

Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,05 нг до 1 нг. Минимальное детектируемое количество 0,05 нг. Время удерживания 3,8 мин. Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами по высоте пиков. Чувствительность метода 0,005 мг/кг веса.

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

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru