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.

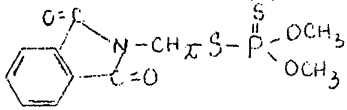
Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии. 185
Авторы: И.А.Антонова.

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

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТАЛОФОСА, ЕГО МЕТАБОЛИТОВ И ПРОМЕЖУТОЧНЫХ ПРОДУКТОВ СИНТЕЗА / ФТАЛИМИДА, ОКСИМЕТИЛ - ФТАЛИМИДА И ХЛОРМЕТИЛФТАЛИМИДА / В БИОЛОГИЧЕСКИХ СУБСТРАТАХ

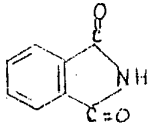
Краткая характеристика препаратов

ФТАЛОФОС - О,О-диметил- N - /фталимидометил/-дитиофосфат



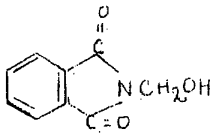
Чистый препарат - белое кристаллическое вещество с температурой плавления 72-72,7°С. Хорошо растворим в ацетоне, метиленхлориде и др. органических растворителях; плохо растворим в углеводородах; в воде растворяется 25 мг/л при 25°С.

ФТАЛИМИД



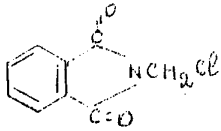
Белое кристаллическое вещество, температура плавления 238°. Растворим в горячей уксусной кислоте, спирте, ацетоне.

ОКСИМЕТИЛФТАЛИМИД



Белое кристаллическое вещество, температура плавления 141 - 142°. Растворим в спирте, ацетоне.

ХЛОРМЕТИЛФТАЛИМИД



Белое кристаллическое вещество, температура плавления 132 - 133°. Растворим в спирте, ацетоне.

Чистый фталофос, оксиметилфталимид, хлорметилфталимид могут быть получены из технических веществ путем перекристалли-

зации из этилового спирта; фталимид - возгонкой.

Принцип метода *

Метод основан на извлечении препаратов из исследуемой пробы органическим растворителем, очистке экстракта от коэкстрактивных веществ и последующем определении методом хроматографии в тонком слое. Хроматографическое определение проводится в тонком слое силикагеля, скрепленного крахмалом, подвижный растворитель бензол-ацетон 9:1. В качестве проявителя после активации пластинок под УФ светом и хлорирования веществ на пластинке используется о-толидиновый реактив. Метод позволяет раздельно определять при совместном присутствии фталофом / R_f 0,76 /, фталимид / R_f 0,42 /, оксиметилфталимид / R_f 0,27 /, хлорметилфталимид / R_f 0,85 /. Чувствительность определения фталофоса I мкг, фталимида 0,1 мкг, оксиметилфталимида 0,2 мкг, хлорметилфталимида 0,2 мкг на пластинке.

Реактивы и растворы

Силикагель марки КСК
Крахмал растворимый
Ацетон х.ч., хлороформ х.ч., бензол х.ч., ацетонитрил х.ч.
Натрий сернокислый безводный / прокаленный /
о-Толидин х.ч. или иодистый калий х.ч.
Калий марганцевокислый, технич.
Соляная кислота конц.
Стандартный раствор смеси фталофоса, фталимида, оксиметилфталимида и хлорметилфталимида с содержанием каждого компонента по 200 мкг в мл.
Проявляющий реактив:
Свежеприготовленный раствор о-толидина - 16 мг о-толидина растворяют в 3 мл ледяной уксусной кислоты, доводят дистиллированной водой до 50 мл и добавляют 0,1 г иодистого калия.

---

* Разработан М.А.Клисенко, М.В.Письменной, ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс. утвержден 20 декабря, № 1554-76.

В качестве проявляющего реактива можно также использовать калий-йод крахмальный реактив: 1/ 1%-ный водный раствор иодистого калия; 2/ 2%-ный водный раствор крахмала; растворы № 1 и № 2 смешивают непосредственно перед опрыскиванием в отношении 1:1.

Приборы и посуда

Колбы конические емкостью 100 мл
Воронки делительные емкостью 150 мл
Круглодонные колбы на шлифах емкостью 50-100 мл
Пластинки стеклянные размером 9х12 см
Микропипетки емкостью 10 мкл, 0,1 мл, 1 мл / для стандартов /
Капиллярные пипетки для нанесения проб
Камера для хроматографирования
Камера для опрыскивания
Пульверизаторы
Эксикатор для хлорирования веществ на пластинках
Прибор для облучения пластинок УФ светом / лампа ПРК-4 / или
Сушильный шкаф, позволяющий нагревать пластинки при 150°.

Приготовление пластинок

Для 15 пластинок берут 40 г силикагеля, 1 г крахмала и 125 мл воды. Заваривают крахмал в небольшом количестве воды / около 15 мл /, доливают остальную воду, засыпают силикагель и хорошо перемешивают, 10 г сорбционной массы наливают на пластинку и равномерно распределяют по ней. Сушат пластинки на горизонтальной поверхности при комнатной температуре, хранят в эксикаторе. Перед использованием пластинки активируют при 100° в течение 30 мин.

Описание определения

Биологические ткани. Навеску 1 - 2 г биологического материала / печень, почки, мышцы, мозг и др. / тщательно измельчают, заливают ацетоном / 15-20 мл / и оставляют на 30 мин, периодически встряхивая. Сливают ацетон через бумажный фильтр и повторяют экстракцию еще раз. Объединяют ацетоновые экстрак-

ты, приливают 50 мл дистиллированной воды и I мл 20%-ной трихлоруксусной кислоты. Смесь оставляют на I час в холодильнике при 5°С, затем переносят в делительную воронку, фильтруя через складчатый фильтр. Приливают в воронку 40 мл хлороформа, предварительно насыщенного водой, и осторожно встряхивают. Нижний органический слой сливают через безводный сернокислый натрий, а из водного слоя препараты еще дважды экстрагируют хлороформом, насыщенным водой. Хлороформные экстракты объединяют, растворитель отгоняют под вакуумом / температура бани 45°С / досуха. Сухой остаток количественно переносят на хроматографическую пластинку.

Если после отгонки растворителя на стенках колбы видны остатки жира / обычно в экстрактах мозга и жировых тканей /, необходима дополнительная очистка. В этом случае сухой остаток в колбе смывают 5 – 6 раз небольшими порциями / по 0,5 – I мл / ацетонитрила и фильтруют через бумажный фильтр, предварительно промытый на воронке ацетонитрилом. Ацетонитрил упаривают под вакуумом досуха. Сухой остаток количественно переносят на хроматографическую пластинку. На эту же пластинку наносят стандартный раствор, содержащий фталофос, фталимид, хлорметилфталимид и оксиметилфталимид.

Хроматографирование проводят в тонком слое силикагеля, скрепленного крахмалом. Подвижный растворитель бензол–ацетон 9:I. После разделения препараты на пластинке активируют 20 мин под УФ светом, располагая пластинку на расстоянии 20 см от источника света или нагреванием в течение двух часов при I50°С. Отработанную таким образом пластинку помещают на I0 мин в атмосферу хлора. Для получения хлора на дно эксикатора наливают 50 мл насыщенного водного раствора марганцевокислого калия и такой же объем концентрированной соляной кислоты. После хлорирования пластинку оставляют на воздухе для удаления избытка хлора / около 20 мин /, а затем опрыскивают раствором о-толидина. Причем, сначала опрыскивают раствором край хроматограммы: если фон становится голубым, то необходимо несколько повременить с окончательным опрыскиванием. Препараты проявляются в виде фиолетовых пятен на светлом фоне, при больших концентрациях фталимида центр пятна оранжевый. Можно вместо о-толидина для проявления использовать калий-

йод-крахмальный реактив [*]. В этом случае препараты проявляются в виде бурых пятен. Чувствительность проявления обоими реактивами одинаковая [**]: фталофос I мкг, фталимид 0,I мкг, оксиметилфталимид 0,2 мкг, хлорметилфталимид 0,2 мкг в пробе. Величина R_f фталофоса 0,76, фталимида – 0,42, оксиметилфталимида 0,27, хлорметилфталимида 0,85.

Количественное определение проводится путем сравнения интенсивности окраски и площади пятна пробы со стандартом в пределах концентраций от 0,I мкг до I20 мкг. При больших концентрациях необходимо разведение проб. Расчет препаратов в пробе:

$$X = \frac{A}{P}$$, где

X – концентрация препарата в анализируемом объекте, мг/кг
A – количество препарата, найденное в пробе, мкг
P – навеска, г.

---

[*] Последний способ проявления препаратов с фталимидной группировкой предложен доктором Аккерманом / ГДР /.

[**] Определению мешает присутствие аммиака и окислов азота в атмосфере.

Л-91892 от 23.9.77. Заказ 3824 Тираж 2800 Формат 60x84/16

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru