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 УП**

**Москва - 1976 г.**

gost.e-ecolog.ru

# ГАЗО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАФОСА В КАПУСТЕ И КАРБОФОСА В ЗЕРНЕ

## Принцип метода[x]

Метод основан на извлечении препаратов экстракцией органическими растворителями, очистке экстрактов и конечном определении на хроматографе с термоионным детектором.

Чувствительность составляет:
1) при определении метафоса в капусте 1 мкг в пробе
2) при определении карбофоса в зерне 2 мкг в пробе

## Реактивы и растворы

Для экстракции и очистки экстракта:

Н-гексан, х.ч. перегнанный
Ацетон, х.ч., перегнанный, за 2 часа до употребления помещать в холодильник
Диметилформамид, х.ч., насыщенный гексаном. Для насыщения ДМФ – к 0,5 л ДМФ прибавляли 200 мл гексана, встряхивали, оставляли на ночь, после разделения слоев, гексан отбрасывали, нижний слой использовали для работы.
Натрий сернокислый, б/в, свежепрокаленный
Натрий сернокислый 2% водный раствор

Для хроматографирования:

Носитель для колонки – хромотон N-AW 0,16-0,2 мм, с нанесенной жидкой фазой SE-30 в количестве 5%.
Стандартные растворы пестицидов в ацетоне 5,2 и 1 мкг/мл.

---

[x] Разработан Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко, ВНИИГИНТОКС

Утверждено 22 сентября 1975 г., № 1350-75.

## Приборы и посуда

Хроматограф с термоионным детектором (модель "Цвет-106", "Цвет-5" или любой другой марки)
Баллон с азотом, содержание $O_2$ не более 0,003%
Баллон с водородом
Баллон с воздухом
Колонки стеклянные, диаметр 3-5 мм, длина 1-1,5 м
Шприц емк. 5 или 10 мкл
Делительные воронки емк. 500 мл
Колбы конические емк. 250 мл
Колбы круглодонные емк. 250 мл
Воронки химические
Прибор для отгонки растворителей (ротационный испаритель ИР-1)
Прибор для встряхивания

## Описание определения

### Экстракция и очистка экстрактов

#### Определение метафоса в капусте

25 г измельченной пробы заливают 50 мл гексана и встряхивают 20 мин. Сливают экстракт, и обу экстрагируют свежей порцией гексана в течение 20 мин. Объединяли экстракты, сушили б/в сульфатом натрия и упаривают досуха при температуре бани не выше 60°. Колбу помещали в лед (хорошо перемешанная смесь льда и соли). В колбу приливали 1-2 мл охлажденного ацетона и смывали остаток. Раствор быстро фильтровали через небольшой слой сульфата натрия в новую колбу для отгонки растворителей. Повторяли процедуру 3-4 раза так, чтобы весь осадок, оставшийся на стенках колбы перенести на воронку. Промывали осадок на 1-2 мл ацетона. Ацетон упаривали досуха Для капусты зимних сортов вымораживание можно повторить два раза. Капусту ранних сортов можно анализировать без очистки.

Перед хроматографированием остаток в колбе растворяли в 1 мл гексана и 3-5 мкл раствора анализировали.

Определение карбофоса в зерне

25 г зерна заливали 50 мл ацетона, встряхивали в течение 20 минут, фильтровали экстракт. Повторяли экстракцию дважды. Объединяли фильтраты, сушили б/в сульфатом натрия и упаривали досуха при температуре бани не выше 60°. Остаток количественно небольшими порциями гексана переносят в делительную воронку, содержащую 10 мл диметилформамида. Соотношение гексана и ДМФ должно быть 1:1. Встряхивают воронку 1 минуту, отделяют нижний слой ДМФ. Этот слой ДМФ переносят в новую делительную воронку, содержащую 30 мл гексана и 350 мл 2% раствора сульфата натрия. Встряхивают воронку 2 минуты, отделяют органический слой, а водную фазу экстрагируют новыми 30 мл гексана. Объединяют фракции гексана, промывают 100 мл дистиллированной воды, сушат б/в сульфатом натрия и упаривают. Остаток растворяют в 1 мл гексана и аликвотную часть хроматографируют.

Хроматографирование

Условия хроматографирования

Хроматограф с термоионным детектором (Цвет-10$^6$, Цвет-5)
Шкала – 2,5 . 10$^{-10}$ (2.10$^{-10}$)
Скорость бумаги – 360 мм/час
Колонка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3 мм, носитель – хромотон N-AW , фаза – 5% SE-30
Температура колонки – 190, испарителя – 220°
Скорость газа-носителя (азота) – 20–22 мл/мин., водорода – 14–17 мл/мин., воздуха – 400 мл/мин.
Линейность – 0,1–40$^4$ нг
Вводимый объем – 3–5 мкл
При указанных условиях время элюирования метафоса – 4,8 мин.
Карбофос (50% препарат) дает два пика – I пик – 5,5 мин., II пик – 6,6 мин.

В таблице приведены результаты определения заданных количеств препаратов, внесенных в пробы.

Таблица

Определение метафоса в капусте и карбофоса в зерне

| Внесено, мкг | Обнаружено, % |
|---|---|
| Метафос | |
| I5 | 89,5 ± 4,6 |
| I0 | 89,I ± 3,9 |
| 5 | 87,5 ± 4,I |
| 3 | 86,4 ± 5,- |
| I | 76,0 ± 4,2 |
| Карбофос | |
| I0 | 87,6[x] ± 4,I |
| 5 | 87,0 ± 3,9 |
| 3 | 82,I ± 3,7 |

[x] Карбофос определяли по сумме двух пиков

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

**Метод определения ДДТ, его метаболитов и ГХЦГ в табочных изделиях способом хроматографии в тонком слое** I
**авторы:** Л.Ф. Васьковская, Л.Е. Бурштейн

**Определение остатков кельтана в молоке** 7
**авторы:** В.В.Молочников, В.И.Мочалов.

**Определение хлорорганических пестицидов в мясе, мясопродуктах и животных жирах хроматографией в тонком слое** II
**авторы:** И.А.Шумкова,И.Н.Карпова,С.А.Ликунова,Л.Д.Рузанкова.

**Определение остатков хлорорганических пестицидов в сырье для производства сухих детских молочных смесей** I8
**авторы:** В.В.Молочников,В.И.Мочалов,Л.Н.Чудакова.

**Определение остаточных количеств ЭФ-2 в зерне методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов- авторы:К.Ф.Новикова, Л.И.Лещинская.** 24

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

**Определение антио и фосфамида в меде** 29
**автор:** Р.Д.Петухов.

**Газо-хроматографический метод определения валексона в молоке, органах и тканях животных** 33
**авторы:** В.В.Лещев, Б.А.Королев.

**Методика определения варбекса в молоке и тканях животных с помощью газ -жидкостной хроматографии** 38
**авторы:** А.А.Непоклонов, К.Ф.Заболотный,.

Определение остаточных количеств ДДВФ в молоке и воде 42
методом газо-жидкостной хроматографии с термоионным детектором
**авторы:** Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова.

Методика определения дифоса(абата) в мясе, молоке и в воде 46
хроматографией в тонком слое
**авторы:** Н.П.Бирюкова, Ю.Ф.Моряков,А.А.Непоклонов.

Газо-хроматографический метод определения метафоса в капусте и карбофоса в зерне. 51
авторы: Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко

Методика определения метилнитрофоса в мясе,молоке и яйцах с помощью газо-жидкостной хроматографии 55
Автор: Т.Г.Аббасов

Газо-хроматографический метод определения рогора и антио в яблоках, сливе, смородине 59
авторы: Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко

РТУТЬОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Газохроматографический метод определения метил- и этилмеркурхлорида в пищевых продуктах,кулинарно обработанных суточных пищевых рационах,кормах и почве 62
автор: В.В.Ермаков

Хроматографический метод определения ртутьорганических пестицидов в кормах,овощах,продуктах животноводства и патматериале 68
автор: В.В.Ермаков

Хроматографический метод определения ртути в рыбе и молочных продуктах 75
авторы: А.М.Шмигидина, М.А.Клисенко, Э.П.Чурпий.

ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ гатнона в воде и некоторых продуктах растительного происхождения 81
авторы: В.Е.Кириченко,К.И.Пяткевич,И.Я.Постовский

Хроматографические методы определения остаточных количеств 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты(2,4-Д) в воде, растительном материале и продуктах питания 86
авторы: В.Д.Чмиль, Р.Д.Васянина, М.А.Клисенко

Определение сероуглерода в винограде 99
авторы: С.Л.Акоренко, М.Ш.Векштейн.

Определение остаточных количеств севина в молоке и молочных продуктах методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов 104
авторы: И.И.Маневич, В.В.Молочников, Н.И.Жаворонков

Колориметрический метод определения севина и 1-нафтола в тканях животного происхождения и моче 110
авторы: Н.И.Жаворонков, О.А.Малинин

Определение гербицидов эптама и тиллама в воде,почве,свекле и ее ботве методом газо-жидкостной хроматографии 116
авторы: А.М.Ботвиньева, А.Л.Перцовский

Печатный цех МСХ СССР тираж 2000 экз.заказ № 1134
Л- 87948 от 5.У-76 г.

gost.e-ecolog.ru