

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.

СО Д Е Р Ж А Н И Е
ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Стр.
I

Определение остаточных количеств хлорорганических препаратов в присутствии полихлорированных бифенилов в воде методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов.

Авторы: Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Определение фталофоса, его метаболитов и промежуточных продуктов синтеза (фталамида, оксаметилфталамида и хорметилфталамида) 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.

14

Авторы: Г.А.Троицки, А.Ф.Ковалев

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, граве, свекле, картофеле, комбикорме методом хроматографии в тонком слое.

26

Авторы: Г.А.Таланов, В.В.Лещев, Н.И.Ряженев

Определение фозалона в биологических субстратах с помощью газо-жидкостной хроматографии.

31

Авторы: Г.А.Таланов, В.В.Лещев, Н.И.Ряженев

- 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.В. Лецев, 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.Н. Павлов.
- Хроматографический метод определения корала в воде и биосубпродуктах. 50
Автор: Кухтина О.С.
- Определение антис и фосфамида в кормах. 55
Автор: А.Р. Кошхов
- Хроматографический метод определения в тонком слое сайфоса в растительных гороха, картофеля, томатах и пшенице. 59
Авторы: Коштова Ф.И., Петрова Т.М.
- ПРОИЗВОДНЫЕ МОЧЕВИНЫ
- Газохроматографический метод определения дикурана в эфирных маслах и маслосодержащем сырье. 64
Авторы: Баранов Ю.С., Клисенко М.А., Хидих Л.А.
- Хроматографический метод определения милорана в воде. 68
Авторы: М.А. Клисенко, М.В. Письменная
- Хроматографический метод определения дикурана в сырье мака масличного. 73
Авторы: Н.В. Букина, Г.П. Пушкина
- Определение остаточных количеств тенорана в ягодах земляники и в почве хроматографией в тонком слое. 77
Авторы: Г.С. Борисов, Б.А. Сигаева

ПРОИЗВОДНЫЕ СИМ-ТРИАЗИНОВ

Методы определения остаточных количеств сим-триазинов (симазина, атразина, прометрина, пропазина, карагарда, семерона, мезорантла) в зерне кукурузы, яблоках, винограде, мандаринах, капусте; почве, воде. 80

ПРОИЗВОДНЫЕ АРИЛОКСИМЛКСИКАРБОНОВЫХ И
КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

Определение полметилентглицевого эфира 2,4-Д в зерне пшеницы и воде методом газо-жидкостной хроматографии. 94

Авторы: И.И.Шилenkova, 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.Шилenkova, А.И.Зорова, А.Д.Фатьянова, Г.К.Морина, В.Д.Чмиль.

Хроматографические методы определения остаточных количеств γ -(2,4-дихлорфенокси) 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.Чмиников, Н.Н.Павлова, А.М.Макаева

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 трихлор-
ацетата натрия и трихлоруксусной кислоты в воде,
почве и расщепительном материале газо-жидкостной
хроматографией.
Авторы: Е. Ч. Чмиль, Н. И. Глембицкий. 138

ДРУГИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Определение роданистого натрия в зерне дынная,
в воде, дефеканте, биологическом материале
(мышцы, паренхиматозные органы, головной мозг,
кровь). 143
Авторы: А. Т. Иванов, Е. А. Пыльковец

Метод определения остаточных количеств сульфакса
(карахола) в воде и зерне пшеницы методом газо-
жидкостной хроматографией. 149
Авторы: А. Д. Фатьянова, О. В. Петрова, В. Д. Чмиль.

Экспрессный метод обнаружения тетраметилдисуль-
фида (ТМТД) в зерне. 154
Авторы: С. Д. Андиферов, А. В. Николаев

Хроматографический и спектрофотометрический
метод определения зоокумарина в мышечной ткани,
крови животных, в препарате пенукомарине и при-
мычках (кормах). 156
Авторы: В. В. Ермаков, Д. Ф. Траханов, Болоховец М. Ф.

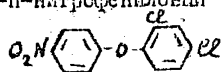
Определение остаточных количеств нитрохлора в
капусте и воде методом газо-жидкостной хромато-
графией с детектором по захвату электронов. 168
Авторы: К. Ф. Новикова, Л. И. Лещинская

Определение дактала в воде, картофеле, почве
методом газо-жидкостной хроматографии. 172
Авторы: К. И. Пашкевич, Т. В. Платина, Е. В. Кириченко.

- Хроматографический метод определения препарата
680 в луке, моркови, томатах. 176
Авторы: И.И.Пилленкова, А.Д.Фатьянова, Г.К.Морина.
- Методические рекомендации по определению препарата 181
Депра в воде и растительном материале.
Авторы: И.И.Пилленкова, А.Д.Фатьянова.
- Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и 185
мясе методом тонкослойной хроматографии.
Авторы: И.А.Антонова.
- Определение севина в биологических субстратах 190
методом тонкослойной хроматографии.
Автор: О.А.Мадянин

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ НИТРОХЛОРА В КАПУСТЕ И ВОДЕ МЕТОДОМ ГЭХ С ДЕТЕКТОРОМ ПО ЗАХВАТУ ЭЛЕКТРОНОВ

Нитрохлор — превосходный гербицид, применяемый на капусте. Действующее начало препарата 2,4-дихлорфенил-*p*-нитрофениловый эфир. Другие встречающиеся названия *N 5P*, *Tok-Nip*, *FW 925*, нитрофен.



Нитрохлор хорошо растворим в бензоле, ацетоне, четыреххлористом углероде, хуже в спиртах. Растворимость в воде при 25°C — 0,8 мг/л. Т.пл. 70–71°C. Препарат малотоксичен для теплокровных. ЛД₅₀ для крыс 3050±500 мг/кг, для кроликов 1620±420 мг/кг. Предельно-допустимая концентрация нитрохлора в продуктах питания и воде еще не установлена.

Принцип метода^{X/}

Метод определения нитрохлора в капусте основан на извлечении гербицида из анализируемого образца ацетоном с последующим перераспределением из ацетоно-водной среды в гексан, очистке экстракта микросублимацией в вакууме и определении методом ГЭХ детектором по захвату электронов. Из воды нитрохлор извлекают гексаном и без очистки экстракта определяют методом ГЭХ.

Чувствительность определения составляет для капусты 0,02 мг/кг, для воды 0,0002 мг/л. Процент определения — 84,5–100,0% и 80,0±10,0% соответственно. Прочие ХОП (ГХЦГ, гептахлор, пп'ДДЕ; ш'ДДД, ш'ДДТ) определению не мешают.

Реактивы и растворы

Растворители: ацетон, гексан, марки х.ч. свеженерегистрированные, Na₂SO₄ безводный.

Chromaton-N-AW-MOS, пропитанный 5% метилсиликоном SE-30, с размером частиц 0,160–0,200 мм.

^{X/} Метод разработан во ВНИИ химических средств защиты растений Новиковой К.Ф., Лещинской Л.И. Утверждено 20 декабря 1976 г., № 1539-76.

№ 81, х.ч.

Приборы и посуда

Газогаджетной хроматограф марки ЛХМ-8МЦ1 флюориметрической приставкой с единым питанием, снабженный детектором по захвату электронов.

Хроматографическая колонка длиной 150 см и внутренним диаметром 3,5 мм.

Аппарат для встряхивания.

Ротационный вакуумный испаритель.

Прибор для сублимации в вакууме.

Колон плоскодонные емкости 450 мл.

Делительные воронки на 500 мл 1,5 л.

Колон плоскодонные емкости 750 мл.

Пробирки на 10 мл с притертыми пробками.

Микропипетки на 10 мл.

Пипетки на 10 мл, 1 мл, 0,1 мл.

Ход анализа.

В капюсте: Пневску измельченной капюсты (25г) помещают в плоскодонную колбу емкостью 500 мл, добавляют 200 мл ацетона и с помощью механического встряхивателя экстрагируют нитрохлор в течение 30 мин. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр в делительную воронку емкостью 1,5 л. Экстракцию ацетоном повторяют еще два раза тем же количеством растворителя. К объединенному ацетоновому экстракту добавляют 600 мл воды и экстрагируют нитрохлор гексаном, порциями по 100 мл три раза. Объединенный гексановый экстракт в течение нескольких минут сумат над безводным сульфатом натрия, после чего фильтруют в колбу прибора для отгонки растворителя. Концентрируют раствор до объема 1-2 мл, остаток количественно переносят в патрон сублиматора и после удаления растворителя на горячей водяной бане, сублимируют нитрохлор на кипящей водяной бане при давлении 0,15 мм рт.ст. в течение 20 мин. После окончания сублимации нитрохлор смывают эфиром

но сублиматора 10–15 мл эцетона в пробирку с притертой пробкой. Удаляют эцетон на горячей водяной бане, следы растворителя отдувают слабым током воздуха. К сухому остатку пипеткой добавляют 10 мл гексана. Пробирку закрывают притертой пробкой, тщательно перемешивают ее содержимое и вводят в хроматограф 0,5 мл полученного раствора.

В воде, 200 мл анализируемого образца воды помещают в делительную воронку емкость 500 мл, добавляют 1 чайную ложку соли и экстрагируют нитрохлор гексаном порциями два раза по 100 мл и два раза по 50 мл. Объединенный гексановый экстракт сушат над безводным сульфатом натрия, пропускают через бумажный фильтр и концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до суха. К сухому остатку пипеткой добавляют 2 мл гексана. Колбу закрывают притертой пробкой, тщательно ополаскивают растворителем стенки колбы и вводят в хроматограф 5 мкл полученного раствора.

Условия хроматографирования.

Хроматограф марки ЛХ-4-В-ЩИ с доконтинентальной приставкой с анодным питанием, снабженный

Источником радиоактивности ^{63}Ni .

Напряжение, подаваемое на детектор 100 В

Рабочей шкалы электрометра ЭХ1

Скорость протяжки ленты скорости 1 см/мин.

Длина стеклянной колонки 150 см, внутренний диаметр 3,5 мм.

Колонка заполнена *chromaton N-AW-DMCS*, промыванная 5% SiO_2-30 (0,160–0,200 мм).

Температура колонки 220° , детектора 240° , испарителя 200° .

Скорость газа-носителя N_2 – 60 мл/мин., для потока детектора 100 мл/мин.

В генератор вводят 2–5 мкл рабочего раствора в гексане время удерживания нитрохлора 3,4 мин.

Аликан, гексахлор, нп'ДН, нп'ДД и нп'ДТ определяются не мешают, т.к. в этих колонках имеют время удерживания 0,7; 0,8;

1.5; 3.0; 3.8; 4.9 мин.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков.

Минимально детектируемое количество 0,05 нг. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,05 до 2,00 нг.

Если при введении в хроматограф 3-5 мкг получается слишком большие пики или происходит "заваливание", готовят менее концентрированные растворы путем добавления замеренного количества растворителя.

Л-91892 от 23.9.77. Заказ 3824 Тираж 2000 Формат 60x84/16

Типография ВАСХНИЛ