

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 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.

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 хрома-
тографии. 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 льна,
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 хроматографии. 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-
манках (кормах). 156
Авторы: В. В. Ермаков, Д. Ф. Траханов, Болоховец М. Ф.

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

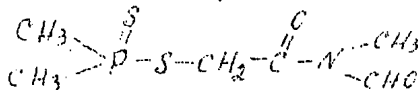
Определение дактала в воде, картофеле, почве
методом газо-жидкостной хроматографии. 172
Авторы: К. И. Пашкевич, Т. В. Платина, Е. В. Кириченко.

- Хроматографический метод определения препарата
680 в луке, моркови, томатах. I76
Авторы: И.И.Пилленкова, А.Д.Фатьянова, Г.К.Морина.
- Методические рекомендации по определению препарата
Депра в воде и растительном материале. I81
Авторы: И.И.Пилленкова, А.Д.Фатьянова.
- Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и
мясе методом тонкослойной хроматографии. I85
Авторы: И.А.Антонова.
- Определение севина в биологических субстратах
методом тонкослойной хроматографии. I90
Автор: О.А.Мадянин

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНТИО И ФОСФАМИДА В КОРМАХ

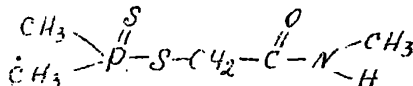
Характеристика препаратов

Антио (Формистон) - 0,0-диметил-*S*-(*N*-метил)формилкарбамойл-метил) дитиофосфат



Антио хорошо растворим в спирте, эфире, хлороформе, ацетоне, в растворителях ароматического ряда; плохо растворим в предельных углеводородах и воде, устойчив в неполярных растворителях, неустойчив в щелочной среде. Препарат выпускается в виде 25%-ного эмульгирующего концентрата и является высокоэффективным инсектицидом-акарицидом контактного и системного действия. Он широко применяется в сельском хозяйстве для защиты различных культур хлопков, рис, хлебные злаки, citrusовые, фруктовые, картофель, свекла и др. от сосущих и грызущих вредителей. В организме животных, а также на обработанных культурах антио под действием УФ-света и высокой температуры превращается в более токсичное соединение-фосфамид.

Фосфамид (рогор, диметсат, Би-58) - 0,0-диметил-*S*-(*N*-метилкарбамойлметил) дитиофосфат



В чистом виде фосфамид представляет собой белое кристаллическое вещество с температурой плавления 51-52°C. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей, в воде (39 г/л), но плохо растворим в предельных углеводородах. Фосфамид как и антио также широко используется в сельском хозяйстве на тех же культурах против различных вредителей.

Принцип метода^{х/}

Метод основан на извлечении антио и фосфамида из кормов хлороформом; очистке экстрактов от коэкстрактивных веществ перераспределением в несмешивающихся растворителях; концентрировании экстрактов и хроматографировании в тонком слое силикагеля в подвижной фазе: хлороформ-ацетон (9:1). Обнаружение антио и фосфамида производят аммиачно-ацетоновым раствором азотной кислоты

^{х/} Разработан А.Ф. Козыковым во Всесоюзном институте экспериментальной ветеринарии, Москва.
Утвержден 20 декабря 1976 г., № 1547-76

серебра с предварительной обработкой хроматограмм раствором щелочи. Чувствительность метода—0,2 мкг/кг, процент определения в среднем составляет 86 ± 13 .

Реактивы и растворы

1. Ацетон
2. Хлороформ
3. Едкий натр или едкое кали
4. Серебро азотнокислое, х. ч.
5. Сплавкагель марки КСН
6. Гипс
7. Сульфат натрия безводный
8. Антис—90%
9. Фосфамид—96%
10. Аммиак 25%-ной концентрации уд. вес 0,9
11. Стандартные ацетоновые растворы анто и фосфамида, содержащие 100 мкг/мл действующего вещества

Проявляющие реакции

1. 20%-ный раствор едкого натра или кали.
2. Аммиачно-ацетоновый раствор азотнокислого серебра. 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, приливают 5 мл аммиака 25%-ной концентрации и доводят объем раствора до 100 мл ацетоном.

Приборы и посуда

Хроматографическая камера (можно использовать эксикатор)
Весы аналитические
Делительные воронки на 150 мл
Пудьверизаторы
Щуптель—аппарат
Шприцы медицинские на 1 мл
Фильтры бумажные
Чашки фарфоровые вышарительные на 20 и 100 мл
Водяная баня
Стекланные пластинки 9x12 см
Конические колбы с притертыми пробками на 150 и 200 мл
Воронки для фильтрования
Мерные пипетки на 2,5 и 10 мл

Микропипетки

Сушильный шкаф

Фарфоровая ступка

Сито на 100 меш

Мельница для измельчения гранулированного силиката

Стеклопипетки

Камера для опрыскивания хроматограмм

Приготовление пластинок с тонким слоем сорбента

Стеклопипетки размером 9x12 см моют хромовой смесью, затем водопроводной и дистиллированной водой и сушат в вертикальном положении. Сухие пластинки перед нанесением сорбционной массы протирают спиртом или эфиром. Для приготовления сорбционной массы берут 35 г силиката КСК, просеянного через сито 100 меш, 2 г гипса, 90 мл дистиллированной воды и все переносят в коническую колбу с притертой пробкой и встряхивают в течение 15 минут. Приготовленную массу в количестве 10 г (2 чайные ложки) наносят на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Пластинки сушат в течение 16-20 часов при комнатной температуре в горизонтальном положении. Готовые пластинки хранят в эксикаторе.

Ход определения

Исследуемую пробу кормов (сено, картофельная и морковная ботва, листья капусты, свекла, картофель, овес, ячмень, комбикорма и т.д.) измельчают, отбирают по 10 г, помещают в коническую колбу и заливают 40%ым хлороформом и экстрагируют встряхиванием дважды в течение 30 и 3 минут.

Экстракты отделяют фильтрованием через бумажный фильтр в фарфоровую выпарительную чашку, объединяют и концентрируют без нагрева в втяжном шкафу досуха.

Для извлечения антио и фосфамида из сухого остатка проводят экстрагирование дистиллированной водой четырьмя порциями по 2 мл, тщательно растирая остаток стеклянной палочкой. Экстракты собирают через бумажный фильтр в делительную воронку, объединяют и пестициды экстрагируют из водного раствора хлороформом дважды порциями по 10 мл, встряхивая в течение минуты.

Хлороформные экстракты сливают в фарфоровую выпарительную чашку через фильтр с безводным сульфатом натрия, объединяют и выпаривают досуха как описано выше.

Сухой остаток растворяют в 0,2 мл хлороформа и с помощью медицинского шприца или микропипетки наносят на пластинку со слоем сорбента. Эту процедуру выполняют трижды.

Для идентификации пятен ядохимикатов и их количественной оценки на ту же пластинку наносят стандартные растворы антио и фосфамида, содержащие предполагаемые количества в пробе и пластинку помещают в хроматографическую камеру с подвижной фазой: хлороформ-ацетон (9:1).

После подъема фронта растворителя на 10 см от линии старта, пластинку вынимают и сушат в вытяжном шкафу до испарения растворителя. Для обнаружения пестицидов хроматограмму опрыскивают из пульверизатора до насыщения слоя сорбента 20%-ным раствором едкого натра или едкого кали и помещают на 5 минут в сушильный шкаф при температуре 100°C.

После охлаждения пластинку опрыскивают аммиачно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра и опять помещают в сушильный шкаф на 10 минут при той же температуре.

На белом фоне пластинки антио и фосфамид проявляются в виде темно-серых пятен с $R_f = 0,72 \pm 0,03$ для антио и $R_f = 0,45 \pm 0,03$ для фосфамида.

Количественное определение пестицидов проводят путем визуального сравнения интенсивности окраски пятен пробы с их величинами с пятнами стандартных растворов.

Содержание ядохимикатов (X) в мг/кг рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A}{B} \cdot \text{где:}$$

A-количество ядохимиката, найденное путем сравнения со стандартными пятнами (мкг);

B-вес исследуемой пробы (г) .

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

Типография ВАСХНИЛ