

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

ФОСФОРГАНИЧЕСКИЕ 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.Чикинов, 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

ПГЧИЕ 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

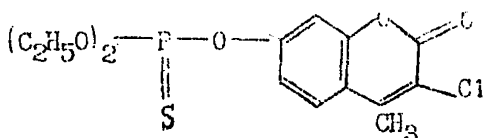
Определение дактала в воде, картофеле, почве
методом газо-жидкостной хроматографии. 172
Авторы: К. И. Пашкевич, Т. В. Платина, Е. В. Кириченко.

- Хроматографический метод определения препарата
680 в луке, моркови, томатах. 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.Автонова.
- Определение севина в биологических субстратах 190
методом тонкослойной хроматографии.
Автор: О.А.Мадянин

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОРАЛА В ВОДЕ И БИОСУБСТРАТАХ*

К О Р А Л /О,О-Диэтил-О- /В-хлор-4-метилкумаринил-
-7 /-фосфат /

Синонимы: Байер 21/199, азунтол, кумафос, резитокс,
мускатокс



Мол. вес 362,77

В чистом виде представляет собой твердые кристаллы с температурой плавления 90-92°C. Хорошо растворим в ароматических углеводородах, спиртах, кетонах, хлороформе, ацетонитриле. В воде при комнатной температуре /20°/ растворяется до 200 мг/л корала, при кипячении растворимость его повышается до 450 мг/л. Выпускается в виде смачивающихся порошков и концентрата эмульсии.

Принцип метода

Метод основан на извлечении корала из пробы органическим растворителем, очистки экстракта ацетонитрилом и последующем хроматографическим определением в тонком слое силикагеля. Обнаружение препарата производится по реакции азосочетания с диазотированным п-нитроанилином.

Предел обнаружения составляет 0,8 мкг в пробе.

* Методические рекомендации разработаны О.С. Кухтиной, Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и шпалочестых масс, Киев, утверждены 20 декабря, 19537-764.

Реактивы и растворы

1. Силикагель марки КСХ с размером частиц, проходящих через сито 100 меш.

2. $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ просушивают в сушильном шкафу при 150-160°C в течение 8 часов или медицинский гипс, высушенный в течение 3-4 часов при 100-110°C.

3. Хлороформ

4. Ацетонитрил

5. 1,0*M* раствор едкого калия в смеси метилового и бутилового спиртов 1:1

6. 1% раствор п-нитроанилина в 0,1*M* соляной кислоте

7. 4% водный раствор азотнокислого натрия

Перед самым опрыскиванием пластинок растворы 6 и 7 смешиваются в соотношении 1:10.

Посуда и оборудование

1. Колбы конические на 100 и 700 мл.

2. Колба мерная на 100 мл

3. Воронки делительные на 50, 100 и 250 мл.

4. Ступки и чашки фарфоровые.

5. Колбы грушевидные на 100 мл на шпихах

6. Прибор для отгонки растворителя /ротационный испаритель/

7. Пульверизатор стеклянный для опрыскивания пластинок

8. Камера для хроматографирования

9. Цилиндры мерные на 10, 50, 100 и 200 мл

10. Микрошпетки на 0,1 мл

11. Шприц медицинский на 1 мл

12. Шкаф сушильный

Приготовление пластинок

Пластинки размером 9 x 12 см или 18 x 24 см моют раствором хромовой смеси, промывают проточной водой, затем дистиллированной водой и сушат.

Взвешивают 14 г силикагеля и 1,5 г медицинского гипса или сернокислого кальция. Растирают навески в фарфоровой ступке,

переносят смесь в широкогорлую колбу на 100 мл и небольшими порциями вносят 40 мл дистиллированной воды. Колбу встряхивают до первых признаков загустевания массы.

На пластинку 9 x 12 наносят одну чайную ложку массы, на пластинку 18 x 24 – две чайные ложки массы. Сушат при комнатной температуре не менее 12 часов. Хранят в эксикаторе над безводным CaCl_2 .

Определение корала в воде

Экстракция. Экстрагируют корал из 200 мл воды хлороформом трижды, беря 50, 40 и 30 мл растворителя и встряхивают по 15 мин. на механическом встряхивателе. Воду отделяют от хлороформного экстракта. Экстракты объединяют, переносят в коническую колбу и сушат в течение 20-30 минут безводным сернокислым натрием. Количество экстракта измеряют и для определения берут либо весь экстракт, либо часть его, содержащую не менее 0,2 мкг корала.

Экстракт испаряют на водяной бане с температурой 50-55°C и слабым разрежением воздуха, либо прямо под вытяжным шкафом при комнатной температуре, оставляя для нанесения на пластинку 0,2-0,3 мл.

Хроматографирование

Экстракт при помощи микропипетки наносят на пластинку. Расстояние точек нанесения от нижнего и бокового края пластин составляет не менее 15 мм, расстояние между точками нанесения – 20 мм.

Стандартные растворы наносятся микропипеткой справа и слева от нанесенной пробы так, чтобы один стандарт содержал концентрацию корала более, а другой менее предполагаемого в пробе количества.

Пластинку с нанесенными пробами и стандартами опускают в камеру, насыщенную парами смеси подвижного растворителя, состоящего из циклогексана, хлороформа, ацетона в соотношении 0,5: 8, 5:1. При подъеме фронта подвижного растворителя на 10 см пластинку вынимают из камеры и оставляют в вытяжном шкафу пока не испарится растворитель. Затем пластинку опрыс-

заливают 1,0 мл спиртовым раствором КСН, после испарения смеси спиртов пластинку помещают в сушильный шкаф при температуре 130°C на 5-8 мин. Затем ее опрыскивают смесью проявляющих реактивов, в результате чего появляются розовые пятна при малой концентрации пестицида. При содержании корала в пробе свыше 8-10 мкг - пятна красного цвета. Количественная оценка производится визуально путем сравнения со стандартами. Величина A_d корала 0,8-0,62. Чувствительность реакции при нанесении на пластинку корала /стандарта/ - 0,2 мкг.

Определение корала в биологических тканях

Экстракция. мышечная ткань, мозг; навеску / 1 г / заливают 10 мл н-гексана и растирают в фарфоровой ступке с 2 г безводного сернокислого натрия в течение 5 мин. Экстракт сливают в пробирку для отсасывания через воронку с фильтром, остаток вторично растирают с 5 мл н-гексана и полученную кашицу переносят в воронку с фильтром, расположенную над пробиркой для отсасывания. Жидкость отсасывается, а остатки ткани промываются 1 мл н-гексана. Экстракт переносят в делительную воронку на 50 мл и трижды экстрагируют ацетонитрилом по 5 мл с 5 мл ацетонитрила.

Объединенные ацетонитрильные экстракты переносят в делительные воронки на 100 мл, в которые предварительно внесено по 50 мл. воды. Экстрагируют трижды гексаном /30, 30 и 20 мл/. Объединенные гексановые экстракты сушат над 1 г безводного сернокислого натрия. Замеряют количество полученного экстракта. Для работы испаряют весь экстракт или часть его. Дальнейший ход исследования соответствует определению корала в воде.

б/ Скелетные мышцы, мышцы сердца, почечки, почки, легкие, селезенка, стенки тонкого и толстого кишечника, желудка; навеску /1 г / тщательно измельчают, растирают с сернокислым натрием в фарфоровой ступке. Заливают 5 мл ацетона и еще растирают 2 мин. Экстракт сливают в пробирку для отсасывания через воронку с фильтром. Остатки ткани вторично растирают с 5 мл ацетона, сливают экстракт в пробирку для отсасывания. Аналогичную операцию производят дважды, беря по 5 мл бензола. Оставшуюся в ступке кашицу переносят на фильтр воронки, распо-

ложной над пробиркой для отсасывания и проливает 5 мл ацетона. Объединенный ацетон-бензольный экстракт сушат над безводным сернистым натрием и замеряют его количество. Дальнейший ход исследования соответствует определению корала в воде.

в/ Циановидная железа, надпочечники: органы взвешивают, растирают с безводным сернистым натрием, переносят в колбочки на 25 мл и заливают 5 мл ацетона. Туда же добавляют через 5 мин. 5 мл бензола. 5 мл экстракта упаривают до 0,2-0,3 мл. Это количество экстракта наносят на пластинку. В дальнейшем ход анализа соответствует ходу анализа по определению корала в воде.

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

Типография ВАСХНИЛ