

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 хрома-  
тографии. 102

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

Хроматографические методы определения остаточных  
количеств  $\gamma$ -(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 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-  
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

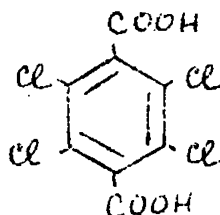
Определение дактала в воде, картофеле, почве  
методом газо-жидкостной хроматографии. 172  
Авторы: К. И. Пашкевич, Т. В. Платинина, Е. В. Кириченко.

- 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

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДАКТАЛА В ВОДЕ, КАКТОБЕЛЕ, ПОШВЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

### Характеристика препарата

Дактал (ДАС-893) — доксодоновый гербицид, применяющийся в виде 75% и 50% смесью с другим гербицидом или 2,5 и 5% грин. Действующим началом препарата является диметилловый эфир 2,3,5,6-тетрахлортерфталевой кислоты.



Белое кристаллическое вещество с Т.пл. 156<sup>0</sup>С. Препарат растворим в ацетоне, бензоле, гексане, спирте, растворимость в воде составляет 0,5 мг/л.

Как доксодоновый гербицид дактал эффективен против однолетних злаков для кормовых и сенокосных культур, а также в плодовых насаждениях. Используется также для борьбы с ползучими сорняками.

Острая пероральная токсичность (LD<sub>50</sub>) дактала для самцов белых крыс более 3 г на 1 кг живого веса. Острая кожная токсичность для белых кроликов превышала 10 г на 1 кг живого веса.

### Принцип метода.\*

Метод заключается в экстракции препарата из образца органического растительного материала (ацетон, гексан), очистке путем перераспределения между несмешиваемыми растворителями (гексаном и ацетонитрилом) с последующим пропусканием экстракта через колонку, запечатанную окисью алюминия.

\*И. И. Павкевич, В. И. Юриченко, И. И. Постовский, Т. В. Пластыкина.  
Утверждено 20 декабря 1976 г., В-1536-76 г.

Конечное определение производится на хроматографе Цвет-5 с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР). Метод применим на пробах воды, картофеля и почвы. Чувствительность метода составляет 0,002 мг/кг, при использовании в качестве газа-носителя азота особой чистоты и 0,01 мг/кг - аргона.

#### Реактивы и растворы.

Ацетон, х.ч. перегнанный

И-гермап, х.ч. перегнанный

Ацетонитрил ч. перегнанный

Петрий сернистый, ч. д. а. прокаленный

Оксид алюминия для хроматографии II степени активности фирма

"Реквалс"

Стекловага.

Стандартные растворы препаратов в ацетоне и гексане в концентрации  $5 \cdot 10^{-5}$  мг/мл,  $1 \cdot 10^{-4}$  мг/мл,  $2 \cdot 10^{-4}$  мг/мл,  $2.5 \cdot 10^{-4}$  мг/мл.

#### Приборы и посуда

Хроматограф Цвет-5 с детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР).

Баллон с азотом особой чистоты с содержанием кислорода  $\leq 0,001\%$  и влаги  $\leq 0,03\%$ .

Секундомер.

Микрошприц на 10 мкл.

Стеклолитные хроматографические колонки 250x18 мм.

Ротационный испаритель типа ИР-1

Сушильный шкаф

Стеклолитные U-образные колонки для хроматографа I м ж 3 мм

Прибор для перегонки растворителей

Набор пипеток

Колбы мерные на 50 и 100 мл

Цилиндры мерные на 50 и 250 мл

Круглодонные колбы на 100 и 500 мл.



Делительные воронки на 150 и 500 мл.

Экстракции, сличения экстрактов и количественное  
определение диктала

Вода. Из 100 мл воды диктал экстрагируют двумя порциями п-гексана (100 и 50 мл), встряхивая смесь в делительной воронке 3-5 мин, экстракты объединяют, сушат над сульфатом натрия в течение 15-20 мин и отгоняют растворитель на стационарном испарителе до объема 30 мл после чего раствор заливают на колонку, элюируемую окисью алюминия.

Смывают колобу 5 мл п-гексана, который также элюируют на колонку. Элюирование проводят 50 мл смеси гексан-ацетон 9:1, не допуская понижения уровня жидкости ниже верхнего слоя адсорбента.

Полученный раствор упаривают в колбе досуха добавляют 5 мл гексана и pipеткой 5 мл полученного раствора вводят в газовой хроматграф и проводят расчет содержания гербицида определенном площади пика, при обязательном определении содержания в контрольной пробе.

Картофель. К 100 г мелко истертого картофеля добавляют 200 мл ацетона и периодически встряхивают в течение 20-30 мин. Массу фильтруют под вакуумом и промывают на фильтре 50 мл ацетона. Полностью отгоняют ацетон на ИР-1. Водный экстракт помещают в делительную воронку и экстрагируют гербицид двумя порциями (100 и 50 мл) п-гексана. Гексановый экстракт упаривают досуха. Добавляют 30 мл ацетонатрилла и ацетонатрильный экстракт промывают в делительной воронке трижды п-гексаном порциями по 15 мл. Ацетонатрильный слой упаривают досуха на ИР-1 и к остатку добывают 30 мл гексана.

Гексановый раствор пропускают через колонку с окисью алюминия и дальнейшее определение проводят, как описано выше для воды.

Печка. К 100 г почвы добавляют 50 мл воды. Проводят экстракцию ацетоном (150 мл) в течение 20-30 мин. при периодическом встряхивании. Суспензию отфильтровывают, промывают печку на фильтре 50 мл ацетона и 50 мл воды последовательно. Сгоняют полностью ацетон. Далее очистку и определение проводят, как описано выше для картофеля в воде.

#### Условия ускоренного анализа.

Хроматограф марки Дрет-5 или аналогичный прибор с детектором постоянной скорости регистрации. Рабочая шкала электрометра (ЭИР) -  $1,0 \times 10^{-10}$  а.

Скорость протяжки ленты самописца 0,7 см/мин.

Длина стеклянной колонки 1 м и внутренний диаметр - 3 мм.

Колонка заполнена хроматоном  $N_1$ -AW-ЛЭС (0,16-0,20 мм) с 5% метилсиликона SE-30.

Температура колонки  $200^{\circ}\text{C}$ , детектора -  $230^{\circ}\text{C}$ , испарителя -  $250^{\circ}\text{C}$ .

Скорость газа-носителя азота - 30 мл/мин, поддув детектора - 150 мл/мин.

Испаритель вводит 5 мкл раствора. Время удерживания диктала относительно гексахлорбензола - 2 мин. 9 сек.

Абсолютное время удерживания гексахлорбензола - 1 мин. 25 сек.

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

---

Типография ВАСХНИЛ