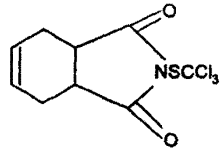
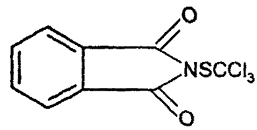
Утверждено 31.07.1973

Хроматографическое (ТСХ) и колориметрическое определение каптана и фталана в вине, виноградном соке, листьях и ягодах винограда, яблоках, почве и воде

Каптан (ванцид, мелипур, ортоцид-406) – N- (трихлорметилтио)-циклогексен-4-дикарбоксимид-1,2. Фталан (фалтан, фолпет, тио-фал) – N-(трихлорметилтиофталимид). Оба препарата – кристаллические вещества, не растворяются в воде, хорошо растворяются в бензоле, ацетоне, этиловом спирте, диэтиловом эфире, хлороформе. Относительная молекулярная масса первого препарата 300,61, второго 296,55.



Каптан



Фталан

Принцип метода. Метод* основан на извлечении препаратов бензолом, очистке экстрактов от примесей и хроматографическом или колориметрическом определении пестицидов. Определяемый минимум тонкослойной хроматографией (ТСХ) 0,005 мг/л вина, сока или воды, 0,03 мг/кг яблок, ягод винограда или почвы, 0,05—0,10 мг/кг листьев. Чувствительность колориметрического метода 0,05 мг/л воды, вина или сока, 0,05 мг/кг яблок, ягод винограда или почвы, 0,15—0,20 мг/кг листьев.

Реактивы и растворы

Бензол х. ч.
Диэтиловый эфир (медицинский для наркоза).
Натрий сернокислый безводный х. ч.
Окись кремния для люминофоров.
Гипс медицинский.

---

* Ф. П. Вайнтрауб, Л. П. Дронь (ВНИИ биологических методов защиты растений).

gost.e-ecolog.ru

Резорцин свежесублимированный.

Кислота уксусная ледяная х. ч.

Стандартные растворы каптана и фталана в бензоле (100 мкг/мл).

Уголь активированный КАД-молотый.

Хромогенный реактив. 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 2,5 мл дистиллированной воды, приливают 1,5 мл 25 %-ного аммиака и доводят ацетоном до 50 мл. Реактив сохраняют в темной склянке не более семи дней.

Приборы и посуда

Делительные воронки вместимостью 0,5 л.

Колбы конические на 0,5—0,7 л.

Колбы круглодонные на 0,3—0,5 л.

Пробирки химические 20 × 200 мм.

Аппарат для встряхивания.

Воронки химические.

Прибор для микросублимации (см. рис. 10)

Пластинки стеклянные 8 × 16 см.

Камера хроматографическая.

Источник ультрафиолетового излучения.

Баня глицериновая.

Баня водяная.

Центрифуга.

Цилиндры мерные со шлифом.

Фотоколориметр ФЭК-56.

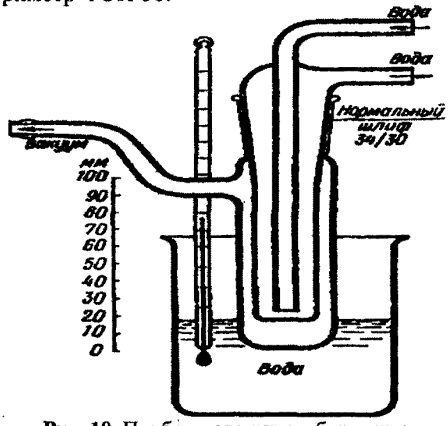


Рис. 10. Прибор для микросублимации.

Приготовление пластинок

1 г окиси кремния, 0,1 г гипса и 4,5 мл дистиллированной воды встряхивают 1 мин, смесь выливают на пластинку. Пластинки оставляют при комнатной температуре на 30 мин, затем активируют 30 мин при 75—80 °С. Хранят пластинки в эксикаторе над слоем силикагеля.

Ход анализа. Вино, виноградный сок, вода (речная, колодезная). 100 мл пробы встряхивают в делительной воронке с 25—30 мл бензола 5 мин. Образующуюся эмульсию разрушают добавлением нескольких капель метанола или центрифугированием 3—5 мин при 7000 об/мин. Бензольный экстракт фильтруют в колбу через слой безводного сернокислого натрия и отгоняют на водяной бане до 0,5—1,0 мл. Следы растворителя удаляют током воздуха. Сухой остаток растворяют в диэтиловом эфире. Эфирный раствор используют для качественного и количественного определения.

Листья и ягоды винограда, яблоки, почва. 20 г измельченных листьев, 100 г ягод винограда или нарезанных дольками яблок, 100 г почвы экстрагируют 1 ч бензолом на аппарате для встряхивания. Отношение массы пробы к объему растворителя должно быть не менее 1 : 2. Экстракты фильтруют через слой безводного сернокислого натрия и упаривают до объема 0,5—1 мл. Растворитель удаляют досуха, остаток растворяют в диэтиловом эфире. Эфирный раствор переносят количественно в патрон прибора для вакуумной дистилляции. Дистилляцию проводят 30 мин при 125—130 °С (глицериновая баня) и вакууме не менее 2—3 мм рт. ст. Дистиллированные препараты смывают с «пальца» диэтиловым эфиром.

Для колориметрического определения препаратов, кроме вакуумной дистилляции, необходима еще дополнительная очистка. Для этого смыв с холодного «пальца» встряхивают 30 с с активированным углем КАД-молотый (1 г). Раствор фильтруют через плотный бумажный фильтр.

Хроматографическое определение. Экстракт концентрируют до объема 0,3—0,5 мл и наносят на пластинку. Рядом наносят экстракт контрольной пробы и стандартные растворы препаратов. Подвижным растворителем служит бензол. После хроматографирования пластинку тщательно проветривают до полного испарения растворителя и опрыскивают проявляющим реактивом. Через 10 мин пластинку подвергают ультрафиолетовому облучению. Ртутно-кварцевую лампу необходимо включать за 10—15 мин до облучения пластинок. Через 1—2 мин после облучения на хроматограмме появляются темно-коричневые пятна. Ве-

личина R_f каптана 0,30—0,35, фталана 0,55. Незначительное количество коэкстрактивных веществ пестицидов не мешает.

Колориметрическое определение. Очищенный экстракт упаривают до небольшого объема и количественно переносят в жаростойкую пробирку. Добавляют 0,5 г резорцина и выдерживают пробирку на глицериновой бане 20 мин при 135—138° С. Пробирки вынимают поочередно и сразу же, пока резорцин находится в расплавленном состоянии, приливают 15—20 мл ледяной уксусной кислоты. Содержимое пробирки переносят в мерный цилиндр, объем доводят до 25 мл. Окрашенный раствор колориметрируют через 5—10 мин в кювете с толщиной слоя 5 см при синем светофильтре (428 нм). Раствором сравнения служит ледяная уксусная кислота. Параллельно измеряют оптическую плотность контрольной пробы, которая не должна превышать 0,01—0,03.

Содержание препарата в пробе находят по калибровочному графику. Ледяную уксусную кислоту можно заменить абсолютным этиловым спиртом. Для этого его кипятят 1 ч с негашеной известью в колбе с обратным холодильником, а затем отгоняют.

Для построения калибровочного графика в пробирки вносят 0, 0,05, 0,1, 0,2...1,0 мл стандартного раствора препарата и 0,5 г резорцина. Пробирки выдерживают на глицериновой бане при 135—138 °С. Далее поступают так, как описано для проб.

Расчет. Содержание пестицидов в пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P}, \text{ где}$$

X – содержание пестицида в исследуемом объекте, мг/кг или мг/л;

A – количество препарата, найденное в пробе на хроматограмме путем сравнения со стандартами или по калибровочному графику, мкг;

P – масса или объем исследуемой пробы, г или мл.

gost.e-ecolog.ru