ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

М Е Т О Д Ы
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть V

М о с к в а, 1971 г.

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С
ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ
ПРИ МСХ СССР

Утверждено

Заместителем Главного санитарного
врача Союза ССР

Д.Н.Лоранским

1971 г.

М Е Т О Д Ы
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть У.

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРАТА МАГНИЯ В ПРЕПАРАТЕ-ДЕФОЛИАНТЕ, ХЛОПКОВОМ МАСЛЕ, ШРОТЕ, ЖМЫХЕ, СЕМЕНАХ, ЯДРАХ СЕМЯН И ВОЛОКНЕ ХЛОПЧАТНИКА

Характеристика препарата

Хлорат магния высокоэффективный и широкоиспользуемый дефолиант хлопчатника. Химически чистый хлорат магния представляет собой бесцветное кристаллическое вещество, при 35°С частично плавится с выделением воды. Растворяется в воде, этаноле, ацетоне. Хлорат магния высоко гигроскопичен.

Принцип метода [x]

Метод основан на окислении бензидина хлоратом магния в кислой среде с последующим колориметрированием желтой окраски. Экстракцию пестицида из волокна, семян, ядер семян, шрота, жмыха проводят ацетоном. После отгонки растворителя, остаток обрабатывают водой. Из хлопкового масла препарат извлекают 0,05 н соляной кислотой, пропускают через колонку с анионитом АВ-17 в ОН форме, элюируют хлорат-ион раствором 2н серной кислоты.

Реактивы и растворы

Хлорат калия х.ч.
Хлорат магния, ГОСТ 10483-66
Бензидин солянокислый, 0,5% раствор в 0,06н соляной кислоте
Кислота серная уд. вес 1,84; конц., 1н, 2н
Кислота соляная уд. вес 1, 17; 0,05н; 0,06н; 2н
Ацетон х.ч. или ч.д.а.
Петролейный эфир, фракция 40-60°
Анионит АВ-17
NaOH или KOH х.ч., 5% раствор
Аммоний роданистый ч.д.а.
Серебро азотнокислое ч.д.а., 1% раствор в воде
Фенолфталеин ч.д.а., 1% раствор
Спирт этиловый ректификационный

---

x Метод разработан Ш.Т.Талиповым, Р.Х.Джиянбаевой, У.Х.Хамидовой, Н.Ф.Белобородовой.
(ТашГУ им. В.И.Ленина и САФ ВНИИ жиров, г. Ташкент)

Стандартный раствор хлората готовят из свежеперекристаллизованного хлората калия с содержанием I мкг/мл и I0 мкг/ мл хлорат-иона. Раствор хлората магния готовят растворением точной навески в дистиллированной воде.

Подготовка анионита АВ-I7.

Ионообменную смолу АВ-I7 растирают в агатовой ступке. Для выделения нужной фракции смолу помещают в цилиндр на I л, заливают водой и взмучивают. Для работы отбирают фракцию, оседающую в течение 60 сек. Анионит помещают в колонки и промывают раствором 2н соляной кислоты для удаления ионов железа (до отрицательной реакции с роданидом аммония). От избытка соляной кислоты смолу отмывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (реакция с нитратом серебра). Для преведения анионита в ОН форму анионит обрабатывают 5%-ным раствором щелочи до равенства концентраций щелочи до и после пропускания через слой анионита. От избытка щелочи отмывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион гидроксила (реакция с фенолфталеином), высушивак. анионит на воздухе. Хранят в закрытом сосуде. В работе используют колонку, на дно которой помещают стеклянную вату, I гр. сухой смолы.

Приборы и посуда

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или ФЭКН-57
Ионообменная колонка-бюретка диаметром I2 мм
Набор пипеток на I, 2, 5 мл
Колбы мерные на 25, 50, I00 мл
Воронки делительные на 50, I00, 200 мл
Фильтры бумажные
Вата стеклянная
Баня водяная
Весы аналитические
Весы технические

Описание определения

Построение калибровочного графика. Калибровочный график строят из стандартных растворов хлората калия с Т=I мкг/мл и Т=I0 мкг/мл хлорат-иона. В мерные колбы на 25 мл вводят 0,5; I,0; ..... 5,0 мл (0,5; I,0; I,5; 2,0мл для Т=I0 мкг/мл) стандартного раствора хлората, приливают 0,75 мл 0,5% раствора солянокислого бензидина, I5 мл серной кислоты

I8н, нагревают на кипящей водяной бане I,5 мин., затем растворы охлаждают под проточной водопроводной водой до комнатной температуры и доводят объем до метки серной кислотой I8н. Растворы перемешивают и фотометрируют в кюветах толщиной слоя 5,0 см для Т=I мкг/мл и толщиной слоя I,0 см для растворов с Т=I0 мкг/мл при λ =430 нм. В качестве растворов сравнения используют дистиллированную воду.

А. Определение действующего начала (гексагидрата хлората магния) в препарата-дефолианте.

Точную навеску препарата 0,I гр растворяют в мерной колбе на I00 мл, разбавляют дистиллированной водой перед определением в I00 раз. На анализ берут 2,0 мл приготовленного раствора. Дальнейший ход определения как при построении калибровочного графика. Рассчитывают содержание хлората магния в препарате по формуле: $д = \frac{a.5.I,792}{I000}$; $\% = \frac{a.5.I,792}{I0}$, где

а-мкг хлорат-иона, найденное по калибровочному графику

I,792 - коэффициент пересчета на $Mg(ClO_3)_2 \cdot 6H_2O$

д - гр гексагидрата хлората магния

Б. Определение хлората магния в нерафинированном хлопковом масле. I0 мл хлопкового масла наливают в делительную воронку на 50 мл, прибавляют I0 мл петролейного эфира и I0 мл 0,05н соляной кислоты, умеренно встряхивают и дают слоям разделиться. Водный слой сливают через фильтр "синяя лента" для удаления следов масла. Экстракцию проводят три раза. Объединенные экстракты пропускают через колонку с АВ-I7 в ОН форме со скоростью 2 мл/мин, после чего их отбрасывают. Элюируют хлорат-ион раствором 2н серной кислоты до отрицательной реакции с 0,5% раствором бензидина. Элюат упаривают на водяной бане до объема 2-3 мл и количественно переносят в мерную колбу на 25 мл, прибавляют I5 мл серной кислоты, 0,75 мл 0,5% раствора бензидина и проводят дальнейшее определение как при построении калибровочного графика.

Расчет содержания хлората магния ведут по формуле:

$x = \frac{a}{y} \cdot I,I45$, где а-мкг хлорат-иона, найденное по калибровочному графику,

у - объем масла, взятого на анализ

I,I45 - коэффициент перерасчета на $Mg(ClO_3)_2$

Чувствительность определения - 0,5 мг/л.

В. Определение хлората магния в волокне, семенах, хлопковом необогащенном шроте, ядрах семян и жмыхе (обезжиренных петролейным эфиром).

Навеску образца волокна 3 гр., семян 10 гр, шрота 5 гр., ядер семян 3 гр.,жмыха5гр. заливают ацетоном:волокно и семена-в делительной воронке; шрот,ядра семян,жмых-в конической колбе. Волокно заливают таким количеством, чтобы ацетон покрывал его на 1-1,5 см; остальные образцы следующими количествами: семена - 30,20,20мл; ядра семян-10,10,10мл; шрот,жмых-15,15,10 мл. Встряхивают 1-2 мин и сливают экстракт через фильтр в стакан емкостью 100 мл. Экстракцию проводят трижды, экстракты объединяют и упаривают растворитель досуха при температуре 70-80°С. Затем стакан обмывают дистиллированной водой и количественно переносят через фильтр „синяя лента" в мерную колбу на 25 мл (общий объем воды 3-4 мл). Дальнейший ход анализа проводят аналогично определению действующего начала в препарате-дефолианте.

Расчет содержания хлората магния проводят по формуле:

$$x = \frac{a}{д} \cdot 1,145$$, где а - мкг хлорат-иона, найденное по К.Г.

д - навеска образца, гр

1,145 - коэффициент пересчета на $Mg(ClO_3)_2$

Чувствительность определения:	в шроте	0,4 мг/кг
	в жмыхе	0,5 мг/кг
	в ядрах семян	0,5 мг/кг
	в семенах	1,0 мг/кг
	в волокне	3,0 мг/кг

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

Методические указания по разработке газо-хроматографических методов анализа остаточных количеств пестицидов
составлено Пивоваровым Г.А. — I

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПРЕПАРАТЫ

Определение хлорорганических ядохимикатов (алдрина, гексахлорана, гептахлора, ДДТ, ДДД, ДДЭ и др.) в воде, овощах, фруктах и биологических средах методом газовой хроматографии- авторы: Гиренко Д.Б., Клисенко М.А. — II

Определение ДДТ, ДДЭ, ДДД, линдана и ТХМ-3 в молоке и молочных продуктах методом газовой хроматографии
авторы: Молочников В.В., Мочалов В.И., Моргунова А.П. — 18

Колориметрический метод определения ДДТ в молоке и молочных продуктах
авторы: Молочников В.В., Мочалов В.И. — 23

Определение остаточных количеств гексахлорбутадиена в вине, соке и воде методом газо-жидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов
авторы: Пивоваров Г.А., Гар К.А., Алексеева Е.М., Тимофеева О.Н., Шварцман Г.А. — 27

Спектрофотометрическое определение гексахлорбутадиена (ГХБД) в воздухе
авторы: Гулько А.Г., Драновская Л.М. — 33

Определение в растительных маслах ДДТ, Гамма-ГХЦГ и др. хлорорганических пестицидов
авторы: Клисенко М.А., Юркова З.Ф., — 36

Определение ДДТ, ГХЦГ, альдрина и гексахлорбензола в хлопковых протах, обогащенных и необогащенных липидами
авторы: Белова А.Б., Новикова Л.В. — 38

Определение ДДТ, ГПХ и γ -ГХЦГ в почве, сахарной свекле и картофеле методом тонкослойной хроматографии
авторы: Косматый Е.С., Гриценко Н.Н., — 47

Колориметрический экспресс-метод определения ДДТ в корне- и клубнеплодах 49
автор: Стешковская Л.А.

Определение полихлорпинена в воде, почве, картофеле свекле, ее ботве, мясе в присутствии ДДТ и других хлорорганических пестицидов и полихлоркамфена в почве 58
авторы: Клисенко М.А., Верблюдова Н.И., Косматый Е.С., Гриценко Н.И.

Определение остатков ГХЦ в растениях методом тонкослойной хроматографии 68
авторы: Косматый Е.С., Полонская Ф.И., Тверская Б.М.

Определение кельтана в огурцах методом тонкослойной хроматографии 66
авторы: Фомичева Л.Г., Ефимова Л.И.

Определение эфирсульфоната в винограде, соке, воде вине методом ТСХ 71
авторы: Голубев Т.И., Владимирова Л.Г., Колобродова Ю.И.

Фосфорорганические соединения

Определение акрекса и каратана в растительных продуктах и воде 74
авторы: Клисенко М.А., Шигидина А.М.

Определение бутифоса в продуктах промышленной переработки хлопка-сырца ~~семенах~~ хлопчатника методом тонкослойной хроматографии 80
авторы: Талипов Ш.Т., Джинбаева Р.Х., Халимова У.Х., Шейнина Р.И., Белобородова Н.Ф.

Полярографический метод определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве 86
авторы: Патрашку Ф.И., Сороцкая Л.Б.

Бумажно-хроматографический качественный и колориметрический количественный методы определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве 90
автор: Патрашку Ф.И.

Определение трихлорметафоса-3 в молоке и молочных продуктах с помощью тонкослойной хроматографии
авторы: Молочников В.В., Серебренникова В.А., Мочалов В.М. 96

Определение фосфамида, антио и карбофоса в воздухе методом газо-жидкостной хроматографии
авторы: Клисенко М.А., Гиренко Д.Б. 103

Определение сайфоса в воде, продуктах питания растительного происхождения, почве и биологическом материале
авторы: Клисенко М.А., Письменная М.В. 107

Определение сайфоса в воздухе методом хроматографии в тонком слое
авторы: Клисенко М.А., Письменная М.В. 114

Определение остаточных количеств фталофоса и фозалона в растительном материале, почве и воде
авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р. 120

Качественный и количественный методы определения фозалона в яблоках, яблоневых листьях, почве и воде
автор: Вылегжанина Г.Ф. 128

Определение фталофоса в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии
авторы: Заболотный К.Ф., Метелица В.К., Непоклонов А.А. 133

Количественное колориметрическое определение хлорофоса в молоке
автор: Стемпковский Л.А. 137

Определение амидофоса в молоке и мясе
авторы: Непоклонов А.А., Метелица В.К. 143

Определение байтекса в молоке и мясе
авторы: Родэ А.П., Непоклонов А.А. 150

Биохимический агар-диффузный метод определения фосфорорганических инсектицидов в продуктах животного происхождения
авторы: Непоклонов А.А., Метелица В.К. 156

Производные карбаматов

Колориметрический метод определения купрацина-I, купрацина-II, Манеба, Марцина, ТМТД в воздухе, продуктах питания растительного происхождения и биологических средах
авторы: Клисенко М.А., Векштейн А.Ш., 162

Экспрессное определение тетраметилтиурамдисульфида (ТМТД) в зерне и зернопродуктах
автор: Николаев А.В. 164

Определение остаточных количеств дикрезила в биологических средах методом тонкослойной хроматографии
автор: Сивохин П.А. 167

Прочие соединения

Определение 2-метокси-3,6-дихлорбензойной кислоты методом газо-жидкостной хроматографии
авторы: Рыжков А.А., Гейд Ю.П., Бабин Е.П., Свириденко А.С., Чекавская Л.А. 172

Количественное определение дикамбы (дианата, банвела-Д) в растениях и в почве методом хроматографии в тонком слое
авторы: Березовский М.Я., Самосват Л.С., Никотин В.В. 179

Определение диурона, линурона, монурона, пропанида, солана, фалорана в воде, почве, овощах методом хроматографии в тонком слое
автор: Самосват Л.С. 184

Колориметрический метод определения когорана (пахтарона) в хлопковом масле
авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р., Алдошина Т.В. 188

Качественное и количественное определение каптана и фталана в вине, виноградном соке, листьях и ягодах винограда, в почве и воде 193
авторы: Вайнтрауб Ф.П., Дронь Л.П.

Определение мельпрекса в воздухе 199
авторы: Сорокина Л.В., Клисенко М.А.

Определение прометрина в почве, воде и растительном материале методом хроматографии в тонком слое 203
автор: Дроздова О.А.

Определение феназона в свекле, почве и воде 207
авторы: Эгерт В.Э., Лиелгалве А.А.

Определение хлората магния в препарате-дефолианте, хлопковом масле, шроте, жмыхе, семенах, ядрах семян и волокне хлопчатника 213
авторы: Талипов Ш.Т., Жиянбаева Р.Х., Халимова У.Х., Белобородова Н.Ф.

gost.e-ecolog.ru