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

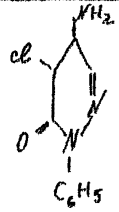
Часть У.

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 ФЕНАЗОНА В СВЕКЛЕ, ПОЧВЕ И ВОДЕ

Характеристика препарата



Феназон /пирамин, хлоразон/ 1-фенил-4-амино-5-хлорпиридазон-6 Чистый препарат- белое кристаллическое вещество с $t_{пл.}$ 205-206°С, давление пара при 40°С 0,074 атм. Растворимость в воде при 20°С 0,03%, в метиловом спирте 3,5% и в ацетоне 2,8%.

Феназон выпускается в виде 80%-ного смачивающего порошка и используется для обработки почвы.

x/

Принцип метода

Метод основан на разложении феназона в щелочной среде в присутствии цинковой пыли. Образующийся при этом эпиламин отгоняют, диазотируют, сочетают с альфа-нафтиламином и спектрофотометрически определяют интенсивность окрашивания раствора при длине волны 537 нм.

Чувствительность метода 1 мг феназона в 1 кг анализируемого продукта, почвы или 0,1 мг в 1 л воды.

Реактивы и растворы

Натр едкий "хч"(ГОСТ 4328-48); 40%-ный раствор.
Цинковая пыль
Уксусная кислота ледяная "хч"(ГОСТ 61-51)
Соляная кислота "хч" 1 н раствор
Натрий азотистокислый "хч" 2%-ный раствор
Сульфаминовая кислота "хч" 10%-ный раствор
Ацетон "ЧДА"
Дистиллированная вода
Этиловый спирт 96%

Альфа-нафтиламин "ЧДА" 2%-ный раствор в растворе этилового спирта в смеси с уксусной кислотой (5 : I)

Индикаторная бумага йодокрахмальная

Индикаторная бумага - Конго

Парафин "оч"

Стандартный образец феназона-(I-фенил-4-амино-5хлорпиридазона) дважды перекристаллизованный и высушенный до постоянного веса при 100-105°. (Для перекристаллизации растворяют 3 г феназона при нагревании в 100 мл 95% этилового спирта, фильтруют и охлаждают, выпавшие кристаллы феназона отделяют от растворителя путем фильтрации на стеклянном фильтртигле. Кристаллы промывают несколько раз холодным 95%-ным этиловым спиртом и сушат при 100° до постоянного веса).

Приготовление стандартного раствора феназона

0,I г перекристаллизованного феназона взвешивают с точностью до 0,0002 г количественно переносят в мерную колбу емкостью 500 мл, растворяют в небольшом объеме ацетона, доводят ацетоном до метки и содержимое колбы хорошо перемешивают. I мл стандартного раствора содержит 0,2 мг феназона.

Приборы и посуда

Прибор для дистилляции (см. рисунок I)

Спектрофотометр СФ-4

Отбор пробы

Средние пробы исследуемых корней сахарной свеклы в количестве не менее 10 корней, или ботвы в количестве не менее 5 кг, промывают холодной водой. От каждого корня берут I/8 часть, вырезая в продольном направлении дольку (типа дольки апельсина). Дольки измельчают на терке и перемешивают, отбирают средние пробы почвы и измельчают. До проведения анализа измельченные образцы хранят в холодильнике в стеклянных банках с хорошо притертыми стеклянными пробками.

---

x/ Разработан Е.Э.Ргерт, А.А.Лиелгалве, институт органического синтеза, Рига

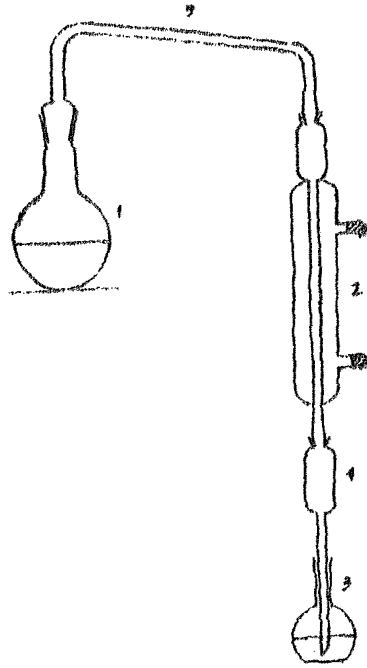


Рис.1. Прибор для отгонки продукта щелочного разложения феназона-анилина.

1 – Круглодонная колба жаростойкого стекла емкостью 250 мл со шлифом НШ 29 мм

2 – Холодильник со шлифом НШ 14,5 мм

3 – Мерная колба емкостью 100 мл

4 – Отводная трубка длиной 18-20 см диаметром 6-7 мм со шлифом НШ 14,5 мм

5 – Соединительная трубка с двумя шлифами: НШ 29 мм и НШ 14,5 мм

Описание определения

а) Определение в свекле, пищевых продуктах и почве

10 г исследуемого образца помещают в круглодонную колбу емкостью 250 мл, добавляют 5 г цинковой пыли, 70 мл 40%-ного раствора едкого натра и кусочек парафина (0,3-0,4г). К колбе присоединяют обратный холодильник и смесь кипятят в течение одного часа. После того как содержимое колбы остынет до 70° обратный холодильник отсоединяют. Колбу (1) при помощи трубки (5) соединяют с холодильником (2). В мерную колбу (3) емкостью 100 мл, в которой предварительно помещено 5 мл 1 н.раствора соляной кислоты, опускают отводную трубку(4), которая присоединена к холодильнику (2). Греют колбу(1) электрической плиткой или газовой горелкой.

После получения около 60 мл дистиллята колбу-приемник(3) отсоединяют от холодильника, а отводную трубку(4) промывают небольшим количеством дистиллированной воды. Промывную воду присоединяют к раствору, находящемуся в колбе (3), затем туда же прибавляют 5 мл уксусной кислоты. При помощи индикаторной бумаги Конго проверяют кислотность среды. Если среда недостаточно кислая, то прибавляют еще уксусную кислоту. Затем прибавляют 1 мл 2% раствора азотистокислого натрия, хорошо перемешивают содержимое колбы. По истечении 15 минут прибавляют 1 мл 10% раствора сульфаминовой кислоты, перемешивают. Индикаторная бумага йодкрахмальная от небольшой капли реакционной смеси не должна окрашиваться в синий цвет. В случае необходимости прибавляют еще раствор сульфаминовой кислоты до отсутствия реакции на индикаторной йодкрахмальной бумаге. Через 10

8.

мин. прибавляют 5 мл 2% раствора альфа-нафтиламина и хорошо перемешивают, и оставляют на 30 мин. Затем разбавляют содержимое колбы 1 н.раствором соляной кислоты до метки и хорошо перемешивают.

Если полученный раствор мутный, то его следует фильтровать через сухой фильтр в сухую колбу. Первые 15-20 мл фильтрата следует отбрасывать.

помещают
Раствор в кювету спектрофотометра длиной 10 см. В кювету сравнения такой же длины помещают предварительно приготовленный в вышеуказанных условиях 100 мл смеси, состоящей из 60 мл дистиллированной воды и тех же реактивов в тех же количествах.

Если при спектрофотометрировании полученное значение оптической плотности выше 0,9, то следует соответственно пользоваться более короткими кюветами.

В спектрофотометре определяют оптическую плотность при длине волны света 537 нм и по соответствующей калибровочной кривой определяют содержание феназона в образце.

б) Определение в воде

Для определения содержания феназона в воде 100 мл исследуемого образца помещают в круглодонную колбу емкостью 250 мл(1) и выпаривают примерно до 10 мл. Затем прибавляют 5 г цинковой пыли, 70 мл 40% раствора едкого натра и далее поступают как указано в пункте "а" этого же раздела.

Примечания:

1. Если при отгонке в холодильнике(2) наблюдается накопление парафина, то его следует почистить перед каждой последующей отгонкой.

2. Растворы реактивов - азотистокислого натрия и альфа-нафтиламина должны быть свежеприготовленными.

Построение калибровочной кривой

В колбу (I) помещают точно отмеренное количество стандартного ацетонового раствора феназона (0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 2,00 мл), при нагревании на водяной бане выпаривают ацетон, прибавляют 10 г измельченного образца соответствующего объекта исследований(сахарной свеклы или пищевых продуктов), не обработанного феназоном и далее поступают, как указано в предыдущем разделе.

Полученные оптические плотности в зависимости от взятых количеств феназона изображают в прямоугольной системе координат и строят соответствующую калибровочную кривую. Калибровочную кривую время от времени вышеуказанным способом проверяют.

10.

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