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.

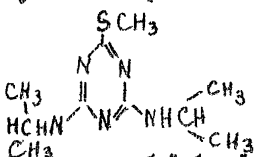
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОМЕТРИНА В ПОЧВЕ, ВОДЕ И РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОЕ.[x]

Характеристика препарата

Прометрин - 2-метил-тио-4,6 бис-изопропиламино-симм-триазин. Структурная формула :



Химически чистый прометрин представляет собой белый порошок с температурой плавления 120 - 121°С. Хорошо растворяется в органический растворителях, в воде - 48 мг/л.

Принцип метода

Метод основан на экстрагировании прометрина из исследуемой пробы органическим растворителем и последующем хроматографировании в тонком слое окиси алюминия. Подвижным растворителем служит смесь гексана и ацетона или четыреххлористого углерода и эфира, взятых в соотношении 4:1. Пятна прометрина обнаруживаются на пластинке при опрыскивании проявляющим раствором бромфенолового синего и азотнокислого серебра. Количественное определение производится путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов. Чувствительность метода составляет 0,05 мг/л для воды и 0,1 мг/кг для почвы и растительного материала. Метод специфичен при отсутствии других серусодержащих органических веществ, дающих окраску с бромфеноловым синим и имеющих одинаковое с прометрином значение R_f.

Реактивы и растворы.

Окись алюминия для хроматографии 2 степени активности с размером частиц не более 100 мкм.

Кальций сернокислый ч.д.а. ГОСТ 32 10-46. Просушивают в су-

---

[x] Метод разработан Дроздовой О.А. ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г. Киев.

шильном шкафу при температуре 150°С в течение 6 часов, хранят в банке с притертой пробкой.

Натрий сернокислый безводный, свежепрокаленный, хранят в банке с притертой крышкой.

Эфир для наркоза.

Ацетон

н-Гексан

Хлороформ

Четыреххлористый углерод

Стандартный раствор прометрина в гексане с содержанием 100 или 200 мкг/мл.

Проявляющие растворы: № 1 смесь равных объемов бромфенолового синего (0,4 % раствор) и азотнокислого серебра (2 % раствор). № 2. Иодная кислота 4 % раствор. № 3. Перманганат калия 0,25 % раствор.

Приборы и посуда.

Пластинки для хроматографии: стеклянную пластинку размером 9х12 см тщательно вымытую содой, хромовой смесью, дистиллированной водой и высушенную, покрывают сорбционной массой. Для приготовления сорбционной массы на 22 пластинки смешивают 50 г окиси алюминия с 5 г сернокислого кальция (оба компонента должны быть просеяны через сито). Смесь помещают в колбу, добавляют 75 мл воды и встряхивают 15 минут на аппарате для встряхивания. Около 5 г массы (одну чайную ложку) наливают на пластинку и, покачивая, равномерно распределяют по поверхности. Сушат пластинки в течение ночи при комнатной температуре и хранят в эксикаторе.

Шкаф сушильный.

Аппарат для встряхивания.

Прибор для отгонки растворителя.

Камера для хроматографирования - стеклянный сосуд с притертой крышкой. Можно использовать эксикатор.

Камера для опрыскивания - стеклянный сосуд диаметром 17-18см и высотой 15-16 см.

Пульверизаторы стеклянные.

Пипетки туберкулиновые на 1 мл.

Колбы мерные на 50-100 мл.
Колбы конические на 250-300 и 100-150 мл.
Воронки делительные на 250 - 300 мл.
Воронки конические.
Пипетки с оттянутым концом.
Фильтры бумажные.
Баня водяная.
Сито металлическое с диаметром отверстий 2-3 мм.

Экстракция прометрина из пробы.

а/Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку и трижды экстрагируют хлороформом по 20 мл. Экстракты объединяют, фильтруют через воронку с безводным сернокислым натрием (5 г) в колбу прибора для отгонки растворителей и отгоняют хлороформ почти досуха (0,1 мл).

б/ Почва. 100 г воздушносухой почвы, растертой в ступке и просеянной через сито, заливают наночь 80 мл эфира. Растворитель отфильтровывают, почву вымывают трижды эфиром по 20 мл. Объединенный экстракт помещают в колбу прибора для отгонки растворителей и отгоняют его почти досуха (0,1 мл)

в/ Картофель. 100 г чисто вымытого и измельченного картофеля помещают в колбу с притертой пробкой, заливают 100 мл эфира и оставляют на ночь. Затем растворитель сливают, пробу трижды промывают эфиром по 20 мл. Объединенный экстракт фильтруют через коническую воронку с безводным сернокислым натрием (5-10 г) в колбу от прибора для отгонки растворителей и отгоняют его почти досуха.

г/ Морковь, конопля, горох, клубника, зеленая масса. 100 г измельченной пробы помещают в колбу с притертой пробкой, заливают 100 мл н-гексана и оставляют на ночь. Растворитель сливают, пробу трижды промывают по 20 мл н-гексана. Экстракты собирают в делительную воронку на 250-300 мл, извлекают прометрин 0,1 н. соляной кислотой три раза по 50 мл. Объединенные порции солянокислого экстракта промывают 80 мл н-гексана. Подщелачивают 1 мл 50 % раствора едкого натрия и экстрагируют хлороформом из этого раствора прометрин хлороформом трижды по 20 мл (длительность экстракции 3 - 5 минут). Хлороформный экстракт дважды промывают дистиллированной водой по 20 мл и

фильтруют через коническую воронку с безводным сернокислым натрием в колбу дистиллятора прибора для отгонки растворителей и отгоняют почти досуха.

Хроматографирование

На середину хроматографической пластинки на расстоянии 1,5 см от края при помощи пипетки наносят исследуемую пробу в одну точку так, чтобы размер пятна не превышал 10 -12 мм. Колбу с пробой трижды тщательно смывают небольшими порциями эфира (0,5 мл), которые наносят на пластинку в центр того же пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят с помощью шприца стандартные растворы прометрина, так чтобы одно пятно содержало 5-10, а второе 10-20 мкг препарата. Пластинку с нанесенными пятнами помещают в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь четыреххлористого углерода и эфира для почвы и растений, гексана и ацетона для воды в соотношении 4:1. Смесь может быть использована однократно. Края пластинки погружают в растворитель не более чем на 0,5 см. После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и оставляют на несколько минут для испарения растворителя. Затем пластинку помещают горизонтально в камеру для опрыскивания и опрыскивают проявляющим реактивом № 1 и помещают в сушильный шкаф на 20 минут при температуре 50°С. После охлаждения пластинку опрыскивают проявляющим раствором № 2. В случае наличия прометрина в пробе на пластинке появляется синее пятно, расположенное на одинаковом уровне и аналогичное пятнам стандартных растворов. Для закрепления пластинку опрыскивают затем реактивом №3.

Количественное определение производится путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятна пробы с интенсивностью окраски и размером пятна стандартных растворов.

Расчет результатов анализа производится по формуле $X = \frac{A}{B}$, где X - содержание прометрина в анализируемой пробе в мг/л или в мг/кг, А-количество прометрина, найденное путем визуального сравнения, в мкг, Б- навеска исследуемой пробы в г или мл.

Количественное определение прометрина с надежной точностью можно проводить лишь до 50-60 мкг в пробе. При большем содержании препарата следует брать пропорционально часть экстракта.

Величина R$_f$ равна 0,5 ± 0,04.

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