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 МЕЛЬПРЕКСА В ВОЗДУХЕ

Характеристика препарата

Мельпрекс $C_{12}H_{25}NH-\underset{\underset{NH}{\|}}{C}-NH_2 \cdot CH_3COOH$

м.в. 287.

В чистом виде препарат представляет собой белые игольчатые кристаллы со слабым специфическим запахом. t пл. 186°. Растворим в спирте, в большинстве других органических растворителях не растворим. В воде при 20°С растворяется 0,06%. Стоек в умеренно щелочной или кислой среде.

Принцип метода[1)]

Метод основан на хроматографировании препарата в тонком слое окиси алюминия. Подвижным растворителем служит смесь метилового и изоамилового спиртов (I:I). Зоны локализации препарата обнаруживают после обработки пластинки раствором бромкрезолового пурпурового и гидроокисью натрия.

Количество препарата определяют путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов.

Чувствительность определения 2 мкг в пробе.

Реактивы и растворы

Окись алюминия для хроматографии.

Кальций сернокислый ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) ч.д.а.

Просушивают в сушильном шкафу при температуре 150°С в течение 6 часов.

Изоамиловый спирт.

Спирт метиловый (этиловый).

Едкий натр Iн и 0,0Iн растворы.

I) Метод разработан Л.В.Сорокиной, М.А.Клисенко, ВНИИГИНТОКС, 1971.

Вата медицинская (гигроскопическая), промывается эфиром и высушивается.

Фильтры АФА-ХА-10 или АФА-ХА-18.

Стандартный раствор мельдрекса с содержанием 100 мкг/мл. Раствор устойчив в течение трех месяцев.

Проявляющий реактив: 0,4 г. бромкрезолового пурпурового растворяют в 75 мл 0,01н раствора N aOH, доводят РН с помощью 0,01н раствора N aOH или HCl до 6 и разбавляют до 500 мл дистиллированной водой.

Приборы и посуда

Аспиратор.

Аллонжи стеклянные, заполненные 0,4 г гигроскопической ваты или фильтр АФА-ХА-10 (18), помещенный в виде конуса в патрон.

Пластинки для хроматографии размером 9х12 см.

Для приготовления сорбционной массы из окиси алюминия смешивают в фарфоровой ступке 50 г окиси алюминия с 5 г сернокислого кальция (оба компонента предварительно просеивают через сито 100 мел. или капроновую ткань), добавляют 75 мл дистиллированной воды и энергично перемешивают 3-5 минут. После образования однородной массы, ее тонким слоем наносят на пластинки.

Пульверизаторы стеклянные.

Пипетки емкостью 1 мл с делением 0,01 мл или медицинский шприц емкостью 1 мл для нанесения проб и стандартных растворов на хроматографическую пластинку.

Камера для хроматографирования.

Камера для опрыскивания.

Водяная баня.

Мерные колбы на 100, 500 мл

Отбор проб воздуха

Исследуемый воздух, содержащий мельпрекс, протягивают через аллонж, заполненный 0,4 г ваты или фильтр АФА-ХА-10 (18) со скоростью 1-10 л/мин.

Для анализа следует отобрать не менее 10 л воздуха.

Описание определения

Отобранную пробу воздуха (фильтр или вата) переносят в стакан и промывают 3 раза по 3 мл спиртом. Спиртовой раствор определяемого препарата упаривают до объема 0,3-0,5 мл на водяной бане. При большом содержании мельпрекса берется аликвотная часть экстракта. На середину хроматографической пластинки на расстоянии 1,5 см от нижнего края наносят исследуемую пробу в одну точку, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Колбочку с пробой 2 раза тщательно смывают небольшими порциями спирта (0,2-0,5 мл), которые наносят на пластинку в центр того же пятна.

Слева и справа от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы, содержащие 5 и 10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, на дно которой налит подвижный растворитель (смесь метилового и изоамилового спиртов 1:1).

После того, как растворитель поднимется на пластинке на 10,5 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до испарения растворителя. Для обнаружения препарата пластинку опрыскивают проявителем бромкрезоловым пурпуровым, дают пластинке просохнуть и затем опрыскивают 1н раствором едкого натрия. Мельпрекс проявляется в виде синих пятен на голубом фоне с R_f 0,74-0,8. Количественное определение препарата производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размером пятен стандартных растворов.

Расчет результатов анализа производят по формуле:

$$X = \frac{A}{V_0 \cdot 1000}$$

X - содержание исследуемого препарата в анализируемой пробе - мг/л

A - количество препарата, найденное путем визуального сравнения со стандартом

V_0 - объем взятой пробы воздуха в литрах, приведенный к нормальным условиям.

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