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.

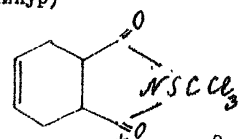
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

КАЧЕСТВЕННОЕ И КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАПТАНА И ФТАЛАНА В ВИНЕ, ВИНОГРАДНОМ СОКЕ, ЛИСТЬЯХ И ЯГОДАХ ВИНОГРАДА, В ПОЧВЕ И ВОДЕ[1)]

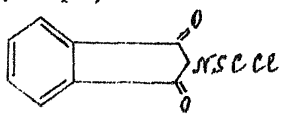
Характеристика препарата

Каптан (ванцид, мелипур)



белое, кристаллическое вещество, t пл.172°С, практически нерастворим в воде, плохо растворим в большинстве органических растворителей.

Фталан (фолпет, тиофал)



Белое кристаллическое вещество, t пл.177°С, нерастворим в воде, плохо растворим в обычных органических растворителях.

Принцип метода

Метод основан на извлечении каптана и фталана бензолом и определении либо качественно методом тонкослойной хроматографии, либо количественно по реакции с резорцином.

Реактивы и оборудование

Исходные растворы каптана и фталана в бензоле 0,2 мг/мл.

Кремневая кислота для люминофоров.

---

1) Методика составлена Ф.П.Вайнтрауб, Л.П.Дронь - ВНИИ биометода, Кишинев

Гипс медицинский

Бензол х.ч.

Эфир серный

Кислота уксусная ледяная

Резорцин свежесублимированный

Реактив для проявления пластинок

Источник У.Ф. света

Фотоколориметр

Стеклянные пластинки

На одну пластинку 7,5 х 15,5 см расходуют I г кремневой кислоты для люминофоров, 0,I г гипса и II,3 мл воды. Встряхивают одну минуту. Наносят на пластинку, оставляют на 30 минут на воздухе и активируют 30 минут при температуре 75°С.

Методы извлечения и очистки

I. Вино и виноградный сок

100 мл вина или виноградного сока переносят в делительную воронку, однократно извлекают 20-8 мл бензола, встряхивая в течение 5 минут. Образующаяся при этом стойкая эмульсия удаляется при центрифугировании (дважды 3 и 5 минут при 7000 оборотов). После центрифугирования бензол сливают, пробирки дважды ополаскивают и бензол отгоняют на кипящей водяной бане до 0,3-0,5 мл. Последние следы удаляют током воздуха.

Затем сухой остаток растворяют в серном эфире и количественно переносят в пробирку.

Для качественного определения не требуется никакой очистки.

2. Ягоды и листья винограда

Из 50 граммов ягод или 20 граммов листьев препараты извлекаются бензолом при встряхивании на шутель-аппарате в течение 30 минут. Экстракты упаривают до небольшого объема и переносят количественно в патрон прибора для микросублимации в вакууме (рис. I). Сублимацию проводят в течение 30 минут при 125-130°С (глицериновая баня) 2-3 мм Hg.

В этих условиях каптан полностью сублимируется, мешающие вещества возгоняются в очень незначительных количествах.

Для определения препарата на ягодах сублимированный каптан смывают серным эфиром (3-4 раза небольшим объемом), полученный раствор используют для качественного и количественного определения.

Для определения на листьях, кроме вакуумной сублимации необходима дополнительная очистка на колонке из окиси алюминия (7 г). Элюирование из колонки проводят 100 мл хлороформа.

3. Яблоки

Извлечение препаратов проводят также как из листьев и ягод. Используют целые плоды (аликвот соответствующий 20 г). Для качественного анализа достаточна очистка микросублимацией в вакууме. Для количественного определения необходима еще очистка встряхиванием смесью из активированного угля (КАД-молотый), целлита 545 и сернокислого натрия (1:0,5:0,5).

4. Вода

Определение каптана в речной и колодезной воде проводят также, как в вине и виноградном соке. Для количественного определения в колодезной воде требуется очистка микросублимацией в вакууме.

5. Почва

Для качественной идентификации каптан из почвы можно извлечь встряхиванием с бензолом в течение 30 минут. Для полного извлечения препаратов почву экстрагируют в аппарате Сокслета 8,0-8,5 часов.

Качественное определение

Упаренные до небольшого объема экстракты наносят на пластинку. Рядом с исследуемой пробой с заданным количеством препаратов наносят "контрольный" образец и "свидетель", чистый препарат. Затем пластинку погружают в подвижный растворитель (бензол). Через 15-20 минут фронт растворителя достигает 10 см. Пластинку вынимают из хроматографического сосуда, оставляют на воздухе до удаления паров растворителя, проявляют аммиачным раствором азотнокислого серебра и облучают У.Ф. светом. При этом соединения проявляются в виде темнокоричневых пятен. R_f каптана 0,8-0,85, R_f фталана 0,55.

Обнаруживаемый минимум составляет 0,5 микрограмма.

Чувствительность качественного метода:

5 микрограммов - яблоки, почва и вода, 0,5 микрограммов вино и виноградный сок. ГХЦГ, ДДТ, тиодан, гептахлор и ГХБД не мешают определению.

Количественное определение

Построение калибровочного графика

В пробирки, содержащие 5, 10, 20, 30 мкг каптана или фталана добавляют 0,5 г резорцина, и выдерживают при температуре 185-188°С 20 минут. По истечении этого срока пробирки вынимают и, пока резорцин находится в расплавленном состоянии, добавляют несколько мл ледяной уксусной кислоты. Затем пробирки охлаждают под краном до комнатной температуры и доводят объем до 25 мл уксусной кислотой. Колориметрируют

окрашенный раствор через 5-10 минут при синем светофильтре (428 ммк) против уксусной кислоты в кювете с толщиной слоя 5 см. Окраска стабильна в течение часа.

При проведении анализа резорциновым методом необходимо обратить внимание на следующее:

I. Для работы пригоден такой резорцин, который при реакции "холостой" пробы дает оптическую плотность не более 0,06 (толщина слоя 5 см). Перекристаллизация продажного резорцина из воды и бензола не всегда удовлетворяет этим условиям. Наиболее чистый реактив получают при сублимации.

2. При использовании для смывания каптана серного эфира, его необходимо удалять досуха перед добавлением резорцина. В противном случае образуются интенсивно окрашенные в малиновый цвет продукты, природа которых еще нами не выяснена. При наличии остатка бензола это явление не наблюдается.

Анализ каптана и фталана в вине, виноградном соке и др. проводят аналогично построению калибровочного графика.

Извлечение и очистка меняются в зависимости от изучаемой культуры.

Так как каптан и фталан при взаимодействии с резорцином дают одни и те же продукты реакции, их можно определить при совместном присутствии только после разделения.

Для этой цели была использована тонкослойная хроматография.

При проявлении пластинки азотнокислым серебром тщательно закрывают ту часть, на которой нанесены пробы. Таким образом в У.Ф. свете проявляется только "свидетель". На непроявленной части пластинки отмечают зону, соответствующую R_f свидетеля. Осторожно при помощи ланцета снимают в пробирку слой кремневой кислоты этой зоны, добавляют 10-25 мл бензола и кипятят с обратным холодильником 15-20 минут. После охлаждения бензольный слой декантируют и 2-3 раза ополаскивают пробирку. Полученный раствор используют для проведения реакции с резорцином.

Процесс хроматографирования с последующим элюированием может заменить отдельные способы очистки перед колориметрированием (вместо очистки пропусканием через колонку с окисью алюминия, встряхивания с целлитом 545).

Результаты проверки точности предлагаемого метода сведены в таблице I.

Таблица I

Задано мкг чистого каптан	Виноградный сок		Вино		Яблоки		Почва
	без ТСХ	с прим. ТСХ	без ТСХ	с прим. ТСХ	без ТСХ	с прим. ТСХ	с прим. ТСХ
	% извлечения						
5,0	I00,0	I00,0	I00,0	-	I00,0	I00,0	I00,0
I0,0	95,0	95,0	90,0	85,0	85,0	90,0	90,0
20,0	95,0	90,0	92,5	82,5	80,0	90,0	92,0
80,0	98,0	86,0	88,8	-	88,0	86,0	85,0

ТСХ - тонкослойная хроматография

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