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.

КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОТОРАНА (ПАХТАРОНА) В ХЛОПКОВОМ МАСЛЕ

Характеристика препарата

Которан (пахтарон) новый гербицид избирательного действия, рекомендованный для борьбы с сорняками в посевах хлопчатника. Действующее начало препарата *N* -(3-трифторметилфенил) *N'N* -диметилмочевина. В чистом виде это белое кристаллическое вещество с т. пл. 163-164,5°С.



М.в. 232,10

Растворимость котората в воде при 25°С - 90 мг/л. Препарат растворим в спирте, ацетоне, хлороформе и других органических растворителях.

$ЛД_{50}$ для мышей 850 мг/кг, для крыс 6000 мг/кг.

Принцип метода [x)]

Которан в хлопковом масле гидролизуют щелочью и одновременно отгоняют с паром в изооктан, образующийся трифторметиланилин. Трифторметиланилин извлекают из изооктана соляной кислотой, диазотируют и сочетают с α -нафтолом с последующим спектрофотометрическим определением при λ - 520 нм продукта реакции. Чувствительность метода - 0,5 мг/кг. Процент определения 72-103%.

---

x) Разработан Новиковой К.Ф., Мельцер Ф.Р., Алдошиной Т.В., ВНИИ химических средств защиты растений, Москва

Реактивы, растворы

Изооктан, х.ч. или бензол, свежеперегнанный

Серный эфир, х.ч.

Изопропиловый спирт, х.ч.

NaOH, 30%-ный раствор, 4Н раствор

HCl, 3%-ный раствор

$NaNO_2$, 0,1%-ный раствор

Na Br 5%-ный раствор

Сульфаминовая кислота 10%-ный раствор

α-нафтол, 1%-ный раствор в 4Н NaOH

Трифторметиланилин, свежеперегнанный в вакууме Т.кип. трифторметиланилина 89-91^{0}С при 24 мм рт. ст.

Стандартный раствор трифторметиланилина в 3%-ной соляной кислоте с содержанием 100 мкг/мл.

Приборы и посуда

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Аппарат для перегонки с паром

Установка для гидролиза (рис. 1)

Колбы Эрленмейера на 250 мл, 1 л

Мерные колбы на 100 мл

Делительные воронки на 1 л и 100 мл

Глицериновая баня

Пипетки на 1 и 10 мл

Мерные цилиндры

Химические воронки

Химические стаканы

Термостаты на 150 или 200°

Описание определения

10 г хлопкового масла (эквивалентные 5-40 мкг которана, что соответствует 0,5-4 мг/кг[x]) помещают в двугорлую колбу (1), емкостью 1 л, соединенную через дефлегматор с холодильником Либиха с одной стороны и с парообразователем (2) с другой стороны (рис. 1). Оттянутый конец холодильника опущен в приемник (3), емкостью 1 л, содержащий 100 мл изооктана или бензола. В колбу 1 добавляют мелконарезанные кусочки полиэтилена, 150 мл 30%-ного раствора NaOH и 150 мл воды. В парообразователь для равномерного кипения опускают кусочки пористого фаянса (для каждого определения свежие).

Перед работой все шлифы смазывают силиконовой смазкой. Соединяют приборы. Парообразователь и глицериновую баню под реакционной колбой начинают нагревать одновременно. В момент, когда вода закипит, температура бани должна соответствовать 120-130°С. Температуру бани постепенно повышают до 150-160°С. При работе надо следить, чтобы пену, образовавшуюся в реакционной колбе не перебросило в приемник. Температуру бани регулируют в вышеуказанных пределах и проводят гидролиз и отгон-

---

x) В этом интервале концентраций метод наиболее воспроизводим. При содержании которана в масле в количестве выше 4 мг/кг необходимо увеличить время гидролиза до 2,5-3 часов, либо уменьшить навеску масла до 5-2 г.

ку образовавшегося трифторметиланилина с паром в течение 1,5 часа. При работе с бензолом следует пользоваться нагревателями с закрытой спиралью. Оттянутый конец холодильника должен быть все время погружен в слой органического растворителя. После окончания гидролиза, отключают обогрев, отсоединяют приемник и переносят его содержимое в делительную воронку, емкостью 1 л. Отделяют нижний водный слой, а из органического слоя экстрагируют трифторметиланилин 3%-ным раствором HCl порциями три раза по 10 мл. Промывают органический слой 10 мл дистиллированной воды. Объединенные экстракты помещают в коническую колбу, емкостью 250 мл, охлаждают в бане со льдом в течение нескольких минут, а затем добавляют 1 мл 0,1%-ного раствора $NaNO_2$ и через 1 минуту 1 мл 5%-ного раствора $NaBr$. Раствор выдерживают 2 минуты, затем добавляют 1 мл 10%-ного раствора сульфаминовой кислоты и энергично встряхивают. Оставляют раствор на 10 минут для связывания избытка азотистой кислоты, затем приливают 10 мл 1,0%-ного раствора α-нафтола (pH 10). Окраску развивают в течение 30 мин. при комнатной температуре. Переносят раствор в делительную воронку, емкостью 100 мл и экстрагируют полученный краситель 35 мл. смеси изопропилового спирта с серным эфиром (1:1). Оптическую плотность полученного малинового раствора измеряют на спектрофотометре при λ = 520 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром. Окраска стабильна в течение часа. В качестве раствора сравнения используют смесь изопропилового спирта с серным эфиром (1:1). Количество трифторметиланилина находят по калибровочному графику, пост-

роенному по серии стандартных растворов чистого трифторметиланилина.

Содержание котарана в масле Ск в мг/кг вычисляют по формуле:

$$Ск = \frac{Ст \cdot I,44}{Н} \text{ мг/кг, где}$$

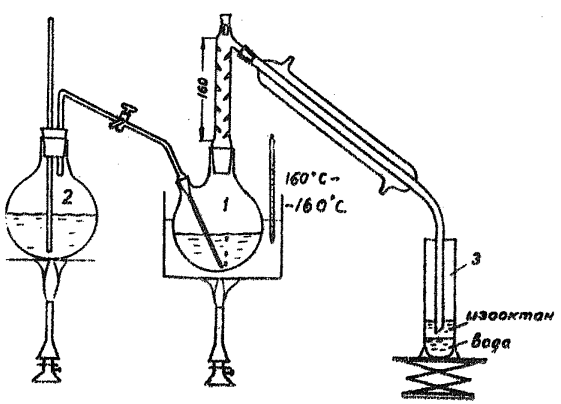
Ст - количество трифторметиланилина, найденное по калибровочному графику в мкг

Н - навеска масла в г

I,44 - пересчетный коэффициент на котаран

Для построения калибровочного графика в 30 мл 3%-ной соляной кислоты добавляют 0; 0,02; 0,05; 0,I; 0,2; 0,3; 0,5 мл стандартного раствора трифторметиланилина, что соответствует 0; 2, 5, I0, 20, 30 и 50 мкг.

К полученному раствору добавляют I0 мл воды, раствор охлаждают в ледяной бане, далее определение проводят по схеме, описанной для рабочей пробы.



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