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 ДИУРОНА, ЛИНУРОНА, МОНУРОНА, ПРОПАНИДА, СОЛАНА, ФАЛОРАНА В ВОДЕ, ПОЧВЕ, ОВОЩАХ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОЕ 1/

Принцип метода

Метод основан на извлечении препаратов из исследуемой пробы органическими растворителями, отгонке растворителя и хроматографировании в тонком слое окиси алюминия. Пятна на пластинке обнаруживаются после термического разложения препаратов до ароматического амина, диазотирования последнего нитритом натрия и азосочетания солей производных фенилдиазония с 1-нафтолом.

Чувствительность метода 5-10 мкг препарата в пробе. Количественное определение производится путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов.

Реактивы и растворы

Окись алюминия для хроматографии с размером частиц 100 меш.

Кальций сернокислый, чда. Просушивают в сушильном шкафу при температуре 150°С в течение 6 часов. Хранят в банке с притертой пробкой.

Стандартные растворы препаратов в ацетоне с содержанием 200 мкг/мл.

Проявляющий реактив № 1 : к смеси 46 мл воды и 4 мл концентрированной соляной кислоты, х.ч.(уд.в.1,19) прибавляют 1 г нитрита натрия, х.ч.

Проявляющий реактив № 2 : к раствору 2,8 г едкого калия, х.ч., в 50 мл воды добавляют 0,1 г 1-нафтола, чда.

1/ Разработан Л.С.Самосват.
Киевский институт усовершенствования врачей.
Утвержден в качестве дополнительного.

Примечание: Проявляющие растворы применяют только свежеприготовленными.

Описание определения

Экстракция из пробы

Вода. 200 мл пробы помещают в делительную воронку и трижды экстрагируют хлороформом по 25 мл. Объединенные экстракты высушивают над сернокислым натрием безводным (5-7г) в течение 15-20 мин после чего отгоняют растворитель до 0,1-0,2 мл.

Почва. 100 г воздушносухой почвы, просеянной через сито, заливают на ночь 80 мл хлороформа. Объединенные экстракты отгоняют до 0,1-0,2 мл.

Картофель. 100 г вымытого и тонко измельченного картофеля заливают 100 мл эфира и оставляют на 2 часа. Растворитель сливают, пробу промывают трижды по 25 мл эфира, объединяют экстракты и отгоняют растворитель до 0,1-0,2 мл.

Лук-репа. 30 г измельченного лука заливают на ночь 50 мл н-гексана. Экстракт фильтруют, высушивают и испаряют растворитель досуха.

Зеленый горошек, зерна кукурузы, зеленого лука. 40 г измельченной пробы заливают на ночь 15 мл концентрированной серной кислоты, затем осторожно добавляют 100 мл воды, нейтрализуют раствор 50% водным раствором едкого натра и прибавляют еще 8-10 мл раствора щелочи. Экстрагируют смесь трижды н-гексаном порциями по 25 мл, экстракт высушивают и выпаривают растворитель досуха.

Морковь, томаты. 50 г измельченной пробы заливают на ночь хлороформом. Экстракт отфильтровывают, пробу промывают хлороформом, присоединяют его к экстракту.

Экстракт высушивают безводным сернокислым натрием и испаряют растворитель досуха. К сухому остатку прибавляют 3-4 мл концентри

рованной серной кислоты и выдерживают 30–60 мин. Затем добавляют 30 мл воды, нейтрализуют и подщелачивают 50%-ным водным раствором едкого натра. Смесь охлаждают и трижды экстрагируют н-гексаном порциями по 25 мл. Экстракты объединяют и отгоняют растворитель досуха.

Сухой остаток после удаления растворителя растворяют в небольшом количестве диэтилового эфира и наносят на пластинку. Рядом с пробами наносят стандартные растворы анализируемых препаратов. Пластинку с пробами помещают в камеру для хроматографирования, в которую налит подвижный растворитель /табл.I/. После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения растворителя. Затем пластинку помещают в сушильный шкаф, нагретый до 160–170°С, и выдерживают при этой температуре в течение часа. Вынутую пластинку после охлаждения помещают в камеру для опрыскивания и опрыскивают проявляющим реактивом I и сразу же реактивом 2.

Примечание: Расход реактива 2 примерно втрое больше, чем I. При наличии препаратов в пробе на хроматограммах проявляются красные пятна.

В табл.I приведены подвижные растворители и величины Rf анализируемых препаратов. Количественное определение можно проводить только до 40–50 мкг препарата в пробе. При большем содержании препарата пятна на пластинках получаются размытыми и это затрудняет сравнение их со стандартами. В этом случае следует использовать пропорциональные части анализируемых экстрактов.

Табл.I

Препарат	Подвижный растворитель	Rf
Диурон	Диэтиловый эфир	0,41 ± 0,05
Лунурон	Четыреххлористый углерод и диэтиловый эфир 3:2	0,42 ± 0,04
Монурон	Диэтиловый эфир	0,43 ± 0,05
Пропанид	Четыреххлористый углерод	

Препарат	Подвижной растворитель		
	и диэтиловый эфир	I : I	0,32 ± 0,03
Солан	Четыреххлористый углерод и диэтиловый эфир	I : I	0,7 ± 0,04
Фалоран	Диэтиловый эфир		0,45 ± 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