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.

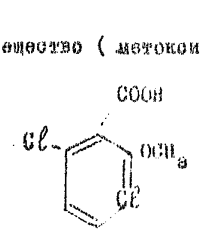
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИКАМБЫ (дианата, банвела -Д) в растениях И В ПОЧВЕ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОЕ[x]

Характеристика препарата.

Действующее вещество (метокси - 3,6 -дихлорбензойная кислота).



$C_8H_6Cl_2O_3$

Мол.вес 221,05
Темп.плавл. 114-116°С

Дикамба- белое кристаллическое вещество, без запаха, стабильное, негигроскопичное. Растворимость в воде при 25°С: кислоты - 0,15 г/100 мл, диметиламинной соли - 72 г/100 мл по к.э.. Хорошо растворяется в спиртах, серном эфире, хлороформе и ацетоне; слабо - в петролейном эфире. Синонимы дикамбы - дианат, банвел Д.

Гербицид мало токсичен для теплокровных, $ЛД_{50}$ 1040-1100 мг/кг.

Принцип метода

Метод основан на извлечении дикамбы из пробы серным эфиром, очистке экстракта и хроматографировании в тонком слое силикагеля. Подвижным растворителем служит бензол-н-гексан - ледяная уксусная кислота в соотношении: 5:10:3. Пятна на пластинке обнаруживают после термического разложения дикамбы до 3,6 - дихлорсалициловой кислоты, способной давать окрашенные комплексы с растворами солей трехвалентного железа.

---

x/ М.Н.Березовский, Л.С.Самосват, В.В.Нихотин, ВНИИГИНТСКС, Киев ТСХА.

Чувствительность метода - 0,5 мкг при определении в тонком слое и 10 мкг в образце при последующем колориметрическом определении. Процент определения дикамбы- 85-95%. Метод специфичен.

Реактивы и растворы.

Силикагель КСК-2,5, с размером частиц не более 1[5] мем.

Кальций сернокислый, ЧДА, просушенный в сушильном шкафу при 150[0] в течение 6 часов

Кислота серная, хч, 10%-ный раствор

Едкий натр, хч, 0,2%-ный водный раствор

Эфир серный, хч

Фосфорно-вольфрамовая кислота, ЧДА, 40%-ный водный раствор

Натрий сернокислый безводный, ЧДА

Спирт этиловый, ректификат

Спирт н-пропиловый, ЧДА

Бензол перегнанный

Н-гексан, хч

Хлорное железо, 1%-ный водный раствор

Стандартный раствор химически чистой дикамбы в этиловом спирте, 100 мкг/мл

Приборы и посуда.

Стеклянные пластинки для хроматографии размером 13 х 18 см. Для приготовления сорбционной массы на одну пластинку смешивают предварительно просеянные 2,5 г силикагеля, 0,25 г сернокислого кальция и 8,5 мл воды. После высушивания при комнатной температуре пластинку активируют в течение часа при 105-110[0]С.

Аппарат для встряхивания
Сушильный шкаф
Испаритель-концентратор
Аппарат Шталя для приготовления пластинок
Вакуум-насос
Колбы Бунзена
Воронки Бюхнера
Камера для хроматографирования
Пульверизаторы стеклянные
Баня водяная
Воронки делительные
Фотоэлектроколориметр

Описание определения

Экстрагирование и очистка

Растительные образцы 5-10 г гомогенизированного растительного материала естественной влажности или 1-5 г воздушно-сухого образца помещают в колбу, заливают 50 мл 0,2% -ного раствора едкого натра и встряхивают в течение 30 минут. Экстракт подкисляют путем добавления 10 мл 10%-ного раствора H_2SO_4. В колбу добавляют 10 мл 40%-ного раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты, тщательно перемешивают и через 20-30 мин. отфильтровывают через плотный бумажный фильтр на воронке Бюхнера. Остаток на фильтре дважды промывают разбавленной серной кислотой по 10 мл. Общий фильтрат переносят в делительную воронку и экстрагируют трижды серным эфиром порциями по 50 мл. Эфирный экстракт высушивают над безводным сульфатом натрия и выпаривают досуха в испарителе-концентраторе на водяной бане при температуре 40-50°. Остаток растворяют в 0,2-0,5 мл. спирта.

Почва. 20 г воздушно-сухой почвы тщательно растертой и пропущенной через сито в I мм, помещают в колбу и заливают 100 мл дистиллированной воды и встряхивают в течение 30 мин. Почвенную суспензию подкисляют серной кислотой до pH < I и после 20-ти минутного перемешивания фильтруют через плотный складчатый фильтр. Далее поступают также как описано выше при экстрагировании растительного образца, начиная со слов: ... "Остаток на фильтре дважды ..."

Хроматографирование

Спиртовый раствор остатка и эквивалентную часть количественно переносят при помощи мерного капилляра на пластинку для хроматографии, а рядом в качестве свидетеля наносят стандартный раствор, содержащий количество дикамбы близкое к ожидаемому в образце. Хроматографируют в смеси-бензол: н-гексан: ледяная уксусная кислота (5 : 10 : 3). Влажную пластинку выдерживают в сушильном шкафу в течение двух часов при 185-200°С.

Для количественного определения содержания дикамбы пластинку опрыскивают I%-ным раствором хлорного железа. При этом получают оранжево-красные пятна, расположенные на одинаковом уровне со свидетелями и аналогичные им по цвету; R_f - 0,71. Визуальное сравнение интенсивности окраски и размера пятен образцов и стандартных растворов дает представление о примерном содержании гербицида в образце.

Количественное определение.

Закрывают полоску пластинки, где расположены пробы (экстракты образцов), а остальную часть пластинки опрыскивают I%-ным раствором хлорного железа. Установив по

пятнам свидетели местонахождение дикамбы в образце, снимают в этом месте слой сорбента, переносят его количественно в воронку Шотта и элюируют 5 мл н-пропилового спирта. К элюату добавляют 0,2 мл 1%-ного раствора хлорного железа и через 30 мин. колориметрируют на ФЭКЕ в кювете 10 мм(светофильтр № 2). В качестве раствора для сравнения применяют вытяжку из контрольного растительного или почвенного материала. Содержание дикамбы в образце определяют по калибровочному графику.

Для построения калибровочного графика навески растительного материала(или почвы), не содержащего дикамбы, смешивают с определенными количествами стандартного раствора химически чистой дикамбы и проводят анализ аналогично описанному. По полученным данным колориметрических измерений строят графи в интервалах от 10 до 100 мкг.

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