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.

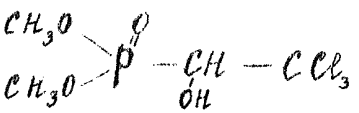
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

Количественное колориметрическое определение хлорофоса в молоке

Характеристика препарата

Хлорофос (трихлорфон, диптерекс, Байер Л-13/59 и др.)



Хлорофос - белое кристаллическое вещество без запаха, плавящееся при 83-84°; действующим началом является О,О - диметил (I окси - 2, 2,2 - трихлоретил) фосфат.

Мол.вес 257,45.

Препарат растворим в спирте, бензоле, этилацетате и большинстве хлорированных углеводородов; плохо растворим в н-гексане, н-пентане, петролейном эфире. Сравнительно хорошо растворим в воде (при 25° растворяется 15,4 г) 100 мл воды).

Технический продукт может иметь различный вид - от твердого белого вещества, до жидкого или густого в виде меда с резким специфическим запахом эфира; температура плавления - 68-70°.

Хлорофос находит широкое применение в сельском хозяйстве для защиты растений, в ветеринарии и санитарии. Это контактный и кишечный яд. Обладая высокими инсектицидными свойствами, он сравнительно мало токсичен для теплокровных животных и человека.

Во всех пищевых продуктах хлорофос допускается не более 1 мг/кг.

Принцип метода[1)]

Метод основан на экстракции пестицида из створоженного (или упаренного) молока растворителем, извлечении из масля-

1) Разработан Стемпковской Л.А., институт гигиены питания, Киев

чистого остатка после удаления растворителя водой, окисления хлорофоса смесью бихромата калия с серной кислотой и определении продукта разложения его на основе реакции Фудживара. Чувствительность метода 0,2 мг/л. Ошибка определения ± 10%.

Реактивы и растворы

Серный эфир, х.ч.

Кислота серная, х.ч. (уд.вес = 1,84)

Бихромат калия, х.ч.

Натрий едкий, х.ч.

Водные растворы едкого натра 30% и 2,0%

Кислота ортофосфорная, х.ч., уд.в = 1,7 или ледяная уксусная, х.ч.

Сульфат натрия безводный, свежепрокаленный

Пиридин, х.ч. или ч.

Если пиридин дает положительную реакцию по Фудживара, его очищают следующим образом: К 250 мл пиридина добавляют 15 мл 2% раствора едкого натра, крупинку перманганата калия и кипятят 30-40 минут с обратным холодильником. При охлаждении прибавляют едкий натр до образования двух фаз (~ 20 г), отделяют пиридиновый слой и перегоняют, используя для нагрева глицериновую баню.

Приборы и посуда

Колбы конические с притертыми пробками, емк. 250 и 500 мл.

Прибор для гидролиза (круглодонная колбочка, емк. 50-100 мл с обратным холодильником на шлифе).

Колбы круглодонные, емк. 50 мл.

Колба на 500 мл с обратным холодильником.

Либиховский холодильник.

Делительные воронки, емк. 50 мл.

Чашки Петри.

Стаканы химические, емк. 80-100 мл.

Воронки химические (ø 8 см).

Цилиндры мерные, емк. 100 и 250 мл.

Колориметрические пробирки, емк. 10-15 мл.

Термометр (на 100 и 200°С).

Резиновая груша.

Баня водяная.

Баня глицериновая.

Электроплитка.

Фотоэлектроколориметр.

Фильтры.

Описание определения

Извлечение пестицида из молока может быть проведено двумя методами:

I. К 50 мл молока добавляют 0,8 мл концентрированной ортофосфорной (или уксусной) кислоты и 50 г свежепрокаленного безводного сульфата натрия[1] и экстрагируют хлорофос из полученной смеси 100 мл серного эфира в течение 10 минут[2] при энергичном перемешивании. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр и после замера его объема удаляют растворитель на водяной бане при температуре 45-50° до получения сухого остатка.

2. 50 мл молока подсушивают в чашке Петри на водяной бане (или батарее) при температуре не выше 55° до получения творогообразной массы. При помощи стеклянной палочки

---

1) Во избежание образования комков сульфат натрия добавляют небольшими порциями при тщательном перемешивании смеси

2) Если сульфат натрия плохо прокален, то для улучшения отделения жидкой фазы створоженного молока от растворителя, необходимо увеличить объем растворителя до 150-200 мл

полученную массу переносят в химический стакан и экстрагируют хлорофос 30-40 мл серного эфира, прибавляя последний дробно по 6-8 мл. Смесь при экстракции слегка подогревают (не выше 40^0) на водяной бане и энергично помешивают стеклянной палочкой. Экстракты фильтруют через бумажный фильтр в круглодонную колбочку и удаляют растворитель на водяной бане (= $45-50^0$) до получения сухого остатка.

Извлечение хлорофоса из полученного жирного остатка производят следующим образом.

К маслянистому остатку в колбочке добавляют 2 мл дистиллированной воды и взбалтывают содержимое в течение 5 мин. при подогреве на водяной бане (температура не выше 55^0). Смесь охлаждают под струей холодной воды (до затвердевания масла) и водный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в колбочку со шлифом. Операцию проводят трижды, вновь 2 раза по 2 мл дистиллированной воды и I раз - I мл. Экстракты объединяют.

К объединенному водному экстракту добавляют I,0-2,0 мл серной кислоты (уд.вес = I,84), 0,6-I,0 г бихромата калия, и, присоединив к обратному холодильнику, кипятят содержимое колбы 5-6 минут (считая с момента закипания раствора). После I-2 минутного отстаивания колбу отсоединяют от холодильника и охлаждают под струей воды. Полученный раствор нейтрализуют 30% раствором едкого натра, вводя последний по каплям при охлаждении и перемешивании до перехода желтобурой окраски в желтозеленую, добавляют 3-4 мл 30% раствора щелочи и 8 мл пиридина, раствор тщательно перемешивают и нагревают в течение 15 ($\pm$ 2) минут на водяной бане (t = $70^0 \pm 5^0$).

Смесь охлаждают и (после перенесения в делительную воронку) отделяют щелочной слой. К перенесенному в пробирку (через верхнюю часть делительной воронки) пиридиновому слою добавляют 2 мл дистиллированной воды, смесь перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенного раствора на ФЭК-М в кювете с толщиной слоя 20 мм при зеленом светофильтре. Раствором сравнения служит дистиллированная вода.

Оценку полученных результатов производят по калибровочной кривой, для построения которой берут от 0,1 до 1,2 мл стандартного раствора хлорофоса в воде с содержанием 100 мкг/мл доводят объем дистиллированной водой до 5,0 мл, добавляют 1,0-2,0 мл серной кислоты (уд.в. = 1,84) 0,6-1,0 г бихромата калия и далее поступают так, как описано для анализа пробы

Расчет анализа производят по формулам:

а) при извлечении хлорофоса из молока по первому методу:

$$X = \frac{a \cdot B}{б \cdot C}$$

б) при извлечении хлорофоса из молока по второму методу:

$$X = \frac{a}{б}, \text{ где}$$

X - количество хлорофоса в пробе, мг/кг

а - количество хлорофоса, найденное по калибровочному графику, в мкг

б) - объем пробы молока, в мл

В - объем экстрагента, в мл

С - объем полученного экстракта, в мл

При отсутствии в лаборатории фотоэлектроколориметра оценка полученных результатов с достаточной для практических целей точностью может быть произведена по стандартной (имитационной) шкале, построенной на базе водных растворов хлорида кобальта и кристалл-виолета.

Для 100 мкг хлорофоса характерна окраска, которая может быть имитирована раствором

8,5 мл 0,02н $CoCl_2 \cdot 6H_2O$

0,14 мл 0,0025% кристалл-виолета

1,36 мл дистиллированной воды

Разбавлением данного раствора получаются растворы, отвечающие меньшим количествам хлорофоса.

Шкала из указанных реактивов весьма устойчива и может сохраняться длительное время.

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