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.

КАЧЕСТВЕННЫЙ И КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОЗАЛОНА В ЯБЛОКАХ, ЯБЛОНЕВЫХ ЛИСТЬЯХ, ПОЧВЕ И ВОДЕ[x]

Качественное определение фозалона

Принцип метода

Метод основан на извлечении фозалона бензолом /Растительные пробы/ или хлороформом /почва, вода/, очистке экстрактов на хроматографической колонке и качественном обнаружении препарата методом ТСХ.

Подвижным растворителем служит смесь бензола и петролейного эфира. /т.кип. 40-60°С/, взятых в соотношении 6:4. Для проявления хроматограмм используют ацетоновый раствор бромфенолового синего и азотнокислого серебра с последующей обработкой пластинок раствором уксусной или лимонной кислоты.

Чувствительность метода 3-5 мкг фозалона в пробе.

R_f фозалона 0,52-0,55. Метод качественного определения фозалона рекомендуется использовать для индентификации препарата и анализа проб, содержащих менее 0,25 мг действующего вещества в 1 кг продукта.

Помимо фозалона, метод позволяет индентифицировать при совместном присутствии цидиал, метилнитрофос, трихлорметафос-3 В отличие от фозалона цидиал и трихлорметафос-3 проявляются в предлагаемых условиях двумя пятнами с R_f для цидиала - 0,25 и 0,70, для трихлорметафоса-3 - 0,25 и 0,95. Метилнитрофос проявляется одним пятном с R_f - 0,65. Предел обнаружения этих соединений также 2-5 мкг в анализируемой пробе.

Реактивы и растворы

Бензол.
Хлороформ.
Хлористый метилен.
Натрий сернокислый, безводный.
Уголь активированный.
Петролейный эфир, т.кип. 40-60°С.
Проявитель, состоящий из 10 мл 0,4%-ного раствора бромфенолового синего в ацетоне и 90 мл 1%-ного раствора азотнокислого серебра в 75%-ном водном ацетоне.

[x] Разработан Г.Ф.Вилегжаниной, ВНИИ-биометода, Кишинев

Кремневая кислота для люминофоров.
5 %-ный водный раствор уксусной или 2,5%-ный раствор лимонной кислоты.

Приборы и посуда

Аппарат для отгонки растворителей.
Колбы конические на 250 мл.
Цилиндры мерные на 100 мл.
Колонки хроматографические, длиной 35-40 см, диаметром 1,6 - 1,7 см.
Микропипетки 0,1 - 0,2 мл.
Пульверизатор.
Пластинки размером 8х16 см.

Приготовление пластинок

Отвешивают 1 г. кремневой кислоты и 0,1 г медицинского гипса в 50 мл коническую колбу, добавляют 3,5 - 4,0 мл воды и встряхивают в течение 1 мин. Выливают гель на пластинку и разравнивают сорбционную массу стеклянной палочкой. Оставляют пластинку на 30 мин. при комнатной температуре на горизонтальной поверхности. Затем ее помещают на 30 мин. в сушильный шкаф с температурой 75°С. Охлаждают и сохраняют готовые пластинки в эксикаторе над силикагелем.

Описание определения

Измельченную пробу яблок /25г/ или яблоневых листьев /5г/ заливают двукратным количеством бензола и экстрагируют фозалон при встряхивании в течение 1,5 - 2 часов, либо оставляют на 16-18 часов. Можно экстрагировать более представительные пробы и для анализа использовать аликвотную часть экстракта.

Среднюю пробу почвы для анализа предварительно растирают в ступке и просеивают через сито 0,25 мм. Отвешивают для экстракции 100 г и фозалон извлекают хлороформом при встряхивании в течении 2^{x} часов.

Пробу воды предварительно фильтруют через промытую ацетоном вату. Для анализа используют 1000 мл. Фозалон извлекают трехкратным встряхиванием в делительной воронке со 100 мл хлороформа.

фильтруют экстракт в круглодонную колбу и упаривают растворитель до 5 мл. Остаток переносят на хроматографическую колонку, заполненную на два см слоем безводного сульфата натрия I г активированного угля и вновь на два см слоем безводного сульфата натрия. Пропускают через колонку 100мл бензола. Элюат отбрасывают. Под колонку подставляют сухой чистый приемник и элюируют фозалон 150 мл хлористого метилена. Упаривают растворитель на водяной бане до 0,5 мл. Остаток наносят на пластинку. Рядом с анализируемой пробой наносят свидетель - чистый препарат фозалона.

Экстракт из воды можно хроматографировать, минуя стадию очистки на хромотографической колонке.

Погружают пластинку на глубину 0,5 см в систему бензол: петролейный эфир /6:4/ и дают растворителю подняться на высоту 10 см. Затем сушат пластинку на воздухе в течение нескольких минут, а затем в сушильном шкафу при 100-105°С в течение 5 мин. Охлажденную пластинку опрыскивают сначала проявляющим реагентом, а затем, после высушивания хроматограммы, раствором уксусной или лимонной кислоты. Фозалон проявляется в виде четкого голубого пятна на лимонно-желтом фоне. Пятна на пластинке сохраняются несколько минут. R_f фозалона 0,52-0,55

Чувствительность метода 3-5 мкг в анализируемой пробе. Для количественной оценки метод пригоден лишь в пределах 2-10 мкг препарата.

Количественное определение фозалона

Принцип метода.

Метод количественного определения фозалона основан на щелочном гидролизе препарата в спиртовом растворе до диэтилдитиофосфорной кислоты с последующим образованием ее медной соли, окрашенной в желтый цвет. Чувствительность реакции 50 мкг в анализируемой пробе. Недостаточная чувствительность реакции вполне компенсируется возможностью использовать для анализа пробы яблок весом 100 - 200 г. Поэтому метод позволяет определять 0,25 мг фозалона в I кг яблок. Определению мешают дитиофосфаты /фосфамид, карбофос, фталофос и неко-

торые другие инсектициды/, при щелочном гидролизе которых также образуются диалкиловые эфиры дитиофосфорной кислоты. Однако, этот недостаток устраняется сочетанием количественного определения с качественной идентификацией на ТСХ.

Реактивы и растворы

Бензол.
Хлороформ.
Этиловый спирт.
Едкий натр, 0,5%-ный водный раствор.
Сернокислый натрий, 6%-ный водный раствор.
Соляная кислота, разбавленная водой /I:I/
Циклогексан, регенерируется перегонкой на водяной бане.
Сернокислая медь, I,5%-ный водный раствор.

Приборы и посуда.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.
Аппарат для отгонки растворителей.
Колбы конические на 500-750 мл.
Воронки химические.
Воронки делительные на 500 мл.
Цилиндры на I00 и I000 мл.
Пипетки на 2-5 мл.
Колбы на I00-200 мл.

Описание определения.

Измельченную пробу яблок /I00-200 г/ или яблоневых листьев /250 $см^2$/ экстрагируют бензолом. Фильтруют экстракт через бумажный фильтр. Можно использовать для экстракции пробы весом до I кг и более и в анализ брать аликвотную часть.

Обработанную фозалоном почву, измельченную и просеянную через сито 0,25 мм /I00г/ экстрагируют хлороформом при встряхивании в течение 2^x часов. Хлороформный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в мерный цилиндр и используют для анализа весь раствор или его аликвотную часть.

Из анализируемой пробы воды /I000 мл или меньше/ фозалон извлекают трехкратным встряхиванием в делительной воронке со I00 мл хлороформа.

Экстракт вносят в круглодонную колбу аппарата для отгонки растворителей и отгоняют растворитель досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл этилового спирта и фильтруют в делительную воронку. Колбу и фильтр 4 раза промывают этиловым спиртом, используя каждый раз по 5 мл. К содержимому воронки добавляют 2 мл 0,5 Н раствора едкого натра для гидролиза фозалона, встряхивают и оставляют на один час. Затем вливают 75 мл 6%-ного раствора сернокислого натрия и 50 мл циклогексана. Встряхивают I минуту. Оставляют воронку для разделения слоев. Водную фазу сливают в сухую чистую колбу, а циклогексановый слой - в отходы. Снова переносят водный экстракт в делительную воронку, добавляют 25 мл циклогексана и встряхивают в течение одной минуты. Промывание водно-спиртового раствора повторяют до получения бесцветного слоя циклогексана. К прозрачному раствору добавляют 2 мл соляной кислоты /I:I/, 25 мл циклогексана и встряхивают I минуту. Сливают водную фазу в колбу, циклогексан - в отходы. Промывают подкисленный водно-спиртовый раствор циклогексаном 3-4 раза, пока циклогексан не станет бесцветным и прозрачным. Переносят водно-спиртовый раствор в делительную воронку, добавляют 2 мл I,5%-ного раствора сернокислой меди и 20 мл циклогексана. Встряхивают I-2 минуты. После разделения слоев водную фазу отбрасывают, а окрашенный в желтый цвет циклогексановый слой спектрофотометрируют при 420 нм или колориметрируют на ФЭК-56 со светофильтром № 2 против циклогексана.

Аналогичным образом строят калибровочный график, используя 50, 100, 150, 200 мкг фозалона в стандартном спиртовом растворе.

Расчет результата анализа производят по формуле:

$$X = \frac{A \cdot 1000}{Б}$$, где

X - количество препарата в пробе в мг/кг

A - количество препарата, найденное по калибровочному графику в мг

Б - навеска исследуемой пробы в г

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