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.

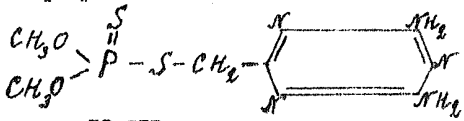
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ САЙФОСА В ВОДЕ, ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ РАСТИТЕЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ, ПОЧВЕ И БИОЛОГИЧЕСКОМ МАТЕРИАЛЕ

Характеристика препарата

Сайфос - О,О-диметил- - (4,6-диамино-I,3,5 - триазинил-2-метил) - дитиофосфат



Синонимы: меназон, РР-I75.

Чистый препарат представляет собой белый кристаллический порошок с температурой плавления I60-I62°. Растворимость его в воде 0,I%, он трудно растворим в большинстве органических растворителей. Выпускается препарат в виде 70% смачивающегося порошка и гранул для внесения в почву.

Принцип метода[I)]

Метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы органическим растворителем, очистке экстракта и последующем хроматографировании в тонком слое силикагеля. Подвижным растворителем при хроматографировании сайфоса служит смесь - ацетон : н-гексан : аммиак I5 : 5 : 3. Зоны локализации препарата обнаруживают после обработки пластинок раствором бромфенолового синего с азотнокислым серебром с последующим обесцвечиванием фона уксусной кислотой. Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб с интенсивностью окраски и размером пятен стандартных растворов. Чувствительность определения I-2 мкг в пробе. Метод специфичен

I) Разработан М.А.Клисенко, М.В.Письменной, ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс

в присутствии других тиофосфорорганических пестицидов (фозалона, фенкаптона, ци ,евала, карбофоса, метафоса, тиофоса и др.).

Реактивы и растворы

Диэтиловый эфир медицинский, ацетон х.ч., хлороформ х.ч., аммиак с уд.весом 0,9.

Силикагель марки КСК или ШСК, предварительно очищенный от примесей.

Бромфеноловый синий водонерастворимый (индикатор).

Кислота уксусная х.ч.

Кислота соляная 0,5н

Азотнокислое серебро х.ч.

Проявляющий реактив: 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 1% раствором азотнокислого серебра в водном ацетоне (ацетон-вода 8:1).

Стандартный раствор сайфоса на эфире или этиловом спирте с содержанием препарата 100 мкг/мл (0,0100 г чистого сайфоса в 100 мл растворителя или 0,0148 г 70% сайфоса в 100 мл растворителя).

Приборы и посуда

Стеклянные пластинки для хроматографирования размером 9х12 см.

Делительные воронки на 50 и 250 мл.

Мерные колбы на 100 и 50 мл

Конические колбы на 50, 100 и 250 мл

Приборы для отгонки растворителей

Пульверизаторы стеклянные

Камеры для хроматографирования

Шприцы или микропипетки для нанесения стандартных растворов.

Капиллярные пипетки для нанесения проб

Бани водяные

Прибор для встряхивания

Камера для опрыскивания хроматограмм

Сушильный шкаф

Приготовление пластинок

Для приготовления сорбционной массы на 15 пластинок берут 40 г силикагеля, 1 г крахмала, 125 мл дистиллированной воды. Заваривают крахмал в небольшом количестве воды (15-20 мл), доливают остальную воду, засыпают силикагель и хорошо перемешивают. 10 г сорбционной массы наливают на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Сушат пластинки при комнатной температуре, хранят в эксикаторе.

Описание определения

Отбор проб. Для отбора средней пробы необходимо:

воды	500 мл
овощей	500 г
фруктов	500 г
почвы	500 г

Овощи и фрукты измельчают ножом, тщательно перемешивают и отбирают количество, необходимое для анализа. Землю высушивают на воздухе сутки при комнатной температуре, затем растирают и анализируют навески, указанные далее в прописи.

Экстракция препарата из проб

Вода. 100 мл пробы в колбе с притертой пробкой три раза экстрагируют по 15 мин на приборе для встряхивания эфиром, насыщенным предварительно водой (100 мл эфира

встряхивают с 10-15 мл воды, излишек воды сливают), порциями по 80 мл. Экстракты объединяют. Насыпают в экстракт около 10 г безводного сернокислого натрия и оставляют на 10-15 мин. Экстракт переносят в прибор для отгонки растворителей. Отгоняют эфир на водяной бане (температура бани 40°) до небольшого объема (около 0,2 мл) и хроматографируют.

Овощи, фрукты, почва. Из 50 г измельченной пробы (зеленый перец 25 г) препарат трижды экстрагируют эфиром порциями по 80 мл, встряхивая на аппарате для встряхивания по 15 мин. Эфирные экстракты объединяют, сливая их через слой безводного сернокислого натрия. Упаривают эфирные экстракты на водяной бане (температура бани 40°) до небольшого объема (около 1 мл). Остатку эфира дают испариться досуха при комнатной температуре.

Биологический материал (кровь, печень, почки, легкие, селезенка, мышечные ткани, жир, мозг, моча, кал). Для анализа берут 1-2 г материала, тщательно измельчают ножницами, заливают 30 мл эфира и оставляют на 1 час, периодически встряхивая. Сливают эфир декантацией. Заливают пробу повторно 30 мл эфира и опять оставляют на 1 час, периодически встряхивая. Объединяют эфирные экстракты, сушат безводным сернокислым натрием (3-5 г) и упаривают эфир как описано выше.

Очистка экстрактов

К сухому остатку прибавляют 2 мл 0,5 н соляной кислоты, тщательно споласкивая стенки колбы и соскребая со стенок стеклянной палочкой. Сливают смывы в делительную воронку, фильтруя через небольшой слой ваты. Колбу еще трижды споласкивают по 1 мл 0,5 н соляной кислотой и сливают в ту же делительную воронку. Приливают в делительную воронку 4 мл 0,5 н раствора едкого натра и перемешивают, а затем по каплям продолжают приливать 0,5 н едкий натр до нейтральной реакции (по лакмусовой бумажке). После этого в воронку прибавляют 10 мл хлороформа, предварительно насыщен-

ного водой (100 мл хлороформа встряхивают с 20 мл воды, остаток воды отделяют) и встряхивают 1-2 мин. Хлороформенный экстракт сливают из воронки в колбу через слой безводного сернокислого натрия. Экстракцию повторяют еще трижды по 10 мл, сливая хлороформ через слой безводного сернокислого натрия. Если объединенный хлороформенный экстракт мутный, то его дополнительно сушат безводным сернокислым натрием. Хлороформ отгоняют на водяной бане (температура бани 40°) под вакуумом до небольшого объема (0,4-0,5 мл). Остатку дают испариться досуха при комнатной температуре до 0,1-0,2 мл и наносят на хроматограмму.

Хроматографирование

На хроматографическую пластинку на расстоянии 1,5 см от нижнего края при помощи капиллярной пипетки наносят на середину пластинки исследуемую пробу в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Колбочку с экстрактом три раза смывают небольшими порциями эфира (по 0,2 мл), который затем тоже наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы, содержащие 2,5, 10 или 20 мкг препарата. Стандарты наносят микропипеткой или шприцом. Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, в которую за 30 минут до разгонки налита смесь растворителей: ацетон-гексан-аммиак 15:5:3 по объему. Край пластинки должен быть погружен в растворитель не более, чем на 0,5 см. После того как фронт растворителя поднимется на 10 см пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут на воздухе до испарения растворителя. Затем пластинку опрыскивают раствором бромфенолового синего (проявляющим реактивом) и помещают в сушильный шкаф на 10 мин. при температуре 35-40°. Затем пластинку опрыскивают 10% раствором уксусной кислоты и накрывают чистой стеклянной пластинкой. В присутствии сайфоса появляются синие пятна на желтом фоне. R_f сайфоса 0,44.

Если экстракты получаются недостаточно очищенные при использовании описанной очистки, то для дополнительной очистки используется двумерная хроматография.

При этом на хроматографическую пластинку на расстоянии 1,5 см от левого края и 1,5 см от нижнего края при помощи капиллярной пипетки наносят исследуемую пробу. С правой стороны пластинки, на расстоянии 1,5 см от правого края и 1,5 см от нижнего края, микропипеткой или шприцом наносят стандартный раствор препарата. Отделяют пробу от стандарта чертой. Черту проводят на расстоянии 6 см от левого края пластинки. Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь растворителей (эфир + хлороформ 1:1) за 30 мин. до разгонки. Пластинку ставят левым краем в растворитель так, чтобы она была погружена в него не более, чем на 0,5 см. После того как фронт растворителя поднимется до проведенной черты, пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут на воздухе о испарения растворителя. При указанной разгонке отгоняются коэкстрактивные вещества, а препарат остается на старте. После того как пластинка высохнет ее хроматографируют в системе ацетон : н-гексан : аммиак 15 : 5 : 3, повернув на 90° относительно первой разгонки.

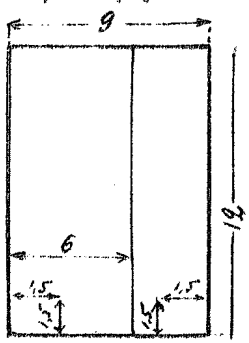


Схема очистки сайфоса от коэкстрактивных веществ с использованием двумерной хроматографии ("а" - первоначальное направление хроматографирования; "б" - направление вторичного хроматографирования).

Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов.

Величина R_f зависит от адсорбента, размера его частиц, количества и природы связующего материала, толщины слоя, природы подвижного растворителя, расстояния, пройденного растворителем, температуры и времени насыщения камеры. Поэтому следует производить определение с соблюдением постоянства перечисленных факторов.

Расчет результатов анализа производят по формуле:

$$X = \frac{A}{B} \text{ мг/кг, где}$$

X – содержание исследуемого препарата в анализируемой пробе в мг/кг;

A – количество препарата, найденного путем визуального сравнения со стандартом, мг;

B – навеска исследуемой пробы, кг.

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