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 ФОСФАМИДА, АНТИО И КАРБОФОСА В ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Принцип метода[1)]

Метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы органическим растворителем (диметилформамидом), реэкстракции ядохимикатов в бензол и последующем определении на газовом хроматографе с детектором по захвату электронов.

Количественное определение производится путем сравнения хроматограммы исследуемой пробы и стандартного раствора. Чувствительность метода составляет 0,005 мг/м^3.

Реактивы и растворы

Для экстракции и очистки

Бензол, х.ч.

Диметилформамид, насыщенный гексаном

Натрий сернокислый, безводный, чда, свежепрокаленный

Натрий сернокислый, водный раствор, 2%

Стандартный раствор ФОС в гексане, 5 мкг/мл

Вода дистиллированная

Для хроматографирования

Хромосорб W, 80-100 меш., промытый HCl, уд.вес 1,19

Силиконовое масло или эластомер (Е-30, Е-301, ДС-200 и т.п.)

Хлороформ, ч, очищен. конц. серной кислотой, промыт водой, осушен хлористым кальцием

---

1) Разработан М.А.Клисенко и Д.Б.Гиренко, ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г.Киев

Азот газообразный, содержание кислорода не более 0,003%.

Примечание: Все растворители перед употреблением должны быть перегнаны.

Приборы и посуда

Хроматограф с детектором по захвату электронов

Колонки стальные или стеклянные, диаметр 3 мм

Шприц на 10 мкл

Стекловата

Сушильный шкаф

Поглотительный прибор

Делительные воронки, емк. 500 мл

Цилиндры мерные, 100 мл

Воронки конические

Колбы для отгонки растворителей, емк. 100 мл

Баня водяная

Вата гигроскопическая, обезжиренная.

Описание определения

Исследуемый воздух из затравочной камеры протягивают через поглотительный прибор с пористой пластинкой, содержащий 30 мл диметилформамида. Предварительными опытами было установлено, что при использовании диметилформамида не наблюдается проскока и не происходит испарение растворителя при большой скорости отбора пробы. Пробы отбирали без какого-либо охлаждения. Жидкость из поглотителя количественно переносят в делительную воронку, содержащую 400 мл 2% раствора сернокислого натрия и 50 мл бензола. При этом препарат переходит из водного слоя в органический, так как

при прибавлении значительного количества раствора сернокислого натрия диметилформамид теряет свои растворяющие свойства. Для этой цели можно применять и дистиллированную воду, однако при этом несколько ниже процент перехода препарата из одного раствора в другой. Делительную воронку встряхивают новой порцией бензола. Объединяют бензольные фракции промывают 100 мл дистиллированной воды для удаления следов диметилформамида и сушат над безводным сернокислым натрием. Раствор упаривали в круглодонной колбе (25-50 мл) до объема ~ 0,1-0,2 мл. Остаток количественно переносили в мерную пробирку (диаметр 14 мм, высота 105 мм с притертой пробкой. Аликвотную часть (5 мкл вводили в хроматограф микрошприцом на 10мкл).

Подготовка хроматографической колонки

Нанесение жидкой фазы. 2 г силиконового масла растворяют в небольшом количестве органического растворителя, чаще всего хлороформе, и приливают в фарфоровую чашку, в которой находится 18 г носителя, залитого полностью тем же растворителем. Тщательно перемешивают всю массу и выпаривают раствор на водяной бане. Досуха упаривают остаток растворителя на воздухе, сухой остаток подсушивают 4-5 часов в сушильном шкафу при температуре 80°. Приготовленный носитель хранят в склянке с притертой пробкой.

Заполнение колонки. Один конец колонки закрывают стеклянной ватой, а в другой через воронку засыпают носитель. Заполняют колонку постукиванием, закрывают второй конец тампоном из стеклянной ваты и через переходники соединяют до длины 180-200 см. Колонку загружают в камеру нагрева, отключают детектор и продувают 2-3 дня при температуре 220 250°. Перед началом анализа подсоединяют детектор, проверяют герметичность и утечку газоносителя.

Хроматографирование. Устанавливают температуру колонки и детектора 180°, камеры испарения 200°. Скорость азота

120 мл/мин. Напряжение и чувствительность устанавливают таким образом, чтобы сила тока в ячейке детектора составляла $1{,}6 \cdot 10 - 10^{-10}$а.

Вводят определенное количество (0,1–0,01 мкг) стандартного раствора препарата в гексане. Записывают время его удержания, т.е. время от момента ввода раствора до появления вершины пика. Время удерживания проверяется каждый день перед началом анализов. Установив время удерживания (несколько раз вводят один и тот же раствор) вводят дозу конечного экстракта пробы 2–8 . Для количественного расчета ядохимиката вслед за пробой вводят такое количество стандартного раствора, площадь пика которого соответствует примерно площади пика ядохимиката анализируемой пробы.

Расчет ведут по формуле:

$$X = \frac{a \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot V_3}$$

где a – количество ФОС в стандартном растворе, введенное в хроматограф, в мкг;

S_1 – площадь пика стандартного раствора ФОС, введенного в хроматограф, в мм^2;

S_2 – площадь пика пробы, в мм^2;

V_1 – объем экстракта, введенный в хроматограф, в мл;

V_2 – общий объем экстракта после упаривания, в мл;

V_3 – объем анализируемой пробы воздуха, м^3;

X – количество препарата, в мг/м^3.

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