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

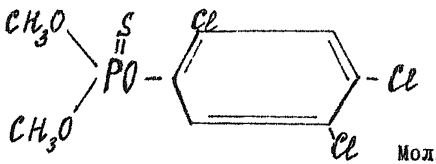
Часть У.

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 трихлорметафоса-3 в молоке и молочных продуктах с помощью тонкослойной хроматографии[1)]

Характеристика препарата



Мол.в.335.59

Чистый трихлорметафос представляет собой бесцветную маслянистую жидкость с т.кип. 127°С при 0,15 мм рт.ст., летучесть около 8 мг/м³. Он хорошо растворим в большинстве органических растворителей, растворимость в воде меньше 40 мг/л. $ЛД_{50}$ для различных экспериментальных животных 680–800 мг/кг.

Принцип метода

Трихлорметафос-3 извлекают из пробы смесью органических растворителей, очищают полученный экстракт на хроматографической колонке, элюат отгоняют под вакуумом и определяют хроматографически на тонком слое окиси алюминия по трихлорфенолу, который образуется при щелочном гидролизе препарата.

Чувствительность определения 0,5 мкг в пробе.

Реактивы и растворы

Ацетон х.ч. перегнанный

Хлороформ х.ч. перегнанный

Н-гексан х.ч. перегнанный (или петролейный эфир фракция кипения 40–60°С, перегнанный)

---

1) Разработан во ВНИИ молочной промышленности Молочниковым В.В., Серебренниковой В.А. и Мочаловым В.И., Москва

Бензол х.ч. перегнанный

Алюминия окись для хроматографии, просеянная через сито 150 меш.

Гипс ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$), выдержанный в сушильном шкафу при температуре 150°С 6 часов и просеянный через сито 150 меш.

6% раствор едкого натра на метаноле-бутаноле в соотношении 1:1.

0,5% водно-ацетоновый раствор феррицианида калия (30 мл дистиллированной воды + 70 мл ацетона).

4-аминоантипирин

Насыщенный раствор хлористого натрия

5% раствор оксалата калия (или насыщенный раствор натрия).

Приборы и посуда

Хроматографические колонки 18х390 мм

Прибор для вакуумной отгонки растворителя

Ванна хроматографическая

Шприц медицинский на 1 мл (или на 0,5 мл)

Воронки делительные емкостью 250 мл

Стаканчики химические емкостью 100 мл

Приготовление пластинок с тонким слоем сорбента

Окись алюминия для хроматографии 1 или 2 степени активности тщательно растирают в фарфоровой ступке с гипсом в соотношении 10:1. 60 г смеси переносят в колбу эрленмейера и добавляют раствор 4-аминоантипирин (0,4г 4 аминоантипирина на 60 мл дистиллированной воды. Смесь, тщательно размешав, наносят на пластинки (либо с помощью прибора, либо вручную). Толщина слоя 0,2-0,3 мм.

После высыхания пластинки ставят в штатив в вертикальном положении в сушильный шкаф с температурой 110°С на 15 мин. для активации. После чего пластинки готовы для работы.

Хранить пластинки необходимо в темноте. Срок их использования не более 3 дней.

Экстракция пестицида и очистка экстрактов

I. Молоко и кисломолочные напитки (кефир, кумыс, простокваша и т.п.)

25 мл продукта помещают в делительную воронку на 250-300 мл. приливают 5 мл оксалата калия и перемешивают. Добавляют 100 мл ацетона и энергично встряхивают в течение 2-3 мин. Заливают 100 мл хлороформа и еще раз встряхивают 1-2 мин. Затем воронку оставляют на 5 мин. до разделения жидкостей. Верхний слой отбрасывают, а нижний выливают в круглодонную колбу со шлифом емкостью 500 мл и отгоняют до полного удаления растворителей. Остаток смывают 30 мл петролейного эфира.

2. Сгущенное стерилизованное молоко

Отвешивают 10 г продукта в стаканчик и переносят в делительную воронку емкостью 150 мл, обмывая стаканчик дважды пятью мл насыщенного раствора хлористого натрия. Содержимое воронки перемешивают, приливают 40 мл ацетона, энергично встряхивают 2-3 мин, затем приливают 60 мл хлороформа и снова встряхивают 2-3 мин. Воронку оставляют на 5 мин., нижней фазой собирают в круглодонную колбу и растворители отгоняют. Остаток растворяют в 30 мл петролейного эфира.

3. Сгущенные молочные продукты

10 г продукта помещают в стаканчик, заливают 5 мл раствора оксалата калия, содержимое перемешивают и переносят в делительную воронку емкостью 150 мл. Стаканчик обмывают 5 мл

того же раствора и сливают в делительную воронку. Содержимое воронки перемешивают, приливают 60 мл ацетона и энергично встряхивают 2-3 мин., добавляют 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 7-8 мин. После разделения фаз (обычно до 5 мин.) нижнюю фазу сливают в круглодонную колбу, растворители отгоняют, а остатки растворяют в 30 мл петролейного эфира.

4. Сухие молочные продукты и смеси

В делительную воронку емкостью 150 мл вносят 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия и добавляют 2 г продукта. Смесь встряхивают 2-3 мин., приливают 80 мл ацетона, встряхивают 2-3 мин., добавляют 50 мл хлороформа и вновь встряхивают 5-7 мин. После разделения фаз нижнюю фазу сливают в круглодонную колбу, растворитель отгоняют, а остаток растворяют в 30 мл петролейного эфира.

5. Сметана, сливки 30-40%

5 г продукта смешивают с 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия. Смесь переносят в делительную воронку, добавляют 50 мл ацетона, встряхивают 2-3 мин., приливают 50 мл хлороформа и встряхивают 2-3 мин. После разделения фаз нижнюю фазу сливают в круглодонную колбу, растворители отгоняют, а остаток растворяют в 30 мл петролейного эфира.

6. Творог, сыр

10 г творога или измельченного на терке сыра растирают в ступке с 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия и переносят в делительную воронку емкостью 150 мл. Приливают 80 мл ацетона и встряхивают 2-3 мин., добавляют 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 4-5 мин. После разделения фаз нижнюю фазу сливают в круглодонную колбу, растворители отгоняют, а остаток растворяют в 30 мл петролейного эфира.

Очистка экстрактов от примесей

В нижнюю часть хроматографической колонки помещают стекловату, затем насыпают 70 мл силикагеля АСК и уплотняют его постукиванием по колонке. Необходимо, чтобы силикагель не находился в расширенной части ее. Колонку промывают 50 мл петролейного эфира, а прошедший сквозь нее растворитель отбрасывают.

На подготовленную таким образом колонку наносят 80 мл полученного из молока или молочных продуктов конечного экстракта. После того, как экстракт впитается в сорбент, пестициды элюируют 110 мл смеси бензол-петролейный эфир (8:8) порциями по 25-30 мл. Элюат собирают в круглодонную колбу со шлифом емкостью 250-300 мл. После впитывания в сорбент последней порции раство теля выжидают 10 мин. и отжимают растворитель из колонки с помощью резиновой груши.

После очистки элюат упаривают до объема 20-30 мл и переносят его в круглодонную колбу с оттянутым донышком. Споласкивают первую колбу 10 мл гексана и смывы помещают во вторую колбу. Элюат отгоняют до тех пор, пока он не останется в оттянутой части колбы.

Хроматографирование

На расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки на стартовую линию наносят пробы. Всего на пластинку размером 20х 20 см можно нанести 6-7 проб. Слева наносят пробы исследуемого материала, справа - стандартный раствор трихлорметафоса-3.

На высоте 10 см от стартовой линии через всю пластинку проводится полоса фронта. Пробы наносят шприцем с тонкой иглой. На пластинку направляют струю воздуха и постепенно наслаивают одну на другую капельки из шприца. Каждая капля не должна превышать 0,5 см в диаметре.

После нанесения проб стенки колбы надо смыть несколькими каплями растворителя и еще раз нанести на то же место на пластинке.

Камера для хроматографирования заполняется на высоту I см гексаном. Герметичность камеры должна обеспечить ее насыщение парами гексана. Пластинка ставится в гексан под углом 45^0 и разгоняется до линии фронта. После этого ее вынимают, просушивают растворитель и вновь ставят для повторной разгонки. Как только фронт достигает отмеченной линии, пластинку вынимают из камеры и сушат. Для проявления пятен препарата пластинку слегка опрыскивают 6% раствором едкого натрия на метаноле-бутаноле и ставят в сушильный шкаф на 5 мин. при температуре 80-I00^{0}С. Как только пластинка остынет, ее опрыскивают 0,5% раствором феррицианида калия. Пластинку опрыскивают 2-3 раза небольшими количествами раствора до появления розово-малиновых пятен округлой формы.

Для количественного определения трихлорметафоса-3 калибруют шкалу стандартов путем нанесения на пластинку стандартных растворов трихлорметафоса-3, содержащих 0,2; 0,5; I; 4; 5; I0 мкг препарата в 0,I мл растворителя. Пластинку хроматографируют дважды в системе гексан и проявляют по описанной выше методике.

Величину полученных пятен сравнивают с величиной пятен пробы. Величина R_f трихлорметафоса-3 равна 0,37.

Расчет результатов анализа производят по формуле

$$X = \frac{A}{B}, \text{ где}$$

X - содержание препарата в пробе в мг/кг или мг/л

A - количество препарата, найденное путем визуального сравнения со стандартным раствором, мкг

B - навеска исследуемой пробы г, мл.

Чувствительность определения для молока 0,02 мг/л, для сметаны - 0,I мг/кг, для творога - 0,05 мг/кг, для сливочного масла - 0,4 мг/кг, для сухого молока - 0,I мг/кг.

Процент извлечения ядохимиката из исследуемых продуктов составляет из молока 89,5%, из сухого цельного молока 79,0%,

из сухой смеси "Малыш" 93,8% из сухой смеси "Малютка" 98,2%, из сливок 96,0%, из сгущенного молока 95,0%, из творога 90,1%.

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