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 БУТИФОСА В ПРОДУКТАХ ПРОМЫШЛЕННОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ХЛОПКА-СЫРЦА И СЕМЕНАХ ХЛОПЧАТНИКА МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Характеристика препарата

S,S,S - трибутилтритиофосфат нерастворим в воде, растворяется в бензоле, спиртах, хлороформе.

C_4H_9S

$C_4H_9S \rightarrow P = O$ М.в.314,29

C_4H_9S

Синонимы: бутифос

Принцип метода

Метод определения остатков бутифоса в хлопке-сырце, волокне, лузге хлопковых семян и рафинированном хлопковом масле основан на экстракции его органическим растворителем (в случае хлопкового масла - ацетонитрил, для остальных объектов - четыреххлористый углерод), очистке экстракта на колонке окиси алюминия, смешанной с силикагелем КСК в соотношении 3:1 и последующем хроматографировании в тонком слое закрепленного силикагеля. Подвижным растворителем служит смесь н-гексана и ацетона в соотношении 4:1. Количественное определение производится путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов.

Реактивы и растворы

Силикагель марки КСК: заливают на 18-20 часов 18%-ной соляной кислотой в соотношении 1:1. Затем промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывной воды, высушивают на воздухе, измельчают и просеивают через сито 100 меш, отбирая всю фракцию, прошедшую через сито. Силикагель хранят в склянке с притертой пробкой.

Окись алюминия для хроматографии II степени активности.

Метод разработан Ш.Т.Талиповым, Р.Х.Джинбаевой, У.Х. Хамидовой, Р.И.Шейниной, Н.Ф.Белобородовой.

(ТашГУ им. В.И.Ленина и САФ ВНИИ жиров, г. Ташкент)

Окись алюминия, обработанная соляной кислотой: 30-40 г окиси алюминия II степени активности заливают избытком 5%-ной соляной кислоты и кипятят в течение 3-4 часов при непрерывном помешивании. Кислоту сливают, заливают окись алюминия избытком дистиллированной воды и кипятят в течение 10 мин при помешивании. Обработку сорбента водой повторяют несколько раз до получения нейтральной реакции промывной воды. Отделяют декантацией воду, переносят окись алюминия в фарфоровую чашку и прокаливают при помешивании до прекращения выделения "фонтанчиков". Хранят в склянке с притертой пробкой.

Кальций сернокислый б/в, чда. Просушивают в сушильном шкафу при температуре 150°С в течение 18-20 часов.

Калий углекислый б/в. ГОСТ 4221-65, ч.

Н-гексан, перегнанный.

Ацетон, перегнанный.

Четыреххлористый углерод.

Ацетонитрил, ч.

Стекловата.

Фильтр "синяя лента".

Проявляющий реактив: 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят объем до 100 мл 0,5%-ным водно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра (0,5 г азотнокислого серебра растворяют в смеси 24 мл ацетона и 72 мл дистиллированной воды).

Уксусная кислота, 40%-ный раствор.

Бутифос, 70%-ный технический препарат. Для приготовления стандартного раствора бутифоса необходимо предварительно очистить технический препарат следующим образом: 200 мл препарата бутифоса пропускают через колонку, заполненную стекловатой на высоту 1 см, 40 г окиси алюминия, обработанной соляной кислотой. Колонку предварительно промывают 40-50 мл четыреххлористого углерода. Прошедший через колонку бутифос собирают в колбу на 200 мл с притертой пробкой. При этом получают раствор, содержащий приблизительно 60-68% бутифоса. Концентрацию бутифоса в очищенном растворе определяют стандартным методом (МРТУ 6-01-11-63) путем сжигания до минерального фосфора и определения последнего по молибденовому комплексу.

Проверочное определение концентрации проводят не реже одного раза в три месяца. Стандартный раствор с содержанием бутифоса примерно 0,6 мкг/мл готовят каждые три дня последовательным разбавлением очищенного раствора бутифоса н-гексаном.

Приборы и посуда

Пластинки для хроматографии. Стеклянные пластинки размером 9 х 12 см тщательно промытые содой, хромовой смесью, дистиллированной водой, высушенную покрывают сорбционной массой. Перед нанесением последней пластинку протирают ватным тампоном, смоченным этиловым спиртом. Для приготовления сорбционной массы смешивают 35 г силикагеля КСК с 2 г сернокислого кальция (или углекислого калия), тщательно растирают в фарфоровой ступке. Смесь переносят в колбу, приливают 80мл дистиллированной воды и встряхивают в течение 10-15 мин до образования однородной массы. Полученную массу в количестве 1,5 чайной ложки наносят на пластинку и, покачивая, равномерно распределяют по поверхности. Пластинки сушат в течение ночи при комнатной температуре и хранят в эксикаторе. При длительном хранении (более двух дней) в эксикатор необходимо положить осушитель (сульфат кальция или хлористый кальций).

В случае влажного климата и низкой комнатной температуры адсорбент активируют. Для этого пластинки перед нанесением растворов помещают в термостат и выдерживают при температуре 100°С в течение 10-15 мин.

Шкаф сушильный.

Прибор для отгонки растворителя.

Камера для хроматографирования - эксикатор.

Пульверизаторы стеклянные.

Набор пипеток и микропипеток.

Пробирки на 1 мл с притертой пробкой.

Воронки конические.

Воронки делительные емкостью 250 мл.

Хроматографические колонки - бюретки диаметром 15-18 мм.

Баня водяная.

Сито 100 меш.

Описание определения

1. Экстракция из пробы.

а) 100 г анализируемой пробы помещают в аппарат Сокслета и экстрагируют четыреххлористым углеродом в течение 7-8 часов. Полученный экстракт отгоняют до объема 30-40 мл. После охлаждения экстракт пропускают через хроматографическую колонку, заполненную на высоту 10 см смесью окиси алюминия и силикагеля. в соотношении 3:1 и предварительно промытую 10-15 мл четыреххлористого углерода. После прохождения экстракта колонку промывают тремя порциями растворителя по 10 мл. Прошедший через колонку экстракт и элюат собирают, отгоняют растворитель и переносят в пробирку на 1 мл, упаривают экстракт на водяной бане до 1 мл. Упаренный экстракт наносят по 0,1 мл на пластинку и проводят хроматографирование. Количественно бутифос определяют путем сравнения пятен проб и стандартных растворов.

б/. Из лузги хлопковых семян.

10 г лузги хлопковых семян делят на две части и помещают в две колбы на 250 мл. Проводят экстракцию каждой части четыреххлористым углеродом тремя порциями по 40, 20, 20 мл в течение 15, 10, 5 мин. Полученные экстракты от каждой части объединяют и пропускают через отдельные колонки, заполненные смесью окиси алюминия и силикагеля в соотношении 3:1 на высоту 10 см. Предварительно колонку промывают 10-15 мл четыреххлористого углерода. После прохождения экстракта через колонку, последнюю промывают 30 мл четыреххлористого углерода порциями по 10 мл. Экстракты и элюаты от обеих частей пробы собирают в одну перегонную колбу, отгоняют растворитель до 1-2 мл и количественно переносят в пробирку, упаривая постепенно объем экстракта до 1 мл. Полученный экстракт в количестве 0,1 мл наносят на пластинку и проводят хроматографирование. Количественно бутифос определяют путем сравнения пятен проб и стандартных растворов.

в/. Из рафинированного хлопкового масла.

30 мл анализируемого масла помещают в делительную воронку и экстрагируют тремя порциями ацетонитрила по 60, 30, 30 мл в течение 20, 10, 10 мин. Полученные экстракты фильтруют через фильтр "синяя лента", затем пропускают через колонку, заполненную смесью окиси алюминия и силикагеля (3:1) на высоту 20-25 см, предварительно промытую 50 мл ацетонитрила. Экстракт и элюат (30 мл ацетонитрила) собирают в колбу для отгонки раст-

ворителя. Последний отгоняют до I-2 мл и количественно переносят экстракт в пробирку на I мл.

Параллельно с анализируемым образцом готовят два модельных экстракта, каждый из которых получают из IO г того же рафинированного масла и в каждый перед экстракцией вносят бутифос в количестве 30 мкг и 15 мкг. Экстракцию проводят тремя порциями ацетонитрила по 20, IO, IO мл. Объединенные экстракты фильтруют через фильтр "синяя лента", затем пропускают через колонку, заполненную на высоту IO см смесью окиси алюминия и силикагеля в соотношении 3:I. Предварительно колонку промывают IO-I5 мл ацетонитрила. Экстракт и элюат (IO-I5 мл ацетонитрила) собирают в колбу для отгонки растворителя. Упаривают экстракт до I мл и количественно переносят в пробирку на I мл, затем наносят на пластинку 1.с 0,I мл и проводят хроматографирование.

2. Хроматографирование.

На середину хроматографической пластинки на расстоянии I,5 см от края при помощи микропипетки наносят исследуемую пробу в объеме 0,I мл в одну точку так, чтобы размер пятна не превышал IO мм. Справа и слева от пробы наносят по 0,I мл стандартного (или модельного) раствора с известным содержанием бутифоса. После высыхания пятен пластинку помещают в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь н-гексана и ацетона в соотношении 4:I (смесь готовить каждый день). Край пластинки погружают в растворитель не более, чем на 5 мм.

После поднятия фронта растворителя на высоту IO-II см пластинку вынимают, высушивают в вытяжном шкафу 3-5 мин для удаления паров растворителя и опрыскивают раствором проявителя. Через I5-20 мин пластинку опрыскивают раствором уксусной кислоты для более четкого проявления пятен бутифоса. При этом пятна коэкстрактивных веществ окрашиваются в желтый цвет. На желтом фоне ясно проявляются голубые пятна бутифоса R_f 0,45-0,50.

Количественно бутифос определяют путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных или модельных растворов.

Расчет анализа производят по формуле: $X = \frac{a \cdot IO}{p}$, где

X - количество бутифоса в анализируемой пробе, мг/кг,

a - количество бутифоса, найденное в 0,I мл экстракта, мкг,

р – навеска анализируемой пробы, г.

Чувствительность метода ТСХ для определения бутифоса в хлопке-сырце и волокне хлопчатника – 0,1 мг/кг , лузге хлопковых семян – 0,1 мг/кг ,хлопковом рафинированном масле – 1,0 мг/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