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.

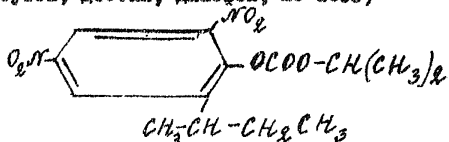
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКРЕКСА И КАРАТАНА В РАСТИТЕЛЬНЫХ ПРОДУКТАХ И ВОДЕ

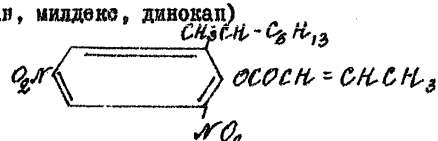
Характеристика препаратов

Акрекс (динобутон, дессин, динофен, МС-1058)



Действующее начало, 2-втор-бутил-4,6-динитро-фенилизопропилкарбонат, кристаллическое вещество желтого цвета, темп. плавления 60-61°С. Хорошо растворим в ацетоне, ксилоле, спирте. Растворимость в гексане составляет 1,9%. Выпускается препарат в виде 50% смачивающегося порошка.

Каратан (аратан, милдекс, динокап)



Действующим началом каратана является 2,4-динитро-6-втор-октилфенилкротонат. Химически чистый препарат – вязкая темная жидкость с темп. кипения 188-140°С при 0,05 мм рт.ст. Хорошо растворим в бензоле, пентане, хлороформе и других органических растворителях. Выпускается препарат в виде 22,5-25% смачивающегося порошка.

Принцип метода[1)]

Метод основан на экстракции пестицидов из исследуемой пробы органическим растворителем, отгонке растворителя, осаждении восков в случае определения пестицидов в яблоках,

1) Разработан канд. хим. наук М.А.Клисенко, научн. сотр. А.М.Шмигидиной. Всесоюзный НИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, Киев

хроматографировании в тонком слое силикагеля марки КСК с цинковой пылью; подвижной фазой является система растворителей гексан – ацетон в соотношении 4:I. Обнаружение пятен препаратов на пластинке производится путем восстановления их до аминосоединений и проявления последних нингидриновым реактивом. Чувствительность метода составляет для воды 3 мкг акрекса, 5 мкг каратана. При анализе растительных проб чувствительность метода для огурцов составляет 8 мкг акрекса, 5 мкг каратана, для яблок – 5 мкг акрекса, I0 мкг каратана.

Реактивы и растворы

Н-гексан, х.ч.

Хлороформ, х.ч.

Ацетон, х.ч.

Диэтиловый эфир, х.ч.

Спирт этиловый, 96%.

Кислота соляная, 2н раствор

Кислота уксусная конц., х.ч.

Нингидрин, 0,25% раствор в этаноле.

Перед приготовлением раствора нингидрин перекристаллизуют. Для этого 8 г нингидрина растворяют в 25 мл 2н соляной кислоты, прибавляют I г активированного угля марки БАУ. Раствор с углем нагревают до кипения, горячий раствор фильтруют (стеклянный фильтр № 3). Полученный фильтрат оставляют для кристаллизации сначала на 4 ч. при комнатной температуре, затем на ночь в холодильнике. Кристаллы собирают на стеклянном фильтре, промывают холодной водой, высушивают на воздухе. Хранят препарат в темной склянке.

Нингидриновый реактив. Перед употреблением смешивают I0 мл 0,25% раствора нингидрина с I мл конц.уксусной кислоты.

Уголь активированный марки БАУ.

Кальций сернокислый б/в, х.ч.

Натрий сернокислый б/в, х.ч.

Силикагель марки КСК. Товарный силикагель измельчают, просеивают через сито 100 меш. Хранят без доступа влаги.

Цинк, пыль, х.ч.

Натрий хлористый, технический.

Вата медицинская, обезжиренная.

Стандартные растворы препаратов. Для приготовления стандартного раствора акрекса 50% порошок препарата дважды перекристаллизуют из этилового спирта. 10 мг перекристаллизованного акрекса (или 20 мг 50% порошка) растворяют в гексане или ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Стандартный раствор каратана готовят из 25% порошка. 40 мг препарата растворяют в мерной колбе на 100 мл в одном из указанных растворителей. Полученные растворы содержат 100 мкг пестицида в 1 мл. Хранить в затемненном месте.

Оборудование и посуда

Весы аналитические

Сушильный шкаф

Мельница для размола силикагеля

Баня водяная

Сито капроновое, 100 меш.

Колбы конические с пришлифованной пробкой емк. 250 мл

Воронки делительные емк. 250 мл

Колбы мерные емк. 100 мл

Воронки химические

Прибор для отгонки растворителей с набором грушевидных колб емк. 50-100 мл.

Ступка с пестиком

Микропипетки

Капиллярные пипетки

Камера хроматографическая

Эксикатор

Стеклянные пластинки 9х12 $см^2$

Цилиндры мерные.

Приготовление хроматографических пластинок

Стеклянные пластинки размером 9х12 $см^2$ моют раствором соды, хромовой смесью, водой, органическим растворителем (спирт, ацетон, эфир). 14 г измельченного и просеянного силикагеля смешивают в ступке с 1,5 г сернокислого кальция, предварительно просушенного при 180°С в течение 6 часов и просеянного, прибавляют 1 г цинковой пыли и суспендируют смесь в ступке в 40 мл дистиллированной воды. Периодически перемешивая, полученную суспензию равномерно наносят на 7-8 пластинок (6 мл суспензии на пластинку). Сушат их при комнатной температуре в течение 17-18 часов, хранят в эксикаторе над слоем осушителя.

Экстракция препаратов из проб и очистка экстрактов

Вода. 200 мл анализируемой воды помещают в делительную воронку и экстрагируют пестицид 10-15 мл хлороформа, встряхивая воронку в течение 2-3 минут. Полученный экстракт фильтрованием через слой безводного сернокислого натрия в конической воронке (5-6 г) переносят в колбу для отгонки растворителя. Экстракцию повторяют дважды, экстракты объединяют. Слой сернокислого натрия в воронке промывают 2 раза 5 мл хлороформа, промывную жидкость объединяют с экстрактом и отгоняют растворитель на водяной бане до 0,5 мл. Остаток хлороформа удаляют осторожным продуванием воздуха.

Огурцы. 50 г огурцов (средняя проба) в случае анализа на содержание акрекса и кожуру, снятую со 100 г огурцов при анализе на каратан, мелко нарезают, помещают в коническую колбу, заливают 50-60 мл н-гексана или хлороформа и экстрагируют в статических условиях в течение 30 мин., периодически встряхивая. Экстракт фильтрованием через безводный сернокислый натрий переносят в колбу для отгонки растворителя на водяной бане, экстракцию повторяют. Вновь полученный экстракт переносят в ту же колбу, пробу промывают два раза 10-15 мл растворителя. Промывную жидкость объединяют с экстрактом и отгоняют растворитель на водяной бане до объема 0,5 мл, остаток растворителя удаляют продуванием воздуха.

Яблоки. 50 г яблок измельчают, помещают в коническую колбу, заливают 50-60 мл холодного гексана и экстрагируют пестицид на холоду (смесь льда с хлористым натрием), периодически встряхивая в течение 30 минут. Полученный экстракт фильтруют через слой безводного сернокислого натрия (5-6 г) в колбу для отгонки растворителя. Гексан отгоняют на водяной бане, экстракцию повторяют. Вновь полученный экстракт фильтруют в ту же колбу, что и предыдущий. Пробу 2 раза промывают 10-15 мл холодного гексана, промывную жидкость фильтрованием через сульфат натрия объединяют с экстрактом. Гексан отгоняют на водяной бане до 0,5 мл, остаток его удаляют продуванием воздуха.

Остаток в колбе после отгонки гексана охлаждают, растворяют в 1,5-2 мл холодного ацетона. Стенки колбы тщательно ополаскивают. Осадок со стенок снимают стеклянной палочкой. Все указанные операции производят при охлаждении пробы смесью льда с хлористым натрием. Смесь быстро фильтруют через слой безводного сульфата натрия (2 г) в небольшой воронке в колбу для отгонки растворителя. Стенки колбы еще трижды смывают небольшими порциями (1,5-2 мл) холодного ацетона, фильтруя каждый раз растворитель через сульфат натрия в колбу для отгонки. Ацетон отгоняют на водяной бане до 0,5 мл, остаток растворителя удаляют продуванием воздуха. Колбу охлаждают.

Хроматографирование

Содержимое колбы после отгонки растворителя при анализе воды и огурцов растворяют в 0,2 мл диэтилового эфира, при анализе яблок – в 0,2 мл холодного ацетона и при помощи капиллярной пипетки наносят на пластинку. Стенки колбы еще 3–4 раза смывают небольшими порциями растворителя, каждый раз нанося раствор в центр первого пятна так, чтобы диаметр его не превышал 1 см. Рядом с пятном пробы (слева и справа) на расстоянии 2 см наносят на пластинку стандартный раствор, содержащий предполагаемое в пробе количество пестицида. Пластинку с нанесенными пробами помещают в хроматографическую камеру с системой растворителей н-гексан ацетон (4:1). После подъема фронта растворителя на высоту 10 см пластинку вынимают, помещают в вытяжной шкаф на 5–10 мин. для удаления паров растворителя, обрызгивают до влажного состояния нингидриновым реактивом и помещают в сушильный шкаф с температурой 100°С на 5 мин. в случае определения акрекса и на 5–7 мин. при определении каратана. При такой обработке на оранжевом фоне пластинки проявляется яркое малиновое пятно акрекса, R_f 0,48±0,02 или сиреневое каратана, R_f 0,49±0,02. Количественное определение препаратов сравнением размера и интенсивности окраски пятна нодхимиката из пробы с пятнами стандартного раствора производят непосредственно после проявления, т.к. интенсивность окраски со временем уменьшается.

Расчет результатов анализа

Количество акрекса или каратана в пробе в мг на кг рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A}{B}$$, где

X – количество пестицида в пробе, мг/кг

A – количество пестицида в пробе, найденное сравнением со стандартом, мкг

B – навеска продукта, взятая для анализа, г

Продолжительность анализа составляет: для воды – 1 ч. 10 мин.; для огурцов – 2 ч. 30 мин.; для яблок – 3 ч. 30 мин

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