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 КЕЛЬТАНА В ОГУРЦАХ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ [1]

Характеристика кельтана

Кельтан (хлорэтанол) - 2,2,2-трихлор-I,I-бис (4-хлорфенил) - этанол, мол.вес 870,48. Температура плавления 78,5-79,5°С, кипения - I80°С (при давлении меньше 0,I мм рт. столба). Растворяется в большинстве органических растворителей. Выпускают кельтан в виде смачивающихся порошков, дустов и концентратов эмульсий.

Принцип метода

Метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы н-гексаном и последующем хроматографировании в тонком слое. Подвижным растворителем служит бензол. Кельтан на хроматограммах обнаруживается после опрыскивания пластинок раствором аммиаката серебра в ацетоне с последующим облучением ультрафиолетовым светом. Количественное определение производится путем визуального сравнения.

Чувствительность метода 0,02 мг/кг. Другие хлорорганические пестициды определению кельтана не мешают. Полнота извлечения пестицида из пробы 90-I00%.

Реактивы и растворы

Н-гексан

Бензол х.ч.

Натрий сернокислый безводный х.ч.

Алюминий окись для хроматографии 2 ст. активности или кремний двуокись для люминофоров

Кальций сернокислый ($CaSO_4 \times 2H_2O$) чда. Просушивают в сушильном шкафу при температуре I50°С в течение 6 часов. Хранить в банке с притертой пробкой.

1) Составлено Фомичевой Л.Г. и Ефимовой Л.И. МОСТАВР, лаборатория по определению остаточных количеств пестицидов в продукции сельского хозяйства, Москва

Проявляющий реактив: 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, прибавляют 5 мл аммиака (уд.вес - 0,9) и доводят объем раствора до 100 мл ацетоном. Готовят в день употребления. На пластинку размером 9х12 см расходуется 8-10 мл раствора.

Стандартный раствор кельтана 100 мкг/мл (10 мг кельтана в 100 мл гексана), хранят в холодильнике в плотно закрытой склянке. Стандартный раствор пестицида можно приготовить из 20% концентрата эмульсии, произведя соответствующие расчеты.

Приборы и посуда

Пластинки для хроматографии. Стеклянную пластинку размером 9х12 тщательно промывают содой, хромовой смесью, дистиллированной водой и сушат в вертикальном положении. Перед нанесением сорбционной массы пластинку протирают спиртом. Сорбционная масса из окиси алюминия готовится следующим образом: 50 г окиси алюминия, просеянной через сито 0,1 мм, смешивают в фарфоровой ступке с 5 г сернокислого кальция, переносят в колбу, прибавляют 75 мл дистиллированной воды и встряхивают до образования однородной массы. 7-10 г сорбционной массы наливают на пластинку и, покачивая, равномерно распределяют по всей поверхности. Сушат пластинки при комнатной температуре 18-20 часов и хранят в эксикаторе над б/в хлористым кальцием.

Сорбционная масса из двуокиси кремния готовится в той же последовательности в следующих пропорциях: 12 г двуокиси кремния, 1 г гипса и 50 мл дистиллированной воды. На одну пластинку наносится 1,5 чайные ложки сорбционной массы. Сушат пластинки на воздухе в течение 18-20 часов.

Мерные колбы на 100 мл.

Колбы с притертыми пробками на 250 мл.

Прибор для отгонки растворителей.

Колбы круглодонные на шлифах на 50, 100 мл для отгонки растворителей.

Пульверизаторы стеклянные для опрыскивания пластинок.

Камера для хроматографирования - стеклянный сосуд с притертой крышкой. Можно использовать эксикатор.

Камера для опрыскивания.

Медицинские шприцы на I мл с делениями до 0,02 мл для нанесения экстрактов и стандартных растворов.

Бани водяные.

Прибор для встряхивания.

Ртутно-кварцевая лампа.

Описание определения

50 г измельченного продукта трижды экстрагируют порциями по 30-50 мл н-гексана, каждый раз встряхивая пробу в течение 15 мин. на приборе для встряхивания. Экстракты объединяют, сушат над б/в сернокислым натрием. Переносят в прибор для отгонки растворителей и отгоняют растворитель до небольшого объема (0,1 мл) при температуре около 71°С.

Хроматографирование. На хроматографическую пластинку на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки при помощи медицинского шприца наносят исследуемую пробу в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см.

Колбочку с экстрактом трижды обмывают небольшими порциями гексана, которые затем также наносят на пластинку в центр первого пятна. Слева и справа от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы кельтана, содержащие 1,5 и 10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, на дне которой налит бензол за 30 минут до начала хроматографирования. Край пластинки с нанесенными пятнами должен быть погружен в подвижный растворитель не более чем на 0,5 см.

После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до полного испарения растворителя. Затем пластинку опрыскивают проявляющим реактивом и облучают УФ-светом в течение 10-15 минут (при использовании ртутно-кварцевой лампы ПРК-4). Пластинки следует располагать на расстоянии 20 см от источника света.

При наличии кельтана на пластинке появляются пятна серо-черного цвета. При использовании в качестве стандарта раствора кельтана, полученного из технического продукта, кельтан проявляется на пластинке в виде двух пятен серо-черного цвета разной интенсивности. R_f нижнего пятна, соответствующего чистому кельтану, составляет 0,44.

Другие хлорорганические пестициды (ДДЕ, 4,4^{I}-ДДТ, 2,4-ДДТ, гептахлор, линдан) определению кельтана не мешают, т.к. R_f их пятен выше пятна кельтана (от 0,51 до 0,70).

Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности и размера пятен пробы с интенсивностью и размером пятен стандартного раствора.

Сравнение размеров пятен пробы и стандартов производят также путем измерения их площадей. В последнем случае при расчете содержания пестицида предполагают, что между количеством препарата в пробе и площадью его пятна на пластинке существует прямая пропорциональная зависимость.

Обработка данных анализа

Расчет результатов анализа производят по формуле:

$$X = \frac{A}{B} \quad \text{или} \quad X = \frac{A_I S_2}{S_I B_I}, \text{ где}$$

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 в г или мл

A_I – содержание препарата в стандартном растворе, мкг

S_I – площадь пятна стандартного раствора, мкг

S_2 – площадь пятна пробы, мм^2.

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