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 ОСТАТКОВ ГПХ В РАСТЕНИЯХ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ 1/

Характеристику ГПХ см."Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, фураже и почве"; изд.М., Госкомиссия, 1968г.

Принцип метода

Гептахлор извлекают из анализируемой пробы органическим растворителем /н-гексан, бензол/ с последующим определением его методом тонкослойной хроматографии/ТСХ/. В качестве адсорбента используют тонкий слой смеси силикагеля марки КСК + окись алюминия для хроматографии II степени активности/водная вытяжка нейтральная/ / I : I/, закрепленного гипсом.

Определение проводят без очистки экстракта. Для количественного определения применяют двухмерную хроматографию. Определение ГПХ проводят визуально по площади пятна.

Чувствительность метода 0,I мг/кг.

Приборы и посуда

Колбы конические с пришлифованной пробкой;
Воронки Ø 80 мм;
Камера для хроматографирования;
Пластинки стеклянные, размером I5 х 20 см;
Пульверизатор стеклянный;
Микропипетка на 0,I мл с ценой деления 0,00I мл.

Реактивы и растворы

н-Гексан или бензол /очищенные/;
Силикагель марки КСК;

I/ Разработан Косматым Е.С., Пиловской Ф.И., Творской Б.М. Киев, Укр НИИЗР

Окись алюминия для хроматографии II степени активности /водная вытяжка нейтральная/;

Гипс;

Стандартный раствор ГПХ в ацетоне содержит 100 мкг в 1 мл

Ход анализа

Качественное определение ГПХ

Навеску растительной пробы 100 г измельчают, помещают в колбу и заливают экстрагентом/н-гексан, бензол/. ГПХ экстрагируют примерно 2 часа на шутель-аппарате или оставляют на ночь.

После экстракции отделяют растительную массу от растворителя фильтрованием через бумажный фильтр. Промывают растительную массу растворителем 3 раза, все промывные порции собирают вместе с фильтратом.

Отгоняют растворитель на водяной бане в аппарате со шлифами. Остаток в колбе количественно наносят на пластинку размером 15 х 20 см, полоской шириной 1 см и длиной 5 см на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки/равного 15 см/. Пластинку готовят по следующей прописи: 15 г силикагеля с тониной помола 40-60 мкм + 15 г окиси алюминия + 2 г гипса и 50 мл воды тщательно размешивают и наносят тонким слоем на 2 пластинки размером 15 х 20 см. Слой должен быть толщиной примерно 0,8-0,9 мм. Рядом с полоской наносят стандартный раствор ГПХ и хроматографируют. В качестве подвижной фазы используют н-гексан. Затем пластинку проявляют 1% раствором дифениламина в ацетоне и освещают ультрафиолетовым светом/лампа ОКИ-11/ в течение 10 минут.

После освещения на пластинке проявляются синие пятна ГПХ на белом фоне. Пятно откладывается на хроматограмме полоской с величиной R_f = 0,7-0,8.

Количественное определение ГПХ

Количественное определение ГПХ в пробе проводят методом двухмерной ТСХ. Известно, что количественное определение любого вещества методом ТСХ может быть проведено только прямым срав-

нением его пятен с серией пятен ряда стандартных растворов, хроматографируемых на одной и той же пластинке. В этом случае экстракцию ГХЦГ из навески растений и оттяжку растворителя проводят так же, как и в предыдущем случае.

Экстракт наносят на пластинку полоской длиной 5 см шириной 0,8–1 см на расстоянии 1,5 см от основания пластинки/сторона основания 15 см/ и на расстоянии 2 см от левого края пластинки.

Хроматографирование ведут при комнатной температуре. Дают подвижному растворителю продвинуться на 10–12 см, после чего пластинку вынимают из камеры, высушивают ее на воздухе. Далее поворачивают пластинку на 90^0 и наносят на нее три стандартных раствора с разным содержанием ГХЦГ влево от нанесенной ранее пробы /в данном случае основанием служит левый край пластинки – 20 см/ на нерабочую часть пластинки, которая не подвергалась хроматографированию.

Хроматографируют в том же подвижном растворителе.

После проявления пластинки содержания ГХЦГ в пробе определяют визуально по площади пятен с учетом интенсивности их окраски.

Метод специфичен. ГХЦГ можно определять в пробе в присутствии ДДТ, γ – ГХЦГ, так как величины R_f для них в изученных условиях различны. При этом на хроматограмме пятна их в четко очерченном виде располагаются в следующий ряд: γ – ГХЦГ, ДДТ и ГХЦГ. При наличии в данной смеси ГХЦГ пятно последнего частично накладывается на пятно ДДТ, образуя "бороду". Наличие на хроматограмме в данных условиях "бороды" указывает на присутствие ГХЦГ в анализируемой пробе.

Этим же методом можно определять остатки ГХЦГ в почве.

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