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.

КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ ЭКСПРЕСС- МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДДТ В КОРНЕ - И КЛУБНЕПЛОДАХ[1/]

Принцип метода

Метод основан на экстракции пестицида растворителем /петролейный эфир, н-гексан/, нитровании ДДТ и колориметрировании полученного по сокращенной процедуре реакций Шехтера и Галлера окрашенного в синий цвет продукта сочетания тетранитросоединения с этилатом калия.

Чувствительность 2 мкг в анализируемой пробе, что при 25 г навеске составляет 0,08-0,1 мг/кг продукта. Ошибка определения не превышает ± 10%. Анализ выполняется в течение полутора часов.

Необходимые реактивы и аппаратура

Петролейный эфир, перегнанный, т.к. = 40-60° или н-гексан, х.ч.

Нитрующая смесь 10 г азотнокислого калия/натрия или аммония/ растворяют в 100 мл серной кислоты, уд.в. = 1,82-1,84

Этанольный раствор едкого калия, 5% раствор, 5,0г КОН, х.ч., растворяют в 100 мл абсолютного спирта, добавляют 2 г мочевины и кипятят с обратным холодильником в течение 10 мин. Полученный раствор охлаждают, фильтруют и хранят в темной, хорошо закупоренной посуде.

Бензол, х.ч.

Натр едкий, 5% раствор

Натрий сернокислый, безводный, х.ч., свежепрокаленный

Стандартный раствор ДДТ в этаноле с содержанием 100 мкг/мл

1/ Разработан Л.А.Стемпковской Научно-исследовательский институт гигиены питания, Киев

Конические колбы с притертой пробкой, емк. 200-500 мл
Воронки делительные, емк. 25-50 мл
Цилиндры мерные, емк. 10 и 50 мл
Прибор для отгонки растворителя
Баня водяная
Фотоэлектроколориметр

Ход определения

25 г исследуемого продукта измельчают, помещают в колбу с притертой пробкой и экстрагируют[x] 25-50 мл /объем измерить точно/ петролейного эфира/т.к.= 40-60°/ или н-гексана при энергичном встряхивании в течение 30-40 мин. Экстракт сливают, измеряют его объем и при необходимости фильтруют через ватный тампон[xx]. Остатки экстракта с фильтра тщательно смывают растворителем и смывы присоединяют к основному раствору. Отгоняют растворитель на водяной бане досуха, добавляют к охлажденному сухому остатку 2 мл охлажденной в холодильнике нитрующей смеси, содержимое перемешивают и на 15-20 мин. погружают колбу в кипящую водяную баню. В течение этого времени колбу периодически встряхивают. После нитрования в остывший нитропродукт добавляют 5 мл ледяной воды, хорошо взбалтывают и содержимое переливают в делительную воронку емкостью 25-50 мл. Колбу тринды ополаскивают небольшим/ ~ по 2 мл/ количеством ледяной воды и смывы сливают в делительную воронку. Из воды нитропродукт экстрагируют 4 мл бензола в течение 1-2 минут и после разделения слоев воду сливают через кран. К бензолу добавляют 0,3-0,5 г безводного сульфата натрия, перемешивают и сливают бензол через горлышко воронки в круглодонную колбу емкостью 25-50 мл. Делительную воронку ополаскивают 1 мл бензола и присоединяют его к основному раствору.

При получении окрашенного в желтый цвет бензольного раствора последний промывают 1-2 раза/быстро/ 5%-ным раствором NaOH порциями по 1,5-2 мл.

Из полученного бензольного экстракта нитропродукта удаляют бензол до получения влажного остатка и добавляют к нему 1-2 капли этанольного раствора КОН.

Качественно ДДТ обнаруживается/на белом фоне по голубой окраске/ при наличии его в пробе ~ 2 мкг.

При обнаружении количеств ДДТ/ о чем свидетельствует яркая окраска/ и необходимости точно определить содержание ДДТ в пробе поступают следующим образом. К окрашенному раствору в колбу добавляют 5 мл бензола, 2 мл этанольного раствора КОН, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре ФЭК-М при зеленом светофильтре в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит бензол.

Содержание ДДТ в пробе определяют по калибровочной кривой, для построения которой берут от 0,1 до 1,0 мл стандартного раствора ДДТ в этаноле с содержанием 100 мкг/мл, удаляют растворитель, к сухому остатку добавляют 2 мл нитрующей смеси и помещают колбу в водяную баню на 10-15 мин. Нитропродукт переносят в ледяную воду и далее поступают так, как указано в описании определения выделенного ДДТ.

При отсутствии в лаборатории фотоэлектроколориметра содержание ДДТ в пробе может быть определено путем сравнения полученного окрашенного раствора со стандартной/имитационной/ шкалой, построенной на базе водных растворов хлорной меди и кристалл-виолета. Окраска раствора, содержащего 100 мкг ДДТ, имитируется раствором следующего состава: 3 мл 3%-ного $CuCl_2 \cdot 2H_2O$; 0,6 мл 0,002%-ного кристалл-виолета; 6,4 мл дистиллированной

х/ К картофелю перед экстрагированием добавляют 15-20 г безводного свежепрокаленного сульфата натрия.

воды[xx/]

Разбавлением данного раствора получаются растворы, отвечающие количествам ДДТ/ 10, 20, 30 ... мкг/.

Расчет содержания яда в продукте / в мг/кг/ производят по формуле:

$$X = \frac{A \cdot B}{B \cdot B^{I}}, \text{ где}$$

A – количество ДДТ, найденное по калибровочному графику или стандартной шкале, мкг

Б – вес пробы продукта, г

В – объем экстрагента, мл

B^{I} – объем слитого экстракта, мл

xx/ Различные партии реактивов/особенно кристалл-виолета/ при одних и тех же количествах могут давать несколько отличные оттенки, поэтому соотношение реактивов лучше уточнять на месте, исходя из имеющихся в наличии.

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