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 ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ГЕКСАХЛОРБУТАДИЕНА В ВИНЕ, СОКЕ И ВОДЕ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДЕТЕКТОРА ПО ЗАХВАТУ ЭЛЕКТРОНОВ.[к)]

Характеристика препарата

Гексахлорбутодиен (ГХБД) применяется в качестве средства борьбы с филоксерой виноградной лозы. ГХБД – жидкость с температурой кипения 215°С, с относительной плотностью при 20°С I, 6820. Плохо растворим в воде, хорошо в органических растворителях, устойчив к кислотам и щелочам.

ПРИНЦИП МЕТОДА. Метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы вина, сока, воды отгонкой с водяным паром и последующей экстракцией н-гексаном. Идентификация и количественная оценка проводится на газовом хроматографе с детектором по захвату электронов.

РЕАКТИВЫ

Гексан х.ч., перегнанный
Na_2SO_4 х.ч. безводный
Серная кислота, х.ч.
Хлористый натрий, х.ч.
Стандартный раствор ГХБД в гексане с содержанием 0,I и 0,00I мкг/ мл

ПОСУДА И ПРИБОРЫ

Установка для отгонки и экстракции (см.рис.I)
Химические стаканы на 50 мл – I шт
" " 500 мл – I шт.
Колбы мерные на I00 мл – 4 шт.

к) Методика составлена Пивоваровым Г.А., Гар К.А., Алексеевой Е.М. – ВНИИХСЗР, Москва; Тимофеевой О.Н., Шварцман Г.А. – МНИИПП, Кишинев

Колба с притертой пробкой на 50 мл – I шт.
Мерный цилиндр на 50 мл – I шт.
Пипетки на I и I0 мл по I шт.
Электроплитка с закрытой спиралью
Микрошприцы на I0 мкл

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов (с H^3, Ni^{63} или Ри ^{239} источником ионизации).

Газ носитель – при работе с H^3 детектором – гелий х.ч., при работе с детекторами Ри ^{239} или Ni^{63} – азот особой чистоты.

ХОД АНАЛИЗА

Отгонка и экстрагирование

Экстрагирование ГХБД из пробы проводится в установке /см. рис.I/, состоящей из колбы /I /, в которую помещают 50 мл исследуемой пробы вина, сока или воды, холодильника /3/, алонжа с оттянутым концом /4/ и делительной воронки с отметкой 30 мл/ 5/, в которую предварительно наливают I0 мл гексана. Нижнюю часть делительной воронки помещают в стакан с холодной водой.

Колбу с пробой нагревают на плитке с закрытой спиралью /7/ до кипячения и отгон /20 мл/ собирают в делительную воронку под слой гексана. Затем алонж от-соединяют от холодильника, приподнимают над уровнем жидкости и ополаскивают 2 мл гексана.

Делительную воронку закрывают пробкой и встряхивают в течение 5 минут. После разделения слоев нижний слой сливают в химический стакан на 50 мл, а верхний в колбу / или другой сосуд/ с притертой пробкой на 50 мл.

Затем содержимое стакана/ водяная или водно-спиртовая фаза/ переносят обратно в ту же делительную воронку, стакан ополаскивают 3 мл гексана, который также переносят в делительную воронку. Экстрагирование проводят встряхи-

ванием в течении 3 минут. После разделения слоев нижний слой сливают в тот же химический стакан, а верхний - в сосуд /уже содержащий первый гексановый экстракт/.

Экстрагирование повторяют аналогичным образом еще раз. Объединенные гексановые экстракты вновь переливают в делительную воронку и дважды промывают дистиллированной водой / по 20 мл/после чего гексановый экстракт количественно переносят в мерный цилиндр на 50 мл/ используя для споласкивания воронки 3 мл гексана/. Регистрируют объем экстракта и для обезвоживания к нему добавляют I г сернокислого натрия.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ и количественная оценка

Газо-хроматографическое определение ГХБД проводят с использованием стеклянной колонки/ допускается применение колонки из нержавеющей стали /длиной 1,5-2,0 м/ с внутренним диаметром 4 мм /, заполненной хромосорбом W 80-100 меш / или другим подобным носителем / с нанесенным на него диметилсилоксановым полимером /марки SE-30 или подобной стационарной фазой/ в количестве 5%.

Температура колоночного термостата 120°С, детектора - 140°С при работе с тритиевым ЭЗД и 200°С при использовании ЭЗД с плутонием - 239 или никелем - 63. Температура испарителя - 210°С, скорость расхода газа-носителя - 60 мл/мин. Рабочая шкала прибора $I \times 10^{-10} - I \times 10^{-11}$ а.

Идентификацию пика ГХБД проводят путем сравнивания времен удерживания стандарта ГХБД и изучаемого соединения, количественное определение - методом абсолютной калибровки детектора параллельно с анализом пробы.

В газо-хроматографическую колонку делают три последовательных введения объема /I-I0 мкл/ экстракта и такие три последовательных введения стандарта ГХБД с таким расчетом, чтобы высота пика стандарта была близка к высоте пика исследуемой пробы.

Вычисляют среднее значение высот пиков стандарта и пробы и расчет содержания ГХБД проводят по формуле:

$$C_x = \frac{h_{с.х.} \cdot C_{ст.} \cdot V}{h_{с.п.} \cdot V_a \cdot V_n}$$

C_x – определяемая концентрация ГХБД в исследуемой пробе в мг/л.

$C_{ст}$ – содержание ГХБД во введенном в колонку объеме стандартного раствора в мг.

V – общий объем гексанового экстракта в мл.

V_a – объем аликноты экстракта введенный в колонку в мкл.

$h_{с.п.}$ – средняя высота пиков 3-х параллельных введений стандарта в см.

$h_{с.х}$ – средняя высота пиков ГХБД в определяемой пробе в см.

V_n – объем пробы взятой для экстракции в мл.

Точность метода была проверена путем обнаружения добавленного к вину, соку, воде стандарта ГХБД. Выход препарата составил 85-90% от внесенного в пробу количества ГХБД. При анализе 3-х параллельных проб с одним и тем же содержанием ГХБД отклонение от средней величины составило 4%.

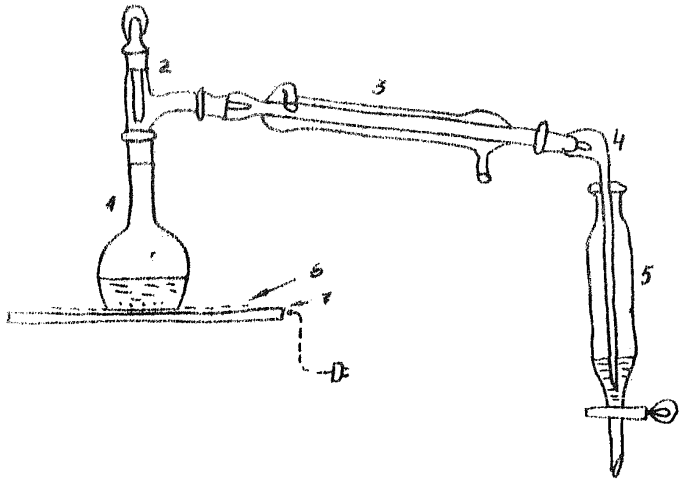
ПРИМЕЧАНИЕ: I. При анализе бродящего вина или сусла вводят следующие дополнительные операции:

а) для предотвращения вспенивания содержимого при отгонке в перегонную колбу добавляют 5 г хлористого натрия х.ч. ;

б) объединенный гексановый экстракт в делительной воронке промывают дважды по 5 мл конц.серной кислотой, а затем дистиллированной водой /2 раза по 20 мл/ для удаления следов серной кислоты.

2. При необходимости определения ГХБД в пробах с содержанием менее 0,I мкг/л конечный объем экстракта упаривают на водяной бане с дефлегматором/дефлегматор - плотной елочкой, диаметр - I,5 см., длина 20 см/. При упаривании необходимо следить, чтобы дефлегматор все время был смочен стекающей флегмой.

3. Учитывая, что методика предусматривает использование детекторов с различными радиоактивными источниками, для каждого детектора перед началом работы должен быть установлен диапазон линейности по стандартному раствору ГХБД, в границах которого в дальнейшем и проводятся количественные определения ГХБД в пробах.



Подпись к рисунку № I.

I – колбы для отгона, 2– переход от колбы к холодильнику с заглушенным верхним отводом, 3– холодильник, 4–алонж с оттянутым концом, 5–делительная воронка с отметкой 30 мл, 6– асбестовая сетка, 7 – электроплитка с закрытой спиралью.

Все шлифы в установке стандартные N = 14,5.

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