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 метод определения ДДТ в молоке и молочных продуктах.*

Принцип метода. Метод основан на извлечении ДДТ из молока и молочных продуктов ацетоном и хлороформом, очистке экстракта на колонке с силикагелем АСК, нитровании ДДТ до тетранитропроизводного и последующем колориметрическом определении в виде продукта реакции тетранитросоединения ДДТ с этилатом калия или натрия.

Чувствительность метода 5-10 мкг пестицида в пробе. Гексахлоран и хлорорганические препараты диенового синтеза не мешают определению.

Реактивы и растворители.

Силикагель АСК Воскресенского химкомбината /Московская область/.

Петролейный эфир /т.к. 40-70°С/ дважды перегнанный.

Едкое кали, 5%-ный спиртовый раствор (5г едкого кали растворяют в 100 мл абсолютного спирта, добавляют 2г мочевины и кипятят с обратным холодильником 10 минут. После охлаждения раствор фильтруют и хранят в склянке с притертой пробкой).

Едкий натрий х.ч., 2%-ный раствор.

Оксалат натрия чд.а., насыщенный раствор или оксалат калия чд.а., 5%-ный раствор.

Хлористый натрий, насыщенный раствор.

Бензол х.ч., перегнанный.

Серный эфир, обезвоженный, освобожденный от примесей и перегнанный.

Хлороформ, перегнанный.

Натрий сернокислый, безводный.

Стандартный раствор 4,4'ДДТ, содержащий 20 мкг инсектицида в 1 мл.

Чистый 4,4'-изомер ДДТ можно получить из технического препарата следующим образом: 10г технического ДДТ

---

* Молочников В.В., Мочалов В.М., ВНИИ молочной промышленности.

растворяют в 75мл этилового спирта, нагревают с обратным холодильником в течение 10-15 минут и оставляют на 2 часа. Выкристаллизовавшийся 4,4'-изомер ДДТ отфильтровывают и высушивают при 80°С.

Стеклянная вата или гигроскопическая обезжиренная вата.

Интрующая смесь: 2г азотнокислого калия растворяют в 30 мл серной кислоты (х.ч., уд.вес 1,84).

Спирт абсолютный (перегнанный этиловый спирт обезвоживают прокаленной сернокислой медью в течение 12 часов с последующей отгонкой или фильтрованием).

Приборы и посуда.

Делительные воронки емкостью 350, 150 и 50 мл.

Хроматографические колонки 18 х 390мм.

Цилиндры мерные на 50 и 100 мл.

Пипетки градуированные на 5 мл.

Аппарат для перегонки растворителей.

Водяная баня.

Фотоэлектроколориметр.

Колбы для отгонки растворителей.

Описание определения.

В нижнюю часть хроматографической колонки помещают стекловату или обезжиренную вату и насыпают 70 мл силикагеля АСК. Сорбент промывают, пропуская через колонку 50мл петролейного эфира. Растворитель, прошедший сквозь колонку, отбрасывают.

Молоко, кисломолочные напитки (кефир, кумыс, простокваша и т.п.)

25мл продукта помещают в делительную воронку на 350 мл, прибавляют 5мл насыщенного раствора оксалата натрия и 5 мл насыщенного раствора поваренной соли, перемешивают, прибавляют 100 мл ацетона и смесь встряхивают 2-3 минуты. Затем приливают 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 1-2 минуты. После полного разделения фаз, нижнюю часть используют для анализа. Растворители отго-

няют под вакуумом при температуре 40-45°С до полного их удаления. Оставшийся жир растворяют в 30 мл петролейного эфира и наносят на приготовленную хроматографическую колонку. Из колонки ДДТ элюируют 170 мл петролейного эфира, собирая элюат в колбу для отгонки растворителей. Остаток растворителя "отмывают" из колонки с помощью резиновой груши. Растворитель отгоняют под вакуумом при температуре 40-45°С. В колбу с сухим остатком приливают 3 мл нитрующей смеси, содержимое перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 20 минут, периодически помешивая, после чего колбу охлаждают.

Охлажденное содержимое колбы переносят в делительную воронку, содержащую 15 мл холодной дистиллированной воды (1-3°С). Колбочку трижды ополаскивают холодной водой по 5 мл и промывные воды сливают в ту же воронку. При разогревании воронку охлаждают.

Нитропроизводное ДДТ дважды экстрагируют 10 мл серного эфира, объединяют экстракты и промывают 2%-ным раствором едкого натра до тех пор, пока нижний слой не будет бесцветным (обычно 2-3 раза по 5мл). При этом не следует допускать длительного контакта экстракта со щелочным реактивом. Экстракт обезвоживают, пропуская сквозь слой сернокислого натрия, после чего эфир отгоняют при температуре 40-45°С. Сухой остаток растворяют в 5 мл бензола и приливают 2 мл 5%-ного раствора едкого кали, перемешивают и переносят в кювету с расстоянием между гранями 10 мм. Через 7-10 минут колориметрируют на фотоэлектроколориметре при = 596 м. Количество ДДТ в пробе определяют по калибровочному графику.

Сгущенное стерилизованное молоко.

10г продукта отвешивают в стаканчик и переносят в делительную воронку емкостью 150 мл, обмывая стаканчик дважды по 5 мл насыщенным раствором хлористого натрия. Содержимое воронки перемешивают, приливают 40 мл ацетона, энергично встряхивают 2-3 минуты, затем приливают 60 мл хлороформа и вновь встряхивают 2-3 минуты. Далее продол-

дают анализ, как описано в разделе "Молоко".

Сгущенные молочные продукты с сахаром.

В стаканчик отвешивают 10г сгущенного продукта и приливают 5 мл раствора оксалата калия, содержимое перемешивают и выливают в делительную воронку емкостью 250мл. Стаканчик обмывают 5мл того же раствора и сливают в делительную воронку. Содержимое воронки перемешивают, приливают 60 мл ацетона и энергично встряхивают 2-3 минуты, добавляют 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 7-8 минут. Далее поступают, как описано для молока.

Сухие молочные продукты и смеси.

В делительную воронку емкостью 150 мл приливают 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия, добавляют 2г сухого продукта и встряхивают 2-3 минуты. Приливают 30мл ацетона, встряхивают 2-3 минуты, добавляют 50 мл хлороформа и вновь встряхивают 5-7 минут. Далее поступают, как описано в разделе "Молоко".

Сметана, сливки 30-40%.

5г продукта смешивают с 10мл насыщенного раствора хлористого натрия. Смесь переносят в делительную воронку, добавляют 40мл ацетона, встряхивают 2-3 минуты, приливают 70 мл хлороформа и вновь встряхивают 2-3 минуты. Далее анализ ведут, как описано для молока.

Творог, сыр.

10г творога или измельченного на терке сыра растирают в ступке с 10 мл насыщенного раствора поваренной соли и переносят в делительную воронку на 150мл. Приливают 80 мл ацетона, встряхивают 2-3 минуты, добавляют 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 4-5 минут. Далее, как описано в разделе "Молоко".

Построение калибровочного графика.

К 25мл молока добавляют 1,2,3,4 мл стандартного раствора ДДТ, а также 1мл стандартного раствора, разбавленного вдвое. Это будет соответствовать 10, 20, 40, 60 и 80 мкг ДДТ. Далее проводят определение, как указано в разделе "Молоко". Определенные величины светопоглощения за вычетом "холостой пробы" используют для построения калибровочного графика.

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