

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСК СССР

М Е Т О Д Ы
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

~~Часть 5~~

М о с к в а, 1971 г.

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

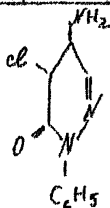
Часть У.

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 ФЕАЗОНА В СВЕКЛЕ, ПОЧВЕ И ВОДЕ

Характеристика препарата



Феназон /пирамин, хлоразон/ 1-Фенил-4-амино-5-хлорпиримидин-6-он
Чистый препарат — белое кристаллическое вещество с т.п. 205-206⁰С,
давление пара при 40⁰С 0,074 атм. Растворимость в воде при 20⁰С
0,03%, в метиловом спирте 3,5% и в ацетоне 2,8%.

Феназон выпускается в виде 80%-ного смачивающего порошка и
используется для обработки почвы.

Принцип метода

x/

Метод основан на разложении феназона в щелочной среде в присутствии цинковой пыли. Образующийся при этом амидин отгоняет, динитрозирует, сочетает с альфа-нафталином и спектрофотометрически определяет интенсивность окрашивания раствора при длине волны 537 мк.

Чувствительность метода 1 мг феназона в 1 кг анализируемого продукта, почвы или 0,1 мг в 1 л воды.

Реактивы и растворы

Натр едкий "хч" (ГОСТ 4328-48); 40%-ный раствор.

Цинковая пыль

Уксусная кислота ледяная "хч" (ГОСТ 61-51)

Соляная кислота "хч" 1 н раствор

Натрий азотистосилицидный "хч" 2%-ный раствор

Сульфаниловая кислота "хч" 10%-ный раствор

Ацетон "ЧДА"

Дистиллированная вода

Этиловый спирт 95%

Альфа-нафтиламин "ЧДА" 2% ный раствор
в растворе этилового спирта в смеси с уксусной кислотой
(5 : 1)

Индикаторная бумага йодокрахмальная

Индикаторная бумага - Конго

Парафин "оч"

Стандартный образец феназона-(1-фенил-4-амино-5хлоримри-
дазона) дважды перекристаллизованный и высушенный до постоянного
веса при 100-105⁰. (Для перекристаллизации растворяют 3 г фе-
назона при нагревании в 100 мл 95% этилового спирта, фильтруют
и охлаждают, вынавшие кристаллы феназона отделяют от раствори-
теля путем фильтрации на стеклянном фильтртригле. Кристаллы
промывают несколько раз холодным 95%-ным этиловым спиртом и
сушат при 100⁰ до постоянного веса).

Приготовление стандартного раствора феназона

0,1 г перекристаллизованного феназона навешивают с точ-
ностью до 0,0002 г количественно переносят в мерную колбу
емкостью 500 мл, растворяют в небольшом объеме ацетона, дово-
дят ацетоном до метки и содержимое колбы хорошо перемешивают.
1 мл стандартного раствора содержит 0,2 мг феназона.

Приборы и посуда

Прибор для дистилляции (см. рисунок 1)

Спектрофотометр СФ-4

Отбор пробы

Средние пробы исследуемых корней сахарной свеклы в коли-
честве не менее 10 корней, или ботвы в количестве не менее
5 кг, промывают холодной водой. От каждого корня берут 1/8
часть, вырезая в продольном направлении дольку (типа дольки
апельсина). Дольки измельчают на терке и перемешивают, отбира-
ют средние пробы почвы и измельчают. До проведения анализа из-
мельченные образцы хранят в холодильнике в стеклянных банках
с хорошо притертыми стеклянными пробками.

к/ Разработчик Е.В.Резерт, А.А.Диевцева, институт органического
синтеза, ГИИ

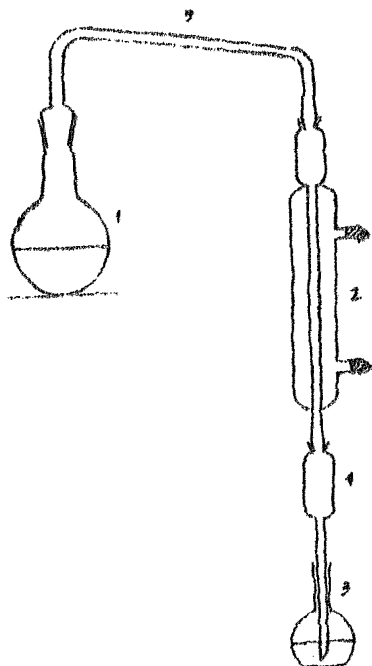


Рис. 1. Прибор для отгонки продукта щелочного разложения феназона-анилина.

- 1 - Круглодонная колба жаростойкого стекла емкостью 250 мл со шлифом НШ 29 мм
- 2 - Холодильник со шлифом НШ 14,5 мм
- 3 - Мерная колба емкостью 100 мл
- 4 - Отводная трубка длиной 18-20 см диаметром 6-7 мм со шлифом НШ 14,5 мм
- 5 - Соединительная трубка с двумя шлифами: НШ 29 мм и НШ 14,5 мм

Описание определения

а) Определение в зевеле, пищевых продуктах и почве

10 г исследуемого образца помещают в круглодонную колбу емкостью 250 мл, добавляют 5 г цинковой пыли, 70 мл 40%-ного раствора едкого натра и кусочек парафина (0,3-0,4г). К колбе присоединяют обратный холодильник и смесь кипятят в течение одного часа. После того как содержимое колбы остынет до 70° обратный холодильник отсоединяют. Колбу (1) при помощи трубки (5) соединяют с холодильником (2). В мерную колбу (3) емкостью 100 мл, в которой предварительно помещены 5 мл 1 н. раствора соляной кислоты, опускают отводящую трубку (4), которая присоединена к холодильнику (2). Греют колбу (1) аэтантреновой плиткой или газовой горелкой.

После получения около 60 мл дистиллята колбу-приемник (3) отсоединяют от холодильника, а отводящую трубку (4) промывают небольшим количеством дистиллированной воды. Промытую воду присоединяют к раствору, находящемуся в колбе (3), затем туда же прибавляют 5 мл уксусной кислоты. При помощи индикаторной бумаги Конго проверяют кислотность среды. Если среда недостаточно кислая, то прибавляют еще уксусную кислоту. Затем прибавляют 1 мл 2% раствора азотистокислого натрия, хорошо перемешивают содержимое колбы. По истечении 15 минут прибавляют 1 мл 10% раствора сульфаминовой кислоты, перемешивают. Индикаторная бумага йодкрахмальная от небольшой капли реакционной смеси не должна окрашиваться в синий цвет. В случае необходимости прибавляют еще раствор сульфаминовой кислоты до отсутствия реакции на индикаторной йодкрахмальной бумаге. Через 10

мин. прибавляют 5 мл 2% раствора альфа-нафтиламина и хорошо перемешивают, и оставляют на 30 мин. Затем прибавляют содержимое колбы I в раствор соляной кислоты до метки и хорошо перемешивают.

Если полученный раствор мутный, то его следует фильтровать через сухой фильтр в сухую колбу. Первые 15-20 мл фильтрата следует отораскивать.

Раствор в кювету спектрофотометра длиной 10 см. В кювету сравнения такой же длины помещают предварительно приготовленный в вышеуказанных условиях 100 м смеси, остальной на 60 мл дистиллированной воды в тех же реакциях в тех же количествах.

Если при спектрофотометрировании полученное значение оптической плотности выше 0,9, то следует соответственно пользоваться более короткими кюветами.

В спектрофотометре определяют оптическую плотность при длине волны света 537 мμ и по соответствующей калибровочной кривой определяют содержание фенола в образце.

б) Определение в воде

Для определения содержания фенола в воде 100 мл исследуемого образца помещают в круглодонную колбу емкостью 250 мл(1) и выпаривают примерно до 10 мл. Затем прибавляют 5 г цинковой пыли, 70 мл 40% раствора едкого натра и далее поступают как указано в пункте "а" этого же раздела.

Примечания:

1. Если при отгонке в холодильнике(2) наблюдается образование парафина, то его следует почистить перед каждой последующей отгонкой.

2. Растворы реактивов - азотистого натрия и альфа-нафтиламина должны быть свежеприготовленными.

Построение калибровочной кривой

В колбу (I) помещают точно отмеренное количество стандартного ацетонового раствора феназона (0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00; 2,00 мл), при нагревании на водяной бане выпаривают ацетон, прибавляют 10 г измельченного образца соответствующего объекта исследований (сахарной свеклы или пищевых продуктов), не обработанного феназоном и далее поступают, как указано в предыдущем разделе.

Полученные оптические плотности в зависимости от взятых количеств феназона изображают в прямоугольной системе координат и строят соответствующую калибровочную кривую. Калибровочную кривую время от времени вышеуказанным способом проверяют.

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
Методические указания по разработке газо-хроматографических методов анализа остаточных количеств пестицидов составлено Пивоваровым Г.А.	I
ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ 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., Бркова Э.Ф.,	36
Определение ДДТ, ГХЦГ, алдрина и гексахлорбензола в хлопковых вратах, 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., Грицаенко Н.Н.,	47

Колориметрический экспресс-метод определения ДДТ в
корне- и клубнеплодах 49
автор: Степиковская Л.А.

Определение полихлорпинена в воде, почве, картофеле
свекле, ее ботве, масле в присутствии ДДТ и других 58
хлорорганических пестицидов и полихлорнафта в почве
авторы: Клисенко М.А., Верблюдова Н.И., Косматый Е.С.,
Грицаенко Н.И.

Определение остатков ГХ в растениях методом тонко- 68
слойной хроматографии
авторы: Косматый Е.С., Половская Ф.И., Тверская Б.М.

Определение кельтана в огурцах методом тонкослойной 66
хроматографии
авторы: Фомичева Л.Г., Ефимова Л.И.

Определение эфирсульфоната в винограде, сое, воде 71
вишне методом ТСХ
авторы: Гослубев Т.И., Владимирова Л.Г., Колобродова Ю.М.

Фосфорорганические соединения

Определение акрекса и каратана в растительных продуктах 74
и воде
авторы: Клисенко М.А., Шлигидина А.М.

Определение бутифоса в продуктах промышленной перера- 80
ботки хлопка-сырца и семян хлопчатника методом тонко-
слойной хроматографии
авторы: Талипов Ш.Т., Джианбаева Р.Х., Халимова У.Х.,
Шейкина Р.И., Белобородова Н.Ф.

Психрографический метод определения метилнитрофоса 86
в растительной пробе и почве
авторы: Патрашук Ф.И., Сорокская Л.Б.

Булачно-хроматографический качественный и колориметрический 90
количественный методы определения метилнитрофоса в расти-
тельной пробе и почве
автор: Патрашук Ф.И.

Определение трихлорметафоса-3 в молоке и молочных продуктах с помощью тонкослойной хроматографии авторы: Молочников В.В., Серебряникова В.А., Мочалов В.И.	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 :: 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: Степиковская 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

Биаметрический агар-диффузный метод определения фосфорорганических инсектицидов в продуктах животного происхождения 156
авторы: Непоклонов А.А., Метелица В.К.

Производные карбаматов

Колориметрический метод определения купрациана-I, купрациана-II, Манеба, Марцина, ТМД в воздухе, продуктах питания растительного происхождения и биологических средах 162
авторы: Клисенко М.А., Векштейн Я.Ш.,

Экспрессное определение тетраэтилтиурамдисульфида (ТМТД) в зерне и зернопродуктах 164
автор: Николаев А.В.

Определение остаточных количеств дикрезила в биологических средах методом тонкослойной хроматографии 167
автор: Сивохин П.А.

Прочие соединения

Определение 2-метокси-3,6-дихлорбензойной кислоты методом газо-жидкостной хроматографии 172
авторы: Рыжков А.А., Гейд Ю.П., Бабин Е.П., Свириденко А.С., Чекавская Я.А.

Количественное определение дикамбы (дианата, банвена-Д) в растениях и в почве методом хроматографии в тонком слое 179
авторы: Березовский М.Н., Самосват Л.С., Никитин В.В.

Определение диурона, ливурона, монурона, пропанида, солана, фалорана в воде, почве, овощах методом хроматографии в тонком слое 184
автор: Самосват Л.С.

Колориметрический метод определения которана (пахтарона) в хлопковом масле 186
авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р., Алдошьян Т.В.

Качественное и количественное определение каптана и фталана в вине, виноградном соке, листьях и ягодах винограда, в почве и воде авторы: Вайнтрауб Ф.П., Дронь Л.П.	193
Определение мельпрекса в воздухе авторы: Сорокина Л.В., Клисенго М.А.	199
Определение прометрина в почве, воде и растительном материале методом хроматографии в тонком слое автор: Дроздова О.А.	203
Определение феназона в свекле, почве и воде авторы: Эгерт В.Э., Лиелгалве А.А.	207
Определение хлората магния в препарате-дефолианте, хлопковом масле, шроте, жмыхе, семенах, ядрах семян и волокне хлопчатника авторы: Талилов Ш.Т., Жиянбаева Р.Х., Халимова У.Х., Белобородова Н.Ф.	213