

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ  
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ 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.

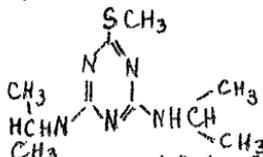
Данные методики апробированы и рекомендованы  
в качестве официальных группой экспертов при  
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с  
вредителями, болезнями растений и сорняками  
при МСХ СССР

М о с к в а  
1971 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОМЕТРИНА В ПОЧВЕ, ВОДЕ  
И РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ  
В ТОНКОМ СЛОЕ.<sup>X</sup>

Характеристика препарата

Прометрин - 2-метил-2-тио-4,6 бис-изопропиламмино-сим-  
триазин. Структурная формула :



Химически чистый прометрин представляет собой белый порошок с температурой плавления 120 - 121°C. Хорошо растворяется в органических растворителях, в воде - 48 мг/л.

Принцип метода

Метод основан на экстрагировании прометрина из последующей пробы органическим растворителем и последующем хроматографировании в тонком слое окиси алюминия. Подходящим растворителем олужит смесь гексана и ацетона или четыреххлористого углерода и эфира, взятых в соотношении 4:1. Пятна прометрина обнаруживаются на пластинке при опрыскивании проявляющим раствором бромфенолового синего и азотнокислого серебра. Количественное определение производится путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов. Чувствительность метода составляет 0,05 мг/л для воды и 0,1 мг/кг для почвы и растительного материала. Метод специфичен при отсутствии других серусодержащих органических веществ, дающих окраску с бромфеноловым синим и имеющих одинаковое с прометрином значение  $R_f$ .

Реактивы и растворы.

Окись алюминия для хроматографии 2 степени активности с размером частиц не более 100 микрон.

Кальций серноокислый ч.д.а. ГОСТ 32 10-46. Просушивают в су-

<sup>X</sup> Метод разработан Дроздовой О.А. ВНИИ гигиены и токсикологии пластмассов, полимерных и пластических масс, г. Киев.

мальному шкафу при температуре 150<sup>0</sup>С в течение 6 часов, хранят в банке с притертой пробкой.

Натрий серноокислый безводный, свежемороженый, хранят в банке с притертой крышкой.

Эфир для наркоза.

Ацетон

γ-Гексан

Хлороформы

Четыреххлористый углерод

Стандартный раствор прометрина в гексане с содержанием 100 или 200 мкг/мл.

Проявляющие растворы: № 1 смесь равных объемов бромфенолового синего (0,4 % раствор) и азотнокислого серебра (2 % раствор). № 2. Уксусная кислота 4 % раствор. № 3. Перманганат калия 0,25 % раствор.

#### Приборы и посуда.

Пластинки для хроматографии: стеклянную пластинку размером 9x12 см тщательно вымывают содой, хромовой смесью, дистиллированной водой и высушивают, покрывают сорбционной массой. Для приготовления сорбционной массы на 22 пластинки смешивают 50 г окиси алюминия с 5 г серноокислого кальция (оба компонента должны быть просеяны через сито). Смесью помещают в колбу, добавляют 75 мл воды и встряхивают 15 минут на аппарате для встряхивания. Около 5 г массы (одну чайную ложку) наливают на пластинку и, покачивая, равномерно распределяют по поверхности. Сушат пластинки в течение ночи при комнатной температуре и хранят в эксикаторе.

Шкаф сушильный.

Аппарат для встряхивания.

Прибор для отгонки растворителя.

Камера для хроматографирования - стеклянный сосуд с притертой крышкой. Можно использовать эксикатор.

Камера для опрыскивания - стеклянный сосуд диаметром 17-18 см и высотой 15-16 см.

Пульверизаторы стеклянные.

Воски туберкулиновые на I мл.

Колбы мерные на 50-100 мл.

Колбы конические на 250-300 и 100-150 мл.

Воронки делительные на 250 - 300 мл.

Воронки конические.

Пипетка с оттянутым концом.

Фильтры бумажные.

Баня водяная.

Сито металлическое с диаметром отверстий 2-3 мм.

Экстракция прометрина из пробы.

а/ Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку и трижды экстрагируют хлороформом по 20 мл. Экстракты объединяют, фильтруют через воронку с безводным сернистым натрием (5 г) в колбу прибора, а для отгонки растворителей и отгоняют хлороформ почти досуха (0,1 мл).

б/ Почва. 100 г воздушносухой почвы, растертой в ступке и просеянной через сито, заливает на ночь 80 мл эфира. Растворитель отфильтровывают, почву вымывают трижды эфиром по 20 мл. Объединенный экстракт помещают в колбу прибора для отгонки растворителей и отгоняют его почти досуха (0,1 мл)

в/ Картофель. 100 г чисто вымытого и измельченного картофеля помещают в колбу с притертой пробкой, заливают 100 мл эфира и оставляют на ночь. Затем растворитель сливают, пробу трижды промывают эфиром по 20 мл. Объединенный экстракт фильтруют через коническую воронку с безводным сернистым натрием (5-10 г) в колбу от прибора для отгонки растворителей и отгоняют его почти досуха.

г/ Морковь, конопля, горох, клубника, зеленая масса. 100 г измельченной пробы помещают в колбу с притертой пробкой, заливают 100 мл н-гексана и оставляют на ночь. Растворитель сливают, пробу трижды промывают по 20 мл н-гексана. Экстракты собирают в делительную воронку на 250-300 мл, извлекают прометрин 0,1 н. соляной кислотой три раза по 50 мл. Объединенные порции солянокислого экстракта промывают 80 мл н-гексана. Подщелачивают 1 мл 50 % раствора едкого натрия и экстрагируют хлороформом из этого раствора прометрин хлороформом трижды по 20 мл (длительность экстракции 3 - 5 минут). Хлороформный экстракт дважды промывают дистиллированной водой по 20 мл и

фильтруют через коническую воронку с безводным сернистым натрием в колбу джеккетки прибора для отгонки растворителей и отгоняют почти досуха.

#### Хроматографирование

На середину хроматографической пластинки на расстоянии 1,5 см от края при помощи пипетки наносят исследуемую пробу в одну точку так, чтобы размер пятна не превышал 10–12 мм. Колбу с пробой трижды тщательно смывает небольшими порциями эфира (0,5 мл), которые наносят на пластинку в центр того же пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят с помощью шприца стандартные растворы прометрина, так чтобы одно пятно содержало 5–10, а второе 10–20 мкг препарата. Пластинку с нанесенными пятнами помещают в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь четыреххлористого углерода и эфира для почвы и растений, гексана и ацетона для воды в соотношении 4:1. Смесь может быть использована однократно. Края пластинки погружают в растворитель не более чем на 0,5 см. После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и оставляют на несколько минут для испарения растворителя. Затем пластинку помещают горизонтально в камеру для опрыскивания и опрыскивают проявляющим реактивом № 1 и помещают в сушильный шкаф на 20 минут при температуре 50°C. После охлаждения пластинку опрыскивают проявляющим раствором № 2. В случае наличия прометрина в пробе на пластинке появляется синее пятно, расположенное на одинаковом уровне и аналогичное пятнам стандартных растворов. Для закрепления пластинку опрыскивают затем реактивом № 3.

Количественное определение производится путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятна пробы с интенсивностью окраски и размером пятна стандартных растворов.

Расчет результатов анализа производится по формуле  $X = \frac{A}{B}$ , где X — содержание прометрина в анализируемой пробе в мг/г или в мг/кг, A — количество прометрина, найденное путем визуального сравнения, в мкг, B — навеска исследуемой пробы в г или мг.

Количественное определение прометрина с надежной точностью можно проводить лишь до 50–60 мкг в пробе. При большем содержании препарата следует брать пропорциональную часть экстракта.

Величина  $\eta$  равна  $0,5 \pm 0,04$ .

## 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 $\gamma$ -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 ПХ 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., Владимировна 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, ТМТД 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