

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 КЕЛЬТАНА В ОГУРЦАХ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ¹⁾

Характеристика кельтана

Кельтан (хлоретанол) - 2,2,2-трихлор-1,1-бис (4-хлорфенил) - этанол, мол. вес 370,48. Температура плавления 78,5-79,5°C, кипения - 180°C (при давлении меньше 0,1 мм рт. столба). Растворяется в большинстве органических растворителей. Выпускают кельтан в виде смачивающихся порошков, dust-тов и концентратов эмульсий.

Принцип метода

Метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы н-гексаном и последующем хроматографировании в тонком слое. Подвижным растворителем служит бензол. Кельтан на хроматограммах обн. руживается после опрыскивания пластинки раствором аммиака серебра в ацетоне с последующим облучением ультрафиолетовым светом. Количественное определение производится путем визуального сравнения.

Чувствительность метода 0,02 мг/кг. Другие хлорорганические пестициды определению кельтана не мешают. Полнота извлечения пестицида из пробы 90-100%.

Реактивы и растворы

Н-гексан

Бензол х.ч.

Натрий серноокислый безводный х.ч.

Алюминий окись для хроматографии 2 ст. активности или кремний двуокись для люминофоров

Кальций серноокислый ($\text{Ca}_2\text{S}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) чда. Просушивают в сушильном шкафу при температуре 150°C в течение 6 часов. Хранить в банке с притертой пробкой.

¹⁾ Составлено Фомичевой Л.Г. и Ефимовой Л.И. МОСТАВР, лаборатория по определению остаточных количеств пестицидов в продукции сельского хозяйства, Москва

Проявляющий реактив: 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, прибавляют 5 мл аммиака (уд.вес - 0,9) и доводят объем раствора до 100 мл уксусом. Готовят в день употребления. На пластинку размером 9x12 см расходуется 8-10 мл раствора.

Стандартный раствор кельтана 100 мкг/мл (10 мг кельтана в 100 мл гексана), хранят в холодильнике в плотно закрытой склянке. Стандартный раствор пестицида можно приготовить из 20% концентрата эмульсии, произведя соответствующие расчеты.

Приборы и посуда

Пластинки для хроматографии. Стеклопластиковую пластинку размером 9x12 тщательно промывают содой, хромовой смесью, дистиллированной водой и сушат в вертикальном положении. Перед нанесением сорбционной массы пластинку протирают спиртом. Сорбционная масса из окиси алюминия готовится следующим образом: 50 г окиси алюминия, просеянной через сито 0,1 мм, смешивают в фарфоровой ступке с 5 г оксидологического кальция, переносят в колбу, прибавляют 75 мл дистиллированной воды и встряхивают до образования однородной массы. 7-10 г сорбционной массы наливают на пластинку и, покачивая, равномерно распределяют по всей поверхности. Сушат пластинки при комнатной температуре 18-20 часов и хранят в эксикаторе над б/в хлоридом кальция.

Сорбционная масса из двуокиси кремния готовится в той же последовательности в следующих пропорциях: 12 г двуокиси кремния, 1 г гипса и 50 мл дистиллированной воды. На одну пластинку наносится 1,5 чайные ложки сорбционной массы. Сушат пластинки на воздухе в течение 18-20 часов.

Мерные колбы на 100 мл.

Колбы с притертыми пробками на 250 мл.

Прибор для отгонки растворителей.

Колбы круглодонные на шлифах на 50, 100 мл для отгонки растворителей.

Пульверизаторы стеклянные для опрыскивания пластинок.

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

Камера для опрыскивания.

Медицинские шприцы на 1 мл с делениями до 0,02 мл для нанесения экстрактов и стандартных растворов.

Бани водяные.

Прибор для встряхивания.

Ртутно-кварцевая лампа.

Описание определения

50 г измельченного продукта трижды экстрагируют порциями по 30-50 мл н-гексана, каждый раз встряхивая пробу в течение 15 мин. на приборе для встряхивания. Экстракты объединяют, сушат над б/в сернокислым натрием. Переносят в прибор для отгонки растворителей и отгоняют растворитель до небольшого объема (0,1 мл) при температуре около 71°C.

Хроматографирование. На хроматографическую пластинку на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки при помощи медицинского шприца наносят исследуемую пробу в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см.

Колбочку с экстрактом трижды обмывает небольшими порциями гексана, которые затем также наносят на пластинку в центр первого пятна. Слева и справа от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы кельтана, содержащие 1,5 и 10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, на дне которой налит бензол за 30 минут до начала хроматографирования. Край пластинки с нанесенными пятнами должен быть погружен в подвижный растворитель не более чем на 0,5 см.

После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до полного испарения растворителя. Затем пластинку опрыскивают проявляющим реактивом и облучают Уф-светом в течение 10-15 минут (при использовании ртутно-кварцевой лампы РК-4). Пластины следует располагать на расстоянии 20 см от источника света.

При наличии кельтана на пластинке появляются пятна серо-черного цвета. При использовании в качестве стандарта раствора кельтана, полученного из технического продукта, кельтан проявляется на пластинке в виде двух пятен серо-черного цвета разной интенсивности. R_f нижнего пятна, соответствующего чистому кельтану, составляет 0,44.

Другие хлорорганические пестициды (ДДЕ, 4,4^I-ДДТ, 2,4-ДДТ, гептахлор, линдан) определению кельтана не мешают, т.к. R_f их пятен выше пятна кельтана (от 0,51 до 0,70).

Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности и размера пятен пробы с интенсивностью и размером пятен стандартного раствора.

Сравнение размеров пятен пробы и стандартов производят также путем измерения их площадей. В последнем случае при расчете содержания пестицида предполагают, что между количеством препарата в пробе и площадью его пятна на пластинке существует прямая пропорциональная зависимость.

Обработка данных анализа

Расчет результатов анализа производят по формуле:

$$X = \frac{A}{B} \quad \text{или} \quad X = \frac{A_1 \cdot S_2}{S_1 \cdot B_1}, \quad \text{где}$$

X - содержание препарата в пробе в $\mu\text{г}/\text{кг}$ или $\text{мг}/\text{л}$

A - количество препарата, найденное путем визуального сравнения со стандартным раствором, мкг

B - навеска исследуемой пробы в г или мл

A_1 — содержание препарата в стандартном растворе, мкг
 S_1 — площадь пятна стандартного раствора, мкг
 S_2 — площадь пятна пробы, мм².

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 автор: Степиковская Л.А.	49
Определение полихлорпинена в воде, почве, картофеле свекле, ее ботве, масле в присутствии ДДТ и других хлорорганических пестицидов и полихлорнафта в почве авторы: Клисенко М.А., Верблюдова Н.И., Косматый Е.С., Грицаенко Н.И.	58
Определение остатков ГХ в растениях методом тонко- слойной хроматографии авторы: Косматый Е.С., Половская Ф.И., Тверская Б.М.	63
Определение кельтана в огурцах методом тонкослойной хроматографии авторы: Фомичева Л.Г., Ефимова Л.И.	66
Определение эфирсульфоната в винограде, сое, воде ячме методом ТСХ авторы: Госубев Т.И., Владимиров Л.Г., Колобродова Ю.М.	71
Фосфорорганические соединения	
Определение акрекса и каратана в растительных продуктах и воде авторы: Клисенко М.А., Шниткина А.М.	74
Определение бутифоса в продуктах промышленной перера- 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.	80
Психрографический метод определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве авторы: Патрашук Ф.И., Сорокская Л.Б.	86
Булажно-хроматографический качественный и колориметрический количественный методы определения метилнитрофоса в расти- тельной пробе и почве автор: Патрашук Ф.И.	90

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