

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.

КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ ЭКСПРЕСС- МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДДТ В КОРНЕ - И КЛУБНЕПЛОДАХ^{1/}

Принцип метода

Метод основан на экстракции пестицида растворителем /петролейный эфир, н-гексан/, нитровании ДДТ и колориметрировании полученного по сокращенной процедуре реакций Шехтера и Галлера окрашенного в синий цвет продукта сочетания тетранитросоединения с этилатом калия.

Чувствительность 2 мкг в анализируемой пробе, что при 25 г навеске составляет 0,08-0,1 мг/кг продукта. Ошибка определения не превышает \pm 10%. Анализ выполняется в течение полутора часов.

Необходимые реактивы и аппаратура

Петролейный эфир, перегнанный, т.к. = 40-60° или н-гексан, х.ч.

Нитрующая смесь 10 г азотнокислого калия/натрия или аммония/ растворяют в 100 мл серной кислоты, уд.в. = 1,82-1,84

Этанольный раствор едкого калия, 5% раствор, 5,0г КОН, х.ч., растворяют в 100 мл абсолютного спирта, добавляют 2 г мочевины и кипятят с обратным холодильником в течение 10 мин. Полученный раствор охлаждают, фильтруют и хранят в темной, хорошо закупоренной посуде.

Бензол, х.ч.

Натр едкий, 5% раствор

Натрий серноокислый, безводный, х.ч., свежепрека-
ленный

Стандартный раствор ДДТ в этаноле с содержанием
100 мкг/мл

^{1/} Разработчик Л.А.Степиковской Научно-исследовательский институт гигиены питания, Киев

Конические колбы с притертой пробкой, емк.

200-500 мл

Воронки делительные, емк. 25-50 мл

Цилиндры мерные, емк. 10 и 50 мл

Прибор для отгонки растворителя

Бани водяная

Фотозлектроколориметр

Ход определения

25 г исследуемого продукта измельчают, помещают в колбу с притертой пробкой и экстрагируют^{X/} 25-50 мл /объем измерить точно/ петролейного эфира/г.к.= 40-60⁰/ или н-гексана при энергичном встряхивании в течение 30-40 мин. Экстракт сливают, измеряют его объем и при необходимости фильтруют через ватный тампон^{XX/}. Остатки экстракта с фильтра тщательно смывают растворителем и смывы присоединяют к основному раствору. Отгоняют растворитель на водяной бане досуха, добавляют к охлажденному сухому остатку 2 мл охлажденной в холодильнике нитрующей смеси, содержимое перемешивают и на 15-20 мин. погружают колбу в кипящую водяную баню. В течение этого времени колбу периодически встряхивают. После нитрования в остывший нитропродукт добавляют 5 мл ледяной воды, хорошо взбалтывают и содержимое переливают в делительную воронку емкостью 25-50 мл. Колбу трижды ополаскивают небольшим/ ~ по 2 мл/ количеством ледяной воды и смывы сливают в делительную воронку. Из воды нитропродукт экстрагируют 4 мл бензола в течение 1-2 минут и после разделения слоев воду сливают через кран. К бензолу добавляют 0,3-0,5 г безводного сульфата натрия, перемешивают и сливают бензол через горлышко воронки в круглодонную колбу емкостью 25-50 мл. Делительную воронку ополаскивают 1 мл бензола и присоединяют его к основному раствору.

При получении окрашенного в желтый цвет бензольного раствора последний промывает 1-2 раза/быстро/ 5%-ным раствором NaOH порциями по 1,5-2 мл.

Из полученного бензольного экстракта нитропродукта удаляют бензол до получения влажного остатка и добавляют к нему 1-2 капли этанольного раствора KOH .

Качественно ДДТ обнаруживается/на белом фоне по голубой окраске/ при наличии его в пробе ~ 2 мкг.

При обнаружении ^{больших} количеств ДДТ/ о чем свидетельствует яркая окраска/ и необходимости точно определить содержание ДДТ в пробе поступают следующим образом. К окрашенному раствору в колбу добавляют 5 мл бензола, 2 мл этанольного раствора KOH , перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре ФЭК-М при зеленом светофильтре в кювете с толщиной слоя 10 мм. Раствором сравнения служит бензол.

Содержание ДДТ в пробе определяют по калибровочной кривой, для построения которой берут от 0,1 до 1,0 мл стандартного раствора ДДТ в этаноле с содержанием 100 мкг/мл, удаляют растворитель, к сухому остатку добавляют 2 мл нитрующей смеси и помещают колбу в водяную баню на 10-15 мин. Нитропродукт переносят в ледяную воду и далее поступают так, как указано в описании определения выделенного ДДТ.

При отсутствии в лаборатории фотоэлектроколориметра содержание ДДТ в пробе может быть определено путем сравнения полученного окрашенного раствора со стандартной/имитационной/ шкалой, построенной на базе водных растворов хлорной меди и кристалл-виолета. Окраска раствора, содержащего 100 мкг ДДТ, имитируется раствором следующего состава: 3 мл 3%-ного SnCl_2 , 2 H_2O ; 0,6 мл 0,002%-ного кристалл-виолета; 6,4 мл дистиллированной

ж/ К картофелю перед экстрагированием добавляют 15-20 г безводного свежепрокаленного сульфата натрия.

воды. ж ж/

Разбавлением данного раствора получаются растворы, отвечающие количествам ДДГ/ 10, 20, 30 ... мкг/.

Расчет содержания яда в продукте / в мкг/кг/ производится по формуле:

$$X = \frac{A \cdot B}{B + V^I}, \text{ где}$$

A -- количество ДДГ, найденное по калибровочному графику или стандартной шкале, мкг

B -- вес пробы продукта, г

V -- объем экстрагента, мл

V^I -- объем слитого экстракта, мл

ж ж/ Различные партии реактивов/особенно кристалл-виолета/ при одних и тех же количествах могут давать несколько различные оттенки, поэтому соотношения реактивов лучше уточнять на месте исходя из имеющихся в наличии.

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 ПХ в растениях методом тонко-слойной хроматографии авторы: Косматый Е.С., Половская Ф.И., Тверская Б.М.	68
Определение кельтана в огурцах методом тонкослойной хроматографии авторы: Фомичева Л.Г., Ефимова Л.И.	66
Определение эфирсульфоната в винограде, сое, воде вишне методом ТСХ авторы: Госубев Т.И., Владимировна 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 переработки 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
Булачно-хроматографический качественный и колориметрический количественный методы определения метилнитрофоса в растительной 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, 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-D) 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