

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 ХЛОРАТА МАГНИЯ В ПРЕПАРАТЕ-ДЕФОЛИАНТЕ, ХЛОПКОВОМ МАСЛЕ, ЛЮФТЕ, ЖМЫХЕ, СЕМЕНАХ, ЯДРАХ СЕМЯН И ВОЛОКНЕ ХЛОПЧАТНИКА

Характеристика препарата

Хлорат магния высокоэффективный и широкоиспользуемый дефолиант хлопчатника. Химически чистый хлорат магния представляет собой бесцветное кристаллическое вещество, при 35°C частично плавится с выделением воды. Растворяется в воде, этаноле, ацетоне. Хлорат магния высоко гигроскопичен.

Принцип метода^x

Метод основан на окислении бензидина хлоратом магния в кислой среде с последующим колориметрированием желтой окраски. Экстракцию пестицида из волокна, семян, ядер семян, шрота, жмыха проводят ацетоном. После отгонки растворителя, остаток обрабатывают водой. Из хлопкового масла препарат извлекают 0,05 н соляной кислотой, пропускают через колонку с анионитом АВ-17 в ОН форме, элюируют хлорат-ион раствором 2н серной кислоты.

Реактивы и растворы

Хлорат калия х.ч.

Хлорат магния, ГОСТ 10483-66

Бензидин солянокислый, 0,5% раствор в 0,06н соляной кислоте

Кислота серная уд. вес 1,84; конц., 1н, 2н

Кислота соляная уд. вес 1,17; 0,05н; 0,06н; 2н

Ацетон х.ч. или ч.д.а.

Петролейный эфир, фракция 40-60⁰

Анионит АВ-17

NaOH или KOH х.ч., 5% раствор

Аммоний роданистый ч.д.а.

Серебро азотнокислое ч.д.а., 1% раствор в воде

Фенолфталеин ч.д.а., 1% раствор

Спирт этиловый ректификационный

x Метод разработан Ш.Т.Талиповым, Р.Х.Джиянбаевой, У.Х.Халимовой, Н.Ф.Белобородовой.

(ТашГУ им. В.И.Ленина и САФ ВНИИ жиров, г. Ташкент)

Стандартный раствор хлората готовят из овеченерекристаллизованного хлората калия с содержанием 1 мкг/мл и 10 мкг/мл хлорат-иона. Раствор хлората магния получают растворением точной навески в дистиллированной воде.

Подготовка анионита АВ-17.

Ионообменную смолу АВ-17 растирают в агатовой ступке. Для выделения нужной фракции смолу помещают в цилиндр на 1 л, заливают водой и взмучивают. Для работы отбирают фракцию, оседающую в течение 60 сек. Анионит помещают в колонки и промывают раствором 2N соляной кислоты для удаления ионов железа (до отрицательной реакции с роданидом аммония). От избытка соляной кислоты смолу отмывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (реакция с нитратом серебра). Для превращения анионита в ОН форму анионит обрабатывают 5%-ным раствором щелочи до равенства концентраций щелочи до и после пропускания через слой анионита. От избытка щелочи отмывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион гидроксила (реакция с фенолфталеином), высушивают анионит на воздухе. Хранят в закрытом сосуде. В работе используют колонку, на дно которой помещают стеклянную вату, 1 гр. сухой смолы.

Приборы и посуда

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или ФЭКН-57

Ионообменная колонка-бюретка диаметром 12 мм

Набор пипеток на 1, 2, 5 мл

Колбы мерные на 25, 50, 100 мл

Воронки делительные на 50, 100, 200 мл

Фильтры бумажные

Вата стеклянная

Баня водяная

Весы аналитические

Весы технические

Описание определения

По строению калибровочного графика. Калибровочный график строят из стандартных растворов хлората калия с $T=1$ мкг/мл и $T=10$ мкг/мл хлорат-иона. В мерные колбы на 25 мл вводят 0,5; 1,0; 5,0 мл (0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мл для $T=10$ мкг/мл) стандартного раствора хлората, приливают 0,25 мл 0,5% раствора солянокислого бензидина, 15 мл серной кислоты

18н, нагревают на кипящей водяной бане 1,5 мин., затем растворы охлаждают под проточной водопроводной водой до комнатной температуры и доводят объем до метки серной кислотой 18н. Растворы перемешивают и фотометрируют в кюветках толщиной слоя 5,0 см для T=1 мкг/мл и толщиной слоя 1,0 см для растворов с T=10 мкг/мл при $\lambda = 430$ нм. В качестве растворов сравнения используют дистиллированную воду.

А. Определение действующего начала (гексагидрата хлората магния) в препарате-дефолианте.

Точную навеску препарата 0,1 гр растворяют в мерной колбе на 100 мл, разбавляют дистиллированной водой перед определением в 100 раз. На анализ берут 2,0 мл приготовленного раствора. Дальнейший ход определения как при построении калибровочного графика. Рассчитывают содержание хлората магния в препарате по формуле:

$$d = \frac{a \cdot 5 \cdot 1,792}{1000} ; \quad \% = \frac{a \cdot 5 \cdot 1,792}{10} , \text{ где}$$

a - мкг хлорат-иона, найденное по калибровочному графику

1,792 - коэффициент пересчета на $Mg(OH_2)_2 \cdot 6H_2O$

d - гр гексагидрата хлората магния

Б. Определение хлората магния в нерафинированном хлопковом масле. 10 мл хлопкового масла наливают в делительную воронку на 50 мл, прибавляют 10 мл петролейного эфира и 10 мл 0,05н соляной кислоты, умеренно встряхивают и дают слоям разделиться. Водный слой сливают через фильтр синяя лента для удаления следов масла. Экстракцию проводят три раза. Объединенные экстракты пропускают через колонку с АВ-17 в ОН фсрме со скоростью 2 мл/мин, после чего их отбрасывают. Элюируют хлорат-ион раствором 2н серной кислоты до отрицательной реакции с 0,5% раствором бензидина. Элюат упаривают на водяной бане до объема 2-3 мл и количественно переносят в мерную колбу на 25 мл, прибавляют 15 мл серной кислоты, 0,75 мл 0,5% раствора бензидина и проводят дальнейшее определение как при построении калибровочного графика.

Расчет содержания хлората магния ведут по формуле:

$$x = \frac{a}{y} \cdot 1,145, \text{ где } a - \text{мкг хлорат-иона, найденное по}$$

калибровочному графику,

y - объем масла, взятого на анализ

1,145 - коэффициент перерасчета на $Mg(OH_2)_2$

Чувствительность определения - 0,5 мг/л.

В. Определение хлората магния в волокне, семенах, хлопковом необогащенном шроте, ядрах семян и жмыхе (обезжиренных петролеиним эфиром).

Навеску образца волокна 3 гр., семян 10 гр, шрота 5 гр., ядер семян 3 гр., жмыха 5 гр. заливают ацетоном: волокно и семена - в делительной воронке; шрот, ядра семян, жмых - в конической колбе.

Волокно заливают таким количеством, чтобы ацетон покрывал его на 1-1,5 см; остальные образцы следующими количествами: семена - 30, 20, 20 мл; ядра семян - 10, 10, 10 мл; шрот, жмых - 15, 15, 10 мл. Встряхивают 1-2 мин и сливают экстракт через фильтр в стакан емкостью 100 мл. Экстракцию проводят трижды, экстракты объединяют и упаривают растворитель досуха при температуре 70-80°C. Затем стакан обмывают дистиллированной водой и количественно переносят через фильтр, синяя лента в мерную колбу на 25 мл (общий объем воды 3-4 мл). Дальнейший ход анализа проводят аналогично определению действующего начала в препарате-дефолианте.

Расчет содержания хлората магния проводят по формуле:

$$x = \frac{a}{d} \cdot 1,145, \text{ где } a - \text{мкг хлорат-иона, найденное по К.Г.}$$

д - навеска образца, гр

1,145 - коэффициент пересчета на $Mg(ClO_3)_2$

Чувствительность определения:	в шроте	0,4 мг/кг
	в жмыхе	0,5 мг/кг
	в ядрах семян	0,5 мг/кг
	в семенах	1,0 мг/кг
	в волокне	3,0 мг/кг

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, ГХЦГ 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.	63
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: Гослубев Т.И., Владимировна Л.Г., Колобродова Ю.М.	71
Фосфорорганические соединения	
Определение акрекса и каратана в растительных продуктах и воде авторы: Клисенко М.А., Шлигидина 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., Серебренникова 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