

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 МЕЛЬПРЕКСА В ВОЗДУХЕ

Характеристика препарата

Мельпреко $C_{12}H_{25}NH - C - NH_2 \cdot C_2H_5COOH$
м.в. 287.

В чистом виде препарат представляет собой белые игольчатые кристаллы со слабым специфическим запахом. t пл. 136°. Растворим в спирте, в большинстве других органических растворителях не растворим. В воде при 20°C растворяется 0,063%. Стоек в умеренно щелочной или кислой среде.

Принцип метода I)

Метод основан на хроматографировании препарата в тонком слое окиси алюминия. Подвижным растворителем служит смесь метилового и изоамилового спиртов (1:1). Зоны локализации препарата обнаруживают после обработки пластинки раствором бромкрезолового пурпурового и гидроокиси натрия.

Количество препарата определяют путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов.

Чувствительность определения 2 мкг в пробе.

Реактивы и растворы

Окись алюминия для хроматографии.

Кальций серноокислый ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) ч.д.в.

Просушивают в сушильном шкафу при температуре 150°C в течение 6 часов.

Изоамиловый спирт.

Спирт метиловый (этиловый).

Едкий натр 1n и 0,01n растворы.

I) Метод разработан Л.В.Сорокиной, М.А.Климанко, ВНИИГИТОИС, 1971.

Вата медицинская (гигроскопическая), промывается эфиром и высушивается.

Фильтры АФА-ХА-10 или АФА-ХА-18.

Стандартный раствор мелипрекса с содержанием 100 мкг/мл. Раствор устойчив в течение трех месяцев.

Проявляющий реактив: 0,4 г. бромкрезолового пурпурового растворяют в 75 мл 0,01N раствора N аОН, доводят рН с помощью 0,01N раствора N аОН или HCl до 6 и разбавляют до 500 мл дистиллированной водой.

Приборы и посуда

Асп.затор.

Алдожи стеклянные, заполненные 0,4 г гигроскопической ваты или фильтр АФА-ХА-10 (18), помещенный в виде конуса в патрон.

Пластинки для хроматографии размером 9x12 см.

Для приготовления сорбционной массы из окиси алюминия смешивают в фарфоровой ступке 50 г окиси алюминия с 5 г сернокислого кальция (оба компонента предварительно просеивают через сито 100 меш. или капроновую ткань), добавляют 75 мл дистиллированной воды и энергично перемешивают 3-5 минут. После образования однородной массы, ее тонким слоем наносят на пластинки.

Пульверизаторы стеклянные.

Пипетки емкостью 1 мл с делением 0,01 мл или медицинский шприц емкостью 1 мл для нанесения проб и стандартных растворов на хроматографическую пластинку.

Камера для хроматографирования.

Камера для опрыскивания.

Водяная баня.

Мерные колбы на 100, 500 мл

Отбор проб воздуха

Исследуемый воздух, содержащий мельпрекс, протягивают через аллонж, заполненный 0,4 г ваты или фильтр АФА-ХА-10 (18) со скоростью 1-10 л/мин.

Для анализа следует отобрать не менее 10 л воздуха.

Описание определения

Отобранную пробу воздуха (фильтр или вата) переносят в стакан и промывают 8 раза по 3 мл спиртом. Спиртовой раствор определяемого препарата уваривают до объема 0,3-0,5 мл на водяной бане. При большом содержании мельпрекса берется аликвотная часть экстракта. На середину хроматографической пластинки на расстоянии 1,5 см от нижнего края наносят исследуемую пробу в одну точку, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Колбочку с пробой 2 раза тщательно смывают небольшими порциями спирта (0,2-0,5 мл), которые наносят на пластинку в центр того же пятна.

Слева и справа от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы, содержащие 5 и 10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, на дно которой налит подвижный растворитель (смесь метилового и изоамилового спиртов 1:1).

После того, как растворитель поднимется на пластинке на 10,5 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до испарения растворителя. Для обнаружения препарата пластинку опрыскивают проявителем бромкрезоловым пурпуровым, дают пластинке просохнуть и затем опрыскивают 1н раствором едкого натрия. Мельпрекс проявляется в виде синих пятен на голубом фоне с R_f 0,74-0,8. Количественное определение препарата производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размером пятен стандартных растворов.

Расчет результатов анализа производят по формуле:

$$X = \frac{A}{V_0 \cdot 1000}$$

X - содержание исследуемого препарата в анализируемой пробе - мг/л

A - количество препарата, найденное путем визуального сравнения со стандартом

V_0 - объем взятой пробы воздуха в литрах, приведенный к нормальным условиям.

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 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: Голубев Т.И., Владимировна Л.Г., Колобродова Ю.М.

Фосфорорганические соединения

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