

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МХХ 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 МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОТОРАНА
(ПАХТАРОНА) В ХЛОПКОВОМ МАСЛЕ

Характеристика препарата

Которан (пахтарон) новый гербицид избирательного действия, рекомендованный для борьбы с сорняками в посевах хлопчатника. Действующее начало препарата $N-(3\text{-трифторметилфенил})N,N\text{-диметилмочевина}$. В чистом виде это белое кристаллическое вещество с т. пл. 163-164,5⁰С.



М.в. 232,10

Растворимость которана в воде при 25⁰С - 90 мг/л. Препарат растворим в спирте, ацетоне, хлороформе и других органических растворителях.

ПД₅₀ для мышей 850 мг/кг, для крыс 6000 мг/кг.

Принцип метода х)

Которан в хлопковом масле гидролизует щелочью и одновременно отгоняет с паром в изооктан, образующийся трифторметиланилин. Трифторметиланилин извлекают из изооктана соляной кислотой, диметируют и сочетают с α -нафтолом с последующим спектрофотометрическим определением при $\lambda - 520$ нм продукта диимид азона. Чувствительность метода - 0,5 мг/кг. Процент определения 72-103%.

х) Разработчик Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р., Алдошиной Т.В.,
ВНИИ химических средств защиты растений, Москва

Реактивы, растворы

Изооктан, х.ч. или бензол, свежеперегнанный

Серный эфир, х.ч.

Изопропиловый спирт, х.ч.

NaOH, 30%-ый раствор, 4N раствор

HCl, 3%-ный раствор

NaNO_2 , 0,1%-ный раствор

NaBr 5%-ный раствор

Сульфаминовая кислота 10%-ный раствор

α -нафтол, 1%-ный раствор в 4N NaOH

Трифторметиланилин, свежеперегнанный в вакууме Т. кип.

трифторметиланилина 89-91°C при 24 мм рт. ст.

Стандартный раствор трифторметиланилина в 3%-ной соляной кислоте с содержанием 100 мкг/мл.

Приборы и посуда

Спектрофотометр или фотоэлектродетектор

Аппарат для перегонки с паром

Установка для гидролиза (рис. 1)

Колбы Эрленмейера на 250 мл, 1 л

Мерные колбы на 100 мл

Делительные воронки на 1 л и 100 мл

Глицериновая баня

Пипетки на 1 и 10 мл

Мерные цилиндры

Химические воронки

Химические стаканы

Термостаты на 150 или 200°

Описание определения

10 г хлопкового масла (эквивалентные 5-40 мкг которана, что соответствует 0,5-4 мг/кг^x) помещают в двугорлую колбу (1), емкостью 1 л, соединенную через дефлегматор с холодильником Либиха с одной стороны и с паробразователем (2) с другой стороны (рис. 1). Оттянутый конец холодильника опущен в приемник (3), емкостью 1 л, содержащий 100 мл изооктана или бензола. В колбу 1 добавляют мелконарезанные кусочки полиэтилена, 150 мл 30%-ного раствора NaOH и 150 мл воды. В паробразователь для равномерного кипения опускают кусочки перистого фаянса (для каждого определения свежие).

Перед работой все шлифы смазывают силиконовой смазкой. Соединяют приборы. Паробразователь и глицериновую баню под реакционной колбой начинают нагревать одновременно. В момент, когда вода закипит, температура бани должна соответствовать 120-130°C. Температуру бани постепенно повышают до 150-160°C. При работе надо следить, чтобы пену, образовавшуюся в реакционной колбе не перебросило в приемник. Температуру бани регулируют в вышеуказанных пределах и проводят гидролиз и отгон-

x) В этом интервале концентраций метод наиболее воспроизводим.

При содержании которана в масле в количестве выше 4 мг/кг
необходимо увеличить гидролиз ^{время} до 2,5-3 часов, либо
уменьшить навеску масла до 5-2 г.

ку образовавшегося трифторметиланилина с паром в течение 1,5 часа. При работе с бензолом следует пользоваться нагревателями с закрытой спиралью. Оттянутый конец холодильника должен быть все время погружен в слой органического растворителя. После окончания гидролиза, отключают обогрев, отсоединяют приемник и переносят его содержимое в делительную воронку, емкостью 1 л. Отделяют нижний водный слой, а из органического слоя экстрагируют трифторметиланилин 3%-ным раствором HCl порциями три раза по 10 мл. Промывают органический слой 10 мл дистиллированной воды. Объединенные экстракты помещают в коническую колбу, емкостью 250 мл, охлаждают в бане со льдом в течение нескольких минут, а затем добавляют 1 мл 0,1%-ного раствора NaNO_2 и через 1 минуту 1 мл 5%-ного раствора NaBr , раствор выдерживают 2 минуты, затем добавляют 1 мл 10%-ного раствора сульфаминовой кислоты и энергично встряхивают. Оставляют раствор на 10 минут для связывания избытка азотистой кислоты, затем приливают 10 мл 1,0%-ного раствора α -нафтола (рН 10). Окраску развивают в течение 30 мин. при комнатной температуре. Переносят раствор в делительную воронку, емкостью 100 мл и экстрагируют полученный краситель 35 мл. смеси изопропилового спирта с серным эфиром (1:1). Оптическую плотность полученного малинового раствора измеряют на спектрофотометре при $\lambda = 520$ нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром. Окраска стабильна в течение часа. В качестве раствора сравнения используют смесь изопропилового спирта с серным эфиром (1:1). Количество трифторметиланилина находят по калибровочному графику, пост-

поочному по серии стандартных растворов чистого трифторметиланилина.

Содержание которманы в масле Ск в мг/кг вычисляют по формуле:

$$Ск = \frac{Ст \cdot I,44}{Н} \text{ мг/кг, где}$$

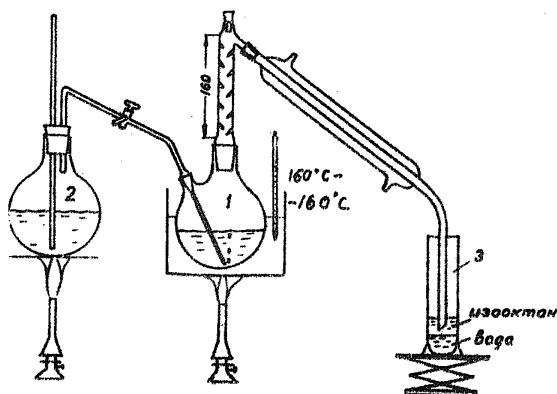
Ст - количество трифторметиланилина, найденное по калибровочному графику в мкг

Н - навеска масла в г

I,44 - пересчетный коэффициент на которман

Для построения калибровочного графика в 30 мл 3%-ной соляной кислоты добавляют 0; 0,02; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5 мл стандартного раствора трифторметиланилина, что соответствует 3; 2, 5, 10, 20, 30 и 50 мкг.

К полученному раствору добавляют 10 мл воды, раствор охлаждают в ледяной бане, далее определение проводят по схеме, описанной для рабочей пробы.



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: Гослубев Т.И., Владимирова 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., 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