

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 ДИУРОНА, ДИЛУРОНА, МОНУРОНА,
ПРОПАНИДА, СОЛАНА, ФАЛОРАНА В ВОДЕ, ПОЧВЕ,
ОВОЩАХ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОЕ I/

Принцип метода

Метод основан на извлечении препаратов из исследуемой пробы органическими растворителями, отгонке растворителя и хроматографировании в тонком слое окиси алюминия. Пятна на пластинке обнаруживаются после термического разложения препаратов до ароматического амина, дивазотирования последнего нитритом натрия и ассоциативного соединения с фенолдиазонием с I-нафтолом.

Чувствительность метода 5-10 мкг препарата в пробе. Количественное определение производится путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы с стандартных растворов.

Реактивы и растворы

Окись алюминия для хроматографии с размером частиц 100 меш. Кальций сернокислый, чда. Просушивают в сушильном шкафу при температуре 150°C в течение 6 часов. Хранят в банке с протертой пробкой.

Стандартные растворы препаратов в ширте с содержанием 200 мкг/мл.

Проявляющий реактив № 1 : к смеси 46 мл воды и 4 мл концентрированной соляной кислоты, х.ч. (уд.в. I, I9) прибавляют 1 г нитрита натрия, х.ч.

Проявляющий реактив № 2 : к раствору 2,8 г едкого калия, х.ч., в 50 мл воды добавляют 0,1 г I-нафтола, чда.

I/ Разработан Л.С.Самосват.

Киевский институт усовершенствования врачей.
Утвержден в качестве дополнительного.

Примечание: Проявляющие растворы применяют только свежеприготовленными.

Описание определений

Экстракция из пробы

Вода. 200 мл пробы помещают в делительную воронку и трижды экстрагируют хлороформом по 25 мл. Объединенные экстракты высушивают над сернистыми натрием безводным (5-7г) в течение 15-20 мин после чего отгоняют растворитель до 0,1-0,2 мл.

Почва. 100 г воздушносухой почвы, просеянной через сито, заливают на ночь 80 мл хлороформа. Объединенные экстракты отгоняют до 0,1-0,2 мл.

Картофель. 100 г вымытого и тонко измельченного картофеля заливают 100 мл эфира и оставляют на 2 часа. Растворитель сливают, пробу промывают трижды по 25 мл эфира, объединяют экстракты и отгоняют растворитель до 0,1-0,2 мл.

Лук-репа. 30 г измельченного лука заливают на ночь 50 мл н-гексана. Экстракт фильтруют, высушивают и испаряют растворитель досуха.

Зеленый горошек, зерна кукурузы, зеленого лука. 40 г измельченной пробы заливают на ночь 15 мл концентрированной серной кислоты, затем осторожно добавляют 100 мл воды, нейтрализуют раствор 50% водным раствором едкого натра и прибавляют еще 8-10 мл раствора щелочи. Экстрагируют смесь трижды н-гексаном порциями по 25 мл, экстракт высушивают и выпаривают растворитель досуха.

Морковь, томаты. 50 г измельченной пробы заливают на ночь хлороформом. Экстракт отфильтровывают, пробу промывают хлороформом, присоединяют его к экстракту.

Экстракт высушивают безводным сернистыми натрием и испаряют растворитель досуха. К сухому остатку прибавляют 3-4 мл концентры

раванной серной кислоты и выдерживают 30-60 мин. Затем добавляют 30 мл воды, нейтрализуют и подщелачивают 50%-ным водным раствором едкого натра. Смесь охлаждают и трижды экстрагируют в-гексаном порциями по 25 мл. Экстракты объединяют и отгоняют растворитель досуха.

Сухой остаток после удаления растворителя растворяют в небольшом количестве диэтилового эфира и наносят на пластинку. Рядом с пробами наносят стандартные растворы анализируемых препаратов. Пластинку с пробами помещают в камеру для хроматографирования, в которую налит подвижный растворитель /табл. I/. После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения растворителя. Затем пластинку помещают в сушильный шкаф, нагретый до 160-170°C и выдерживают при этой температуре в течение часа. Вынутую пластинку после охлаждения помещают в камеру для опрыскивания и опрыскивают проявляющим реактивом I и сразу же реактивом 2.

Примечание: Расход реактива 2 примерно втрое больше, чем I. При наличии препаратов в пробе на хроматограммах проявляются красные пятна.

В табл. I приведены подвижные растворители и величины анализируемых препаратов. Количественное определение можно проводить только до 40-50 мкг препарата в пробе. При большем содержании препарата пятна на пластинках получают размытыми и это затрудняет сравнение их со стандартами. В этом случае следует использовать пропорциональные части анализируемых экстрактов.

Табл. I

Препарат	Подвижный растворитель	
Диурон	Диэтиловый эфир	0,41 ± 0,05
Дунурон	Четыреххлористый углерод и диэтиловый эфир 3:2	0,42 ± 0,04
Монурон	Диэтиловый эфир	0,43 ± 0,05
Пропанцид	Четыреххлористый углерод	

Препарат	Подвижной растворитель	
	и диэтиловый эфир I : I	0,32 ± 0,03
Селан	Четыреххлористый углерод и диэтиловый эфир I : I	0,7 ± 0,04
Фалоран	Диэтиловый эфир	0,45 ± 0,04

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 ГХ 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
ячме методом ТСХ
авторы: Госубев Т.И., Владимировна 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