

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.

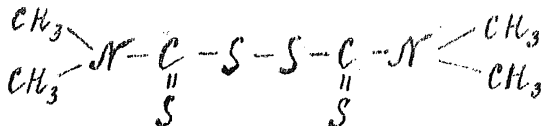
Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками
при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

Экспрессное определение тетраметил-
тиурамдисульфида (ТМТД) в зерне и
зернопродуктах

Характеристика препарата

Тетраметилтиурамдисульфид, ТМТД, аэрозоль



Фунгицид, с м.в. 240,44

Т.плавления 155-156°

Трудно растворим в воде, спирте, эфире, хорошо растворим в ацетоне, хлороформе.

Принцип метода¹⁾. Метод основан на извлечении ТМТД реактивом, взаимодействии пестицида с реактивным силикагелем, импрегнированным сульфатом меди, с образованием тиурамата меди окрашивающего силикагель в зеленый цвет.

Чувствительность метода 1 мг/кг. При увеличении навески продукта чувствительность метода может быть повышена.

Реактивы и растворы

Гексан х.ч.

Силикагель марки КСК, КСМ

Соляная кислота, х.ч.

Азотная кислота, х.ч.

Сульфат меди, х.ч.; 1% р-р

1) Разработан доктором биологических наук Николаевым А.В., ВИАВ, Москва

Нитрат ртути (II) 1%-ный раствор

Бумага фильтровальная.

Реактивный силикагель. Силикагель марки КСМ или КСК заливает на 18-20 часов соляной кислотой, разбавленной 1:1, затем кислоту сливают, силикагель промывают водой и кипятят в течение 2-3 часов с разбавленной 1:1 азотной кислотой. Дают силикагелю отстояться, сливают азотную кислоту и промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод и сушат при температуре 130°C в течение 4-6 часов в сушильном шкафу.

Силикагель измельчают, просеивают через сито с отверстиями в 0,15 мм (100 меш), а затем через сито с отверстиями в 0,04 мм для отсеивания мелкого силикагеля.

Просеянный силикагель заливает на 1 час 1%-ным раствором сульфата меди. Жидкость сливают, силикагель подсушивают вначале фильтровальной бумагой, а затем в сушильном шкафу при температуре 100°C. Силикагель хранят в плотно закрытых склянках.

Стандартный раствор готовят растворением 5 мг ТМТД х.ч. в 100 мл гексана (мерная колба); 1 мл содержит 50 мкг ТМТД.

Приборы и посуда:

Сушильный шкаф

Набор сит

Стаканы химические

Склянки широкогорлые с притертыми пробками для экстрагирования, на 100 мл

Пробирки центрифужные с притертыми стеклянными или полиэтиленовыми пробками, Корковыми или резиновыми пробками нельзя пользоваться.

Описание определения. 10 г зерна заливают 10 мл гексана, встряхивают 30 минут, фильтруют, к фильтрату прибавляют

0,2 г реактивного силикагеля и встряхивают 1-2 минуты. В присутствии тетраметилтиурамдисульфида силикагель окрашивается в зеленый цвет.

Для более точной идентификации ТМТД сливают гексан, окрашенный силикагель обсушивают фильтровальной бумагой и на него наносят 2-3 капли 1%-ного раствора нитрата ртути. При наличии ТМТД зеленая окраска силикагеля исчезает, зеленая окраска от растительных пигментов остается.

Для определения (полуколичественного) ТМТД в зерне готовят стандартную шкалу. Для этого в шесть центрифужных пробирок наливают по 5 мл гексана и вносят по 0,2 г реактивного силикагеля; в пять пробирок прибавляют стандартный раствор ТМТД: в первую пробирку вносят 2 мл (100 мкг), во вторую 1 мл (50 мкг), в третью 0,5 мл (25 мкг), в четвертую 0,2 (10 мкг), в пятую 0,1 мл (5 мкг), шестая пробирка является контрольной и в нее раствор ТМТД не вносят.

Шкалу сохраняют в темном месте; пробирки должны быть плотно закрытыми, чтобы не происходило испарение гексана. Шкала пригодна в течение 2-х недель.

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.	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, 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-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