

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 ФОСФАМИДА, АНТИО И КАРБОФОСА
В ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМА-
ТОГРАФИИ

Принцип метода¹⁾

Метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы органическим растворителем (диметилформамидом), экстракции ядохимикатов в бензол и последующем определении на газовом хроматографе с детектором по захвату электронов.

Количественное определение производится путем сравнения хроматограммы исследуемой пробы и стандартного раствора. Чувствительность метода составляет 0,005 мг/м³.

Реактивы и растворы

Для экстракции и очистки

Бензол, х.ч.

Диметилформамид, насыщенный гексаном

Натрий сернокислый, безводный, чда, свежепрокаленный

Натрий сернокислый, водный раствор, 2%

Стандартный раствор ФОС в гексане, 5 мкг/мл

Вода дистиллированная

Для хроматографирования

Хромосорб W, 80-100 меш., промытый HCl, уд.вес 1,19

Силиконовое масло или эластомер (Е-80, Е-80Г, ДС-200 и т.п.)

Хлороформ, ч, очищен. конц. серной кислотой, промыт водой, осушен хлористым кальцием

1) Разработан М.А.Клисенко и Д.Б.Гиренко, ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г. Киев

Азот газобразный, содержание кислорода не более 0,003%.

Примечание: Все растворители перед употреблением должны быть перегнаны.

Приборы и посуда

Хроматограф с детектором по захвату электронов

Колонки стальные или стеклянные, диаметр 8 мм

Шприц на 10 мкл

Стекловата

Сушильный шкаф

Поглотительный прибор

Делительные воронки, емк. 500 мл

Цилиндры мерные, 100 мл

Воронки конические

Колбы для отгонки растворителей, емк. 100 мл

Баня водяная

Вата гигроскопическая, обезжиренная.

Описание определения

Исследуемый воздух из заправочной камеры протигивают через поглотительный прибор с пористой пластинкой, содержащий 80 мл диметилформамида. Предварительными опытами было установлено, что при использовании диметилформамида не наблюдается проскока и не происходит испарение растворителя при большой скорости отбора пробы. Пробы отбирали без какого-либо охлаждения. Жидкость из поглотителя количественно переносят в делительную воронку, содержащую 400 мл 2% раствора сернистой натрия и 50 мл бензола. При этом препарат переходит из водного слоя в органический, так как

при прибавлении значительного количества раствора сернокисло-лого натрия диметилформамид теряет свои растворяющие свой-ства. Для этой цели можно применять и дистиллированную во-ду, однако при этом несколько ниже процент перехода препара-тата из одного раствора в другой. Делительную воронку встряхивают небольшой порцией бензола. Объединяют бензолные фрак-ции промывают 100 мл дистиллированной воды для удаления следов диметилформамида и сушат над безводным сернистым натрием. Раствор упаривали в круглодонной колбе (25-50 мл) до объема ~ 0,1-0,2 мл. Остаток количественно переносили в мерную пробирку (диаметр 14 мм, высота 105 мм с притер-той пробкой. Аликвотную часть (5 мкл вводили в хроматограф микрошприцем на 10мкл).

Подготовка хроматографической колонки

Нанесение жидкой фазы. 2 г силиконового масла раство-ряют в небольшом количестве органического растворителя, ча-ще всего хлороформе, и приливают в фарфоровую чашку, в ко-торой находится 18 г носителя, залитого полностью тем же растворителем. Тщательно перемешивают всю массу и выпари-вают раствор на водяной бане. Досуша упаривают остаток растворителя на воздухе, сухой остаток подсушивают 4-5 ча-сов в сушильном шкафу при температуре 80°. Приготовленный носитель хранят в склянке с притертой пробкой.

Заполнение колонки. Один конец колонки закрывают стек-лянной ватой, а в другой через воронку засыпают носитель. Заполняют колонку постукиванием, закрывают второй конец тампоном из стеклянной ваты и через переходники соединяют до длины 180-200 см. Колонку загружают в камеру нагрева, отключают детектор и продувают 2-3 дня при температуре 220-250°. Перед началом анализа подсоединяют детектор, прове-ряют герметичность и утечку газоносителя.

Хроматографирование. Устанавливают температуру колон-ки и детектора 180°, камеры испарения 200°. Скорость азота

120 мл/мин. Напряжение и чувствительность устанавливают таким образом, чтобы сила тока в ячейке детектора составляла $1,6 \cdot 10^{-10}$ А.

Вводят определенное количество (0,1-0,01 мкг) стандартного раствора препарата в гексане. Записывают время его удержания, т.е. время от момента ввода раствора до появления вершины пика. Время удерживания проверяется каждый день перед началом анализов. Установив время удерживания (несколько раз вводят один и тот же раствор) вводят дозу конечного экстракта пробы 2-8. Для количественного расчета ядохимиката вслед за пробой вводят такое количество стандартного раствора, площадь пика которого соответствует примерно площади пика ядохимиката анализируемой пробы.

Расчет ведут по формуле:

$$X = \frac{\alpha \cdot S_2 \cdot V_3}{S_1 \cdot V_1 \cdot V_2}$$

где α - количество ФОС в стандартном растворе, введенное в хроматограф, в мкг;

S_1 - площадь пика стандартного раствора ФОС, введенного в хроматограф, в мм²;

S_2 - площадь пика пробы, в мм²;

V_1 - объем экстракта, введенный в хроматограф, в мл;

V_2 - общий объем экстракта после упаривания, в мл;

V_3 - объем анализируемой пробы воздуха, м³;

X - количество препарата, в мкг/м³.

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 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
вишне методом ТСХ
авторы: Гослубев 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., Сорская Л.Б.

Булаво-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, 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-D) 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., Алдошья 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