

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.

Колориметрический метод определения ДДТ  
в молоке и молочных продуктах.<sup>X</sup>

Принцип метода. Метод основан на извлечении ДДТ из молока и молочных продуктов ацетоном и хлороформом, очистке экстракта на колонке с силикагелем АСК, нитрования ДДТ до тетранитропроизводного и последующем колориметрическом определении в виде продукта реакции тетранитросоединения ДДТ с этилатом калия или натрия.

Чувствительность метода 5-10 мкг пестицида в пробе. Гексахлоран и хлороорганические препараты двенового синтеза не мешают определению.

Реактивы и растворители.

Силикагель АСК Воскресекского хмзкомбината /Московская область/.

Петролейный эфир /т.к% 40-70°C, дважды перегнанный.  
Едкое кали, 5%-ный спиртовой раствор (5г едкого кали растворяют в 100 мл абсолютного спирта, добавляют 2г мочевины и кипятят с обратным холодильником 10 минут. После охлаждения раствор фильтруют и хранят в склянке с притертой пробкой).

Едкий натрий х.ч., 2%-ный раствор.

Оксалат натрия ч.д.а., насыщенный раствор или оксалат калия ч.д.а. 5%-ный раствор.

Хлористый натрий, насыщенный раствор.

Бензол х.ч., перегнанный.

Серный эфир, обезвоженный, освобожденный от примесей и перегнанный.

Хлороформ, перегнанный.

Натрий сернистый, безводный.

Стандартный раствор 4,4'-ДДТ, содержащий 20 мкг индикатора в 1 мл.

Чистый 4,4'-изомер ДДТ можно получить из технического препарата следующим образом: 10г технического ДДТ

\* Молокозиков В.В., Мочалов В.М., ВНИИ Молочной промышленности.

растворяют в 75мл этилового спирта, нагревают с обратным холодильником в течение 10-15 минут и оставляют на 2 часа. Выкристаллизовавшийся 4,4'-изомер ДДТ отфильтровывают и высушивают при 80°C.

Стеклообразная вата или гитроскопическая обезжиренная вата и интрузионная смесь: 2г азотнокислого кальция растворяют в 30 мл серной кислоты (х.ч., уд.вес 1,84).

Спирт абсолютный (перегонный этиловый спирт обезжиривают прокаливанием сернокислой медью в течение 12 часов с последующей отгонкой или фильтрованием).

#### Приборы и посуда.

Делительные воронки емкости 350, 150 и 50 мл.

Хроматографические колонки 18 x 390мм.

Цилиндры мерные на 50 и 100 мл.

Пипетки градуированные на 5 мл.

Аппарат для перегонки растворителей.

Водяная баня.

Фотоэлектроколориметр.

Колбы для отгонки растворителей.

#### Описание определения.

В нижнюю часть хроматографической колонки помещают стеклообразную или обезжиренную вату и насыпают 70 мл силикагеля АСК. Сорбент промывают, пропуская через колонку 50мл петroleйного эфира. Растворитель, прошедший сквозь колонку, отбрасывают.

Молоко, кисломолочные напитки (кефир, кумыс, простокваша и т.п.)

25мл продукта помещают в делительную воронку на 350 мл, прибавляют 5мл насыщенного раствора оксалата натрия и 5 мл насыщенного раствора поваренной соли; перемешивают, прибавляют 100 мл ацетона и смесь встряхивают 2-3 минуты. Затем приливают 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 1-2 минуты. После полного разделения фаз, нижнюю часть используют для анализа. Растворители отго-

няют под вакуумом при температуре 40-45°C до полного их удаления. Оставшийся шир растворяют в 30 мл петролейного эфира и наносят на приготовленную хроматографическую колонку. Из колонки ДДТ элюируют 170 мл петролейного эфира, собирая элюат в колбу для отгонки растворителя. Остаток растворителя "откидают" из колонки с помощью резиновой груши. Растворитель отгоняют под вакуумом при температуре 40-45°C. В колбу с сухим остатком приливают 3 мл нитрующей смеси, содержимое перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 20 минут, периодически помешивая, после чего колбу охлаждают.

Охлажденное содержимое колбы переносят в делительную воронку, содержащую 15 мл холодной дистиллированной воды (1-3°C). Колбочку трижды ополаскивают холодной водой по 5 мл и промывные воды сливают в ту же воронку. При разведении воронку охлаждают.

Нитропроизводное ДДТ дважды экстрагируют 10 мл серного эфира, объединяют экстракты и промывают 2%-ным раствором едкого натра до тех пор, пока нижний слой не будет бесцветным (обычно 2-3 раза по 5 мл). При этом не следует допускать длительного контакта экстракта со щелочным реактивом. Экстракт обезвоживают, пропуская сквозь слой сернистого натрия, после чего эфир отгоняют при температуре 40-45°C. Сухой остаток растворяют в 5 мл бензола и приливают 2 мл 5%-ного раствора едкого кали, перемешивают и переносят в кювету с расстоянием между гранями 10 мм. Через 7-10 минут колориметрируют на фотоэлектронном колориметре при  $\lambda = 596$  м. Количество ДДТ в пробе определяют по калибровочному графику.

#### Сгущенное стерилизованное молоко.

10г продукта отвешивают в стаканчик и переносят в делительную воронку емкостью 150 мл, обмывая стаканчик дважды по 5 мл насыщенным раствором хлористого натрия. Содержимое воронки перемешивают, приливают 40 мл ацетона, энергично встряхивают 2-3 минуты, затем приливают 60 мл хлороформа и вновь встряхивают 2-3 минуты. Далее продол-

наит анализа, как описано в разделе "Молоко".

#### Стушенные молочные продукты с сахаром.

В стаканчик отбирают 10г стушенного продукта и приливают 5 мл раствора оксалата калия, содержимое перемешивают и выливают в делительную воронку емкостью 250мл. Стаканчик обмывают 5мл того же раствора и сливают в делительную воронку. Содержимое воронки перемешивают, приливают 60 мл ацетона и энергично встряхивают 2-3 минуты, добавляют 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 7-8 минут. Далее поступают, как описано для молока.

#### Сухие молочные продукты и смеси.

В делительную воронку емкостью 150 мл приливают 10 мл насыщенного раствора хлористого натрия, добавляют 2г сухого продукта и встряхивают 2-3 минуты. Приливают 30мл ацетона, встряхивают 2-3 минуты, добавляют 50 мл хлороформа и вновь встряхивают 5-7 минут. Далее поступают, как описано в разделе "Молоко".

#### Сметана, сливки 30-40%.

5г продукта смешивают с 10мл насыщенного раствора хлористого натрия. Смесь переносят в делительную воронку, добавляют 40мл ацетона, встряхивают 2-3 минуты, приливают 70 мл хлороформа и вновь встряхивают 2-3 минуты. Далее анализ ведут, как описано для молока.

#### Творог, сыр.

10г творога или измельченного на терке сыра растирают в ступке с 10 мл насыщенного раствора поваренной соли и переносят в делительную воронку на 150мл. Приливают 60 мл ацетона, встряхивают 2-3 минуты, добавляют 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 4-5 минут. Далее, как описано в разделе "Молоко".

#### Построение калибровочного графика.

К 25мл молока добавляют 1, 2, 3, 4 мл стандартного раствора ДДТ, а также 1мл стандартного раствора, разбавленного вдвое. Это будет соответствовать 10, 20, 40, 60 и 80 мкг ДДТ. Далее проводят определение, как указано в разделе "Молоко". Определенные величины светопоглощения за вычетом "холостой пробы" используют для построения калибровочного графика.

## 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 $\gamma$ -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., 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