

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В
ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

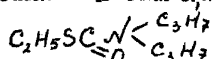
Часть II

Москва - 1976 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЕРБИЦИДОВ ЭПТАМА И ТИЛЛАМА В ВОДЕ, ПОЧВЕ,
СВЕКЛЕ И ВЬ ВОТВЕ МЕТОДОМ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

Краткая характеристика препаратов:

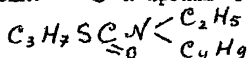
Эптам (ЭПК) - S-этил-N,N-ди-n-пропилтиокарбамат.



Мол.вес 189,32

Чистый эптам - прозрачная жидкость с резким специфическим запахом, температура кипения 232°C при 760 мм рт.ст., удельный вес 0,9546 при 30°C. Эптам хорошо растворим в большинстве органических растворителей, в воде его растворимость составляет 375 мг/л при 20°C. Выпускается в виде 76,8 концентрата эмульсии (бурая жидкость) и 5% гранулированного препарата.

Тиллам (ТБК) - S-n-пропил-N-этил-N-n-бултиокарбамат.



Мол.вес 203,25

Чистый тиллам - светлая жидкость с температурой кипения 142,5°C при 20 мм рт.ст., удельный вес 0,9456 при 30°C. Он растворим в обычных органических растворителях, в воде при 20°C растворяется 92 мг/л тиллама. Препаративная форма - 76,4% концентрат эмульсии (бурая жидкость с выраженным специфическим запахом) и 5% гранулированный препарат.

Гербициды эптам и тиллам применяются в сельском хозяйстве, в основном, для предпосевной обработки почвы на посевах сахарной и столовой свеклы.

Принцип метода. х)

Метод основан на извлечении эптама и тиллама из почвы или растительного продукта путем перегонки с паром, экстрагирования полученного дистиллята или пробы воды четыреххлористым углеродом и последующем определении препаратов на газовом хроматографе с ионизационно-пламенным детектором.

Реактивы и растворы:

Четыреххлористый углерод х.ч.

х) А.М.Ботвиньева, А.Л.Перцовский (Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт, г.Минск/

Утверждено 22 сентября 1975 г., № 1350-75.

Уксусная кислота ледяная.

Соляная кислота конц., х.ч.

Оксид алюминия для хроматографии 2 степени активности.

Натрий серноокислый безводный, х.ч.

Стандартные растворы алтама и тиллама в четыреххлористом углероде 100 мкг/мл.

Носитель хроматон *M-A W* (0,20-0,25 мм), обработанный диметилдихлорсиданом или другой силанизированный носитель типа хромосорба *W*.

Видная фава - Лукоил *M F* (полиметилфенилсилоксановое масло, 50% фенил) в количестве 15% от веса носителя или силоксановый каучук СКТЭТ-50Х в количестве 5%. (Могут быть применены и другие высокотемпературные силиконовые жидкости).

Приборы и посуда:

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором.

Валлоны с азотом особой чистоты, водородом и воздухом.

Прибор для перегонки с паром.

Колонки стеклянные С, 25.70 см.

Шприц на 10 мл.

Делительные воронки на 250-300 мл.

Колонка стеклянная хроматографическая с острым концом, внутренний диаметр 4 мм, длина 10-11 см.

Фильтр пористый № 2.

Пробирки стеклянные с притертой пробкой высотой 4-5 см.

ОПИСАНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ.

Экстракция препаратов и очистка экстрактов:

1. Вода: К 100 мл воды в делительной воронке на 250 мл прибавляют 2 капли концентрированной соляной кислоты и экстрагируют препараты 1 мл четыреххлористого углерода в течение 3 минут. После отстаивания нижний слой CCl_4 вместе с частью воды сливается в пробирку с притертой пробкой высотой 4-5 см.

2-5 мл полученного экстракта вводят в хроматограф.

2. Свекла, ботва: 200 г мелко измельченной пробы (свеклу трут на крупной терке, ботву режут ножом) переносят в колбу прибора для отгонки с паром. Приливают 10 мл ледяной уксусной кислоты и 0,5 л дистиллированной воды. Перегонку пробу с паром, собирая 200 мл дистиллята (важно, чтобы время отгонки составляло не более 1 часа).

200 мл полученного раствора препаратов в воде экстрагируют 2 мл четыреххлористого углерода с добавлением 4 капель конц. соляной кислоты в течение 3 мин. После отстаивания нижний слой CCl_4 сливается в пробирку высотой 4-5 см и алиquotная часть вводится в хроматограф.

При анализе некоторых образцов свеклы и ботвы на хроматограммах обнаруживаются пики коэкстрактивных веществ (конечный экстракт в этом случае имеет желтоватую окраску). Для таких образцов требуется дополнительная очистка: 0,5 мл экстракта вносят в хроматографическую колонку с оттянутым концом, которая заполняется слоем окиси алюминия (1 см) и безводного сернистого натрия (3 мм). Элюируют экстракт из колонки со скоростью 1-2 капли в секунду, применяя маленькую грушу, и собирают его в маленькую пробирку. Затем колонку промывают 0,5 мл CCl_4 , пропуская его таким же образом и в ту же пробирку. 2-4 мкл полученного экстракта вводят в хроматограф.

3. Почва: 200 г почвы отгоняют с паром, собирая 200 мл дистиллята, как описано выше. Затем 100 мл его экстрагируют с 1 мл CCl_4 , как описано при анализе воды.

Условия хроматографии:

1. Хроматограф марки "цвет-5", детектор пламенно-ионизационный.
2. Рабочая шкала электрометра - $1 \cdot 10^{-11}$ а или $2,5 \cdot 10^{-11}$ а.
3. Скорость протяжки картограммы самописца - 120 мм/час.
4. Наполнители для колонки приведены в разделе "Реактивы и растворы".
5. Температурный режим: колонки - 120°C , испарителя - 150°C , детектор - не термостатируется.
6. Расход газов: азота- 45 мл/мин, Воздуха- 450 мл/мин, водорода- 45 мл/мин.
7. Поляризирующее напряжение на горелку детектирующей ячейки- 300 в.
8. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 2 до 20 нг эпима и тилама на шкале электрометра $1 \cdot 10^{-11}$ а и в пределах 10-20 нг - на шкале $2,5 \cdot 10^{-11}$ а.
9. Вводимые объемы проб - от 1 до 4 мкл.
10. Минимально детектируемое количество препаратов - 2 нг стандартного раствора эпима и тилама.

11. Время удерживания - аптама-9 мин, тиллама- 16 мин.
 12. Количественное определение проводят по методу сравнения со стандартом. Расчет содержания каждого препарата проводят по формуле:

$$C_x = \frac{H_x \cdot C_{ст.} \cdot V}{H_{ст.} \cdot V_a \cdot A}$$

где: C_x - определяемая концентрация препарата в исследуемой пробе в мг/кг.

$C_{ст.}$ - содержание препарата во введенном объеме стандартного раствора в мг,

V - конечный объем экстракта в мл,

V_a - объем аликвоты экстракта, введенный в колонку, в мл,

$H_{ст.}$ - высота пика стандарта в см,

H_x - высота пика препарата в исследуемой пробе в см,

A - навеска пробы в г (или объем в мл).

13. Процент определения (при доверительной вероятности 0,95):

	аптам:	тиллам:
Вода	93,2 \pm 1,6	94,8 \pm 1,9
Почва (торфянистая и дерново-подзолистая)	91,4 \pm 2,7	92,0 \pm 3,3
Растительные культуры (свекла столовая и сахарная и ботва)	92,0 \pm 3,8	93,3 \pm 3,7

14. Чувствительность метода - для воды - 0,01 мг/л, для почвы и растений - 0,02 мг/кг (на шкале электрометра $1 \cdot 10^{-11}$ а).
 При работе на шкале $2,5 \cdot 10^{-11}$ а она может быть увеличена.

СОДЕРЖАНИЕ

120

Стр.

ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- Метод определения ДДТ, его метаболитов и ГХЦГ в табочных изделиях способом хроматографии в тонком слое** 1
авторы: Л.Ф. Васьковская, А.Е. Бурштейн
- Определение остатков кельтана в молоке** 7
авторы: В.В.Молочников, В.И.Мочалов.
- Определение хлороорганических пестицидов в мясе, мясопродуктах и животных жирах хроматографией в тонком слое** 11
авторы: И.А.Шумкова, И.Н.Карпова, С.А.Ликунова, Л.Д.Рузанкова.
- Определение остатков хлороорганических пестицидов в сырье для производства сухих детских молочных смесей** 18
авторы: В.В.Молочников, В.И.Мочалов, Л.Н.Чудакова.
- Определение остаточных количеств ЭФ-2 в зерне методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов** 24
авторы: К.Ф.Новикова, Л.И.Лещинская.

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- Определение анти и фосфамида в меде** 29
автор: Р.Д.Петухов.
- Газо-хроматографический метод определения валексона в молоке, органах и тканях животных** 33
авторы: В.В.Лещев, Б.А.Королев.
- Методика определения варбекса в молоке и тканях животных с помощью газ-жидкостной хроматографии** 38
авторы: А.А.Непоклонов, К.Ф.Заболотный,.
- Определение остаточных количеств ДЦВФ в молоке и воде методом газ-жидкостной хроматографии с термодионным детектором** 42
авторы: Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова.
- Методик определения дифоса(абата) в мясе, молоке и в воде хроматографией в тонком слое** 46
авторы: Н.П.Бирякова, П.Ф.Моряков, А.А.Непоклонов.

- Газо-хроматографический метод определения метафоса в капусте и карбофоса в зерне.** 51
авторы: Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко
- Методика определения метилнитрофоса в мясе,молоке и яйцах с помощью газо-жидкостной хроматографии** 55
Автор: Т.Г.Аббасов
- Газо-хроматографический метод определения рогора и антио в яблоках, сливе, смородине** 59
авторы: Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко

РТУТЬОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- Газохроматографический метод определения метил- и этил-ртутихлорида в пищевых продуктах,кулинарно обработанных суточных пищевых рационах,кормах и почве** 62
автор: В.Л.Ермаков
- Хроматографический метод определения ртутьорганических пестицидов в кормах,овошах,продуктах животноводства и патматериале** 68
автор: В.В.Ермаков
- Хроматографический метод определения ртути в робе и молочных продуктах** 75
авторы: А.М.Шмигидина, М.А.Клисенко, Э.П.Чурпий.

ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ гатнона в воде и некоторых продуктах растительного происхождения** 81
авторы: В.Е.Кириченко,К.И.Паткевич,И.Я.Постовский
- Хроматографические методы определения остаточных количеств 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты(2,4-Д) в воде, растительном материале и продуктах питания** 86
авторы: В.Д.Чиль, Р.Д.Васильева, М.А.Клисенко
- Определение сероуглерода в винограде** 99
авторы: С.А.Акоряко, М.Ш.Векштейн.

- Определение остаточных количеств севина в молоке и молочных продуктах методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов I04
авторы: Л.И.Маневич, В.В.Молочников, Н.И.Жаворонков
- Колориметрический метод определения севина и I-нафталя в тканях животи его происхождения и моче I10
авторы: Н.И.Жаворонков, О.А.Малинин
- Определение гербицидов энтама и тиллама в воде, почве, свекле и ее ботве методом газо-жидкостной хроматографии I16
авторы: А.М.Ботвиньева, А.Д.Перцовский