

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСК 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.

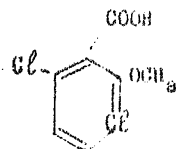
Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками
при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИКАМБЫ (дианата, банвелла -Д) в растительных
и в почве методом ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОЕ^{X/}

Характеристика препарата.

Действующее вещество (метокон - 3,6 -дихлорбен-
зойная кислота).



$C_8H_5Cl_2O_2$

Мол.вес 221,05

Темп.плавл.

114-116°C

Дикамба - белое кристаллическое вещество, без запаха, стабильное, негигроскопичное. Растворимость в воде при 25°C: кислоты - 0,15 г/100 мл, диметиламиновой соли - 72 г/100 мл по к.э.. Хорошо растворяется в спиртах, эфирном эфире, хлороформе и ацетоне; слабо - в петролейном эфире. Синонимы дикамбы - дианат, банвелл Д.

Гербицид мало токсичен для теплокровных, LD₅₀ 1040-1100 мг/кг.

Принцип метода

Метод основан на извлечении дикамбы из пробы серным эфиром, очистке экстракта и хроматографировании в тонком слое сорбента. Подвижным растворителем служит бензол-гексан - ледяная уксусная кислота в соотношении: 5:10:3. Пятна на пластинке обнаруживают после термического разложения дикамбы до 3,6 - дихлорсалициловой кислоты, способной давать окрашенные комплексы с растворами солей трехвалентного железа.

X/ М.Я.Барановский, Л.С.Самосват, В.В.Нижотин, ВНИИФЛТОС, Киев
ТХА.

Чувствительность метода - 0,5 мкг при определении в тонком слое и 10 мкг в образце при последующем колориметрическом определении. Процент определения динитомбы - 85-95%. Метод специфичен.

Реактивы и растворы.

Силикагель КСЖ-2,5, с размером частиц не более 15 мкм.
Кальций сернокислый, ЧДА, просушенный в сушильном шкафу при 150° в течение 6 часов
Кислота серная, хч, 10%-ный раствор
Едкий натр, хч, 0,2%-ный водный раствор
Эфир серный, хч
Фосфорно-вольфрамовая кислота, ЧДА, 40%-ный водный раствор
Натрий сернокислый безводный, ЧДА
Спирт этиловый, ректификат
Спирт n-пропиловый, ЧДА
Бензол перегнанный
n-гексан, хч
Хлорид железа, 1%-ный водный раствор
Стандартный раствор химически чистой динитомбы в этиловом спирте, 100 мкг/мл

Приборы и посуда.

Стеклопластиковые пластины для хроматографии размером 13 x 18 см. Для приготовления сорбционной массы на одну пластинку смешивают предварительно просеянные 2,5 г силикагеля, 0,25 г сернокислого кальция и 8,5 мл воды. После высушивания при комнатной температуре пластинку выпаривают в течение часа при 105-110°C.

Аппарат для встряхивания
Сушильный шкаф
Испаритель-концентратор
Аппарат Штала для приготовления пластынок
Вакуум-насос
Колбы Бунзена
Воронки Бюхнера
Камера для хроматографирования
Пulверизаторы стеклянные
Баня водяная
Воронки делительные
Фотосветроколориметр

Описание определения

Экстрагирование и очистка

Растительные образцы 5-10 г гомогенизированного растительного материала естественной влажности или 1-5 г воздушно-сухого образца помещают в колбу, заливают 50 мл 0,2% -ного раствора едкого натра и встряхивают в течение 30 минут. Экстракт подкисляют путем добавления 10 мл 10%-ного раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$. В колбу добавляют 10 мл 40%-ного раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты, тщательно перемешивают и через 20-30 мин. отфильтровывают через плотный бумажный фильтр на воронке Бюхнера. Остаток на фильтре дважды промывают разбавленной серной кислотой по 10 мл. Общий фильтрат переносят в делительную воронку и экстрагируют трижды серным эфиром порциями по 50 мл. Эфирный экстракт высушивают над безводным сульфатом натрия и выпаривают досуха в испарителе-концентраторе на водяной бане при температуре 40-50°. Остаток растворяют в 0,2-0,5 мл спирта.

Почва. 20 г воздушно-сухой почвы тщательно растертой и пропущенной через сито в 1 мм, помещают в колбу и заливают 100 мл дистиллированной воды и встряхивают в течение 30 мин. Почвенную суспензию подкисляют серной кислотой до $\text{pH} < 1$ и после 20-ти минутного перемешивания фильтруют через плоский складчатый фильтр. Далее поступают также как описано выше при экстрагировании растительного образца, начиная со слов: ... "Остаток на фильтре дважды ..."

Хроматографирование

Спиртовой раствор остатка и его эквивалентную часть количественно переносят при помощи мерного капилляра на пластинку для хроматографии, а рядом в качестве свидетеля наносят стандартный раствор, содержащий количество дикамбы близкое к ожидаемому в образце. Хроматографируют в смеси-бензол: n-гексан: ледяная уксусная кислота (5 : 10 : 3). Влажную пластинку выдерживают в сушильном шкафу в течение двух часов при 185-200°C.

Для количественного определения содержания дикамбы пластинку опрыскивают 1%-ным раствором хлорного железа. При этом получают оранжево-красные пятна, расположенные на одинаковом уровне со свидетелями и аналогичные им по цвету; A_f - 0,71. Визуальное сравнение интенсивности окраски и размера пятен образцов и стандартных растворов дает представление о примерном содержании гербицида в образце.

Количественное определение.

Закрывают полоску пластинки, где расположены пробы (экстракты образцов), а остальную часть пластинки опрыскивают 1%-ным раствором хлорного железа. Установив по

пятнам свидетели местонахождения дикамбы в образце, снимают в этом месте слой сорбента, переносят его количественно в воронку Шотта и элюируют 5 мл н-пропилового спирта. К элюату добавляют 0,2 мл 1%-ного раствора хлорного железа и через 30 мин. колориметрируют на ФЭКЕ в кювете 10 мм (светофильтр № 2). В качестве раствора для сравнения применяют вытяжку из контрольного растительного или почвенного материала. Содержание дикамбы в образце определяют по калибровочному графику.

Для построения калибровочного графика навески растительного материала (или почвы), не содержащего дикамбы, смешивают с определенными количествами стандартного раствора химически чистой дикамбы и проводят анализ аналогично описанному. По полученным данным колориметрических измерений строят график в интервалах от 10 до 100 мкг.

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 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: Голубев Т.И., Владимирова 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., 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