

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.

КАЧЕСТВЕННЫЙ И КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОЗАЛОНА В ЯБЛОКАХ, ЯБЛОНЕВЫХ ЛИСТЬЯХ, ПОЧВЕ И ВОДЕ^X

Качественное определение фозалона

Принцип метода

Метод основан на извлечении фозалона бензолом /Растительные пробы/ или хлороформом /почва, вода/, очистке экстрактов на хроматографической колонке и качественном обнаружении препарата методом ТСХ.

Подвижным растворителем служит смесь бензола и петролейного эфира. /т.кип. 40-60°C/, взятых в соотношении 6:4. Для проявления хроматограмм используют ацетоновый раствор бромфенолового синего и азотнокислого серебра с последующей обработкой пластинок раствором уксусной или лимонной кислоты.

Чувствительность метода 3-5 мкг фозалона в пробе.

R_f фозалона 0,52-0,55. Метод качественного определения фозалона рекомендуется использовать для идентификации препарата и анализа проб, содержащих менее 0,25 мг действующего вещества в 1 мг продукта.

Помимо фозалона, метод позволяет идентифицировать при совместном присутствии цидиал, метилнитрофос, трихлорметафос-3. В отличие от фозалона цидиал и трихлорметафос-3 проявляются в предлагаемых условиях двумя пятнами с *R_f* для цидиала - 0,25 и 0,70, для трихлорметафоса-3 - 0,25 и 0,95. Метилнитрофос проявляется одним пятном с *R_f* - 0,65. Предел обнаружения этих соединений также 2-5 мкг в анализируемой пробе.

Реактивы и растворы

Бензол.

Хлороформ.

Хлористый метилен.

Натрий сернохлоридный, безводный.

Уголь активированный.

Петролейный эфир, т.кип. 40-60°C.

Проявитель, состоящий из 10 мл 0,4%-ного раствора бромфенолового синего в ацетоне и 90 мл 1%-ного раствора азотнокислого серебра в 75%-ном водном ацетоне.

^X Сданы в печать 1.4.1982 г. В.Ф. Вилегжаниной, ВНИИ-биометода, Кишинев

Кремневая кислота для легинофоров.

5 %-ный водный раствор уксусной или 2,5%-ный раствор лимонной кислоты.

Приборы и посуда

Аппарат для отгонки растворителей.

Колбы конические на 250 мл.

Цилиндры мерные на 100 мл.

Колонки хроматографические, длиной 35-40 см, диаметром 1,6 - 1,7 см.

Микропететки 0,1 - 0,2 мл.

Пульверизатор.

Пластинки размером 8x16 см.

Приготовление пластинок

Отвешивают 1 г. кремневой кислоты и 0,1 г. медицинского гипса в 50 мл коническую колбу, добавляют 3,5 - 4,0 мл воды и встряхивают в течение 1 мин. Выливают гель на пластинку и разравнивают сорбционную массу стеклянной палочкой, оставляют пластинку на 30 мин. при комнатной температуре на горизонтальной поверхности. Затем ее помещают на 30 мин. в сушильный шкаф с температурой 75°C. Охлаждают и сохраняют готовые пластинки в эксикаторе над силикагелем.

Описание определения

Измельченную пробу яблок /25г/ или яблоневых листьев /5г/ заливают двукратным количеством бензола и экстрагируют фозалон при встряхивании в течение 1,5 - 2 часов, либо оставляют на 16-18 часов. Можно экстрагировать более представительные пробы и для анализа использовать аликвотную часть экстракта.

Среднюю пробу почвы для анализа предварительно растирают в ступке и просеивают через сито 0,25 мм. Отвешивают для экстракции 100 г и фозалон извлекают хлороформом при встряхивании в течении 2^х часов.

Пробу воды предварительно фильтруют через промытую ацетатом вату. Для анализа используют 1000 мл. Фозалон извлекают трехкратным встряхиванием в делительной воронке об 100 мл хлороформа.

фильтруют экстракт в круглодонную колбу и упаривают растворитель до 5 мл. Остаток переносят на хроматографическую колонку, заполненную на два см слоем безводного сульфата натрия I г активированного угля и вновь на два см слоем безводного сульфата натрия. Пропускают через колонку 100мл бензола. Элюат отбрасывают. Под колонку подставляют сухой чистый приемник и элюируют фозалон 150 мл хлористого метилена. Упаривают растворитель на водяной бане до 0,5 мл. Остаток наносят на пластинку. Рядом с анализируемой пробой наносят свидетель - чистый препарат фозалона.

Экстракт из воды можно хроматографировать, минуя стадию очистки на хроматографической колонке.

Погружают пластинку на глубину 0,5 см в систему бензол: петролейный эфир /6:4/ и дают растворителю подняться на высоту 10 см. Затем сушат пластинку на воздухе в течение нескольких минут, а затем в сушильном шкафу при 100-105°C в течение 5 мин. Охлажденную пластинку опрыскивают сначала проявляющим реагентом, а затем, после высушивания хроматограммы, раствором уксусной или лимонной кислоты. Фозалон проявляется в виде четкого голубого пятна на лимонно-желтом фоне. Пятна на пластинке сохраняются несколько минут. *R_f* фозалона 0,52-0,55

Чувствительность метода 3-5 мкг в анализируемой пробе. Для количественной оценки метод пригоден лишь в пределах 2-10 мкг препарата.

Количественное определение фозалона

Принцип метода.

Метод количественного определения фозалона основан на щелочном гидролизе препарата в спиртовом растворе до диэтилдитиофосфорной кислоты с последующим образованием ее медной соли, окрашенной в желтый цвет. Чувствительность реакции 50 мкг в анализируемой пробе. Недостаточная чувствительность реакции вполне компенсируется возможностью использовать для анализа пробы более весом 100 - 200 г. Поэтому метод позволяет определять 0,25 мг фозалона в 1 кг ясок. Определению мешают дитиофосфаты /Фосфамид, карбофос, фталофос и неко-

торые другие инсектициды/, при щелочном гидролизе которых также образуются диалкиловые эфиры дитиофосфорной кислоты. Однако, этот недостаток устраняется сочетанием количественного определения с качественной идентификацией на ТСХ.

Реактивы и растворы

Бензол.

Хлороформ.

Этиловый спирт.

Едкий натр, 0,5%-ный водный раствор.

Сернистый натрий, 6%-ный водный раствор.

Соляная кислота, разбавленная водой /1:1/

Циклогексан, регенерируется перегонкой на водяной бане.

Сернистая медь, 1,5%-ный водный раствор.

Приборы и посуда.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Аппарат для отгонки растворителей.

Колбы конические на 500-750 мл.

Воронки химические.

Воронки делительные на 500 мл.

Цилиндры на 100 и 1000 мл.

Пипетки на 2-5 мл.

Колбы на 100-200 мл.

Описание определения.

Измельченную пробу яблок /100-200 г/ или яблоневых листьев /250 см²/ экстрагируют бензолом. Фильтруют экстракт через бумажный фильтр. Можно использовать для экстракции пробы весом до 1 кг и более и в анализ брать аликвотную часть.

Обработанную фозалонем почву, измельченную и просеянную через сито 0,25 мм /100г/ экстрагируют хлороформом при встряхивании в течение 2^х часов. Хлороформный экстракт фильтруют через бумажный фильтр в мерный цилиндр и используют для анализа весь раствор или его аликвотную часть.

Из анализируемой пробы воды /1000 мл или меньше/ фозалон извлекают трехкратным встряхиванием в делительной воронке со 100 мл хлороформа.

Экстракт вносят в круглодонную колбу аппарата для отгонки растворителей и отгоняют растворитель досуха. Сухой остаток растворяют в 5 мл этилового спирта и фильтруют в делительную воронку. Колбу и фильтр 4 раза промывают этиловым спиртом, используя каждый раз по 5 мл. К содержимому воронки добавляют 2 мл 0,5 N раствора едкого натра для гидролиза фозалона, встряхивают и оставляют на один час. Затем вливают 75 мл 6%-ного раствора сернистой кислоты и 50 мл циклогексана. Встряхивают 1 минуту. Оставляют воронку для разделения слоев. Водную фазу сливают в сухую чистую колбу, а циклогексановый слой - в отходы. Снова переносят в делительную воронку, добавляют 25 мл циклогексана и встряхивают в течение одной минуты. Промывание водно-спиртового раствора повторяют до получения бесцветного слоя циклогексана. К прозрачному раствору добавляют 2 мл соляной кислоты /1:1/, 25 мл циклогексана и встряхивают 1 минуту. Сливают водную фазу в колбу, циклогексан - в отходы. Промывают подкисленный водно-спиртовый раствор циклогексаном 3-4 раза, пока циклогексан не станет бесцветным и прозрачным. Переносят водно-спиртовый раствор в делительную воронку, добавляют 2 мл 1,5%-ного раствора сернистой кислоты меди и 20 мл циклогексана. Встряхивают 1-2 минуты. После разделения слоев водную фазу отбрасывают, а окрашенный в желтый цвет циклогексановый слой спектрофотометрируют при 420 нм или колориметрируют на ФЭК-56 со светофильтром № 6 против циклогексана.

Аналогичным образом строят калибровочный график, используя 50, 100, 150, 200 мкг фозалона в стандартном спиртовом растворе.

Расчет результатов анализа производят по формуле:

$$X = \frac{A \cdot 1000}{B}, \text{ где}$$

X - количество препарата в пробе в мг/кг

A - количество препарата, найденное по калибровочному графику в мг

B - навеска исследуемой пробы в г

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 ГХ в растениях методом тонко-слойной хроматографии авторы: Косматый Е.С., Половская Ф.И., Тверская Б.М.	68
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., 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, 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