

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.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТКОВ ГПХ В РАСТЕНИЯХ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ^{1/}

Характеристику ГПХ см. "Методы определения микроколичества пестицидов в продуктах питания, фураже и почве"; изд. М., Госкомиссия, 1968г.

Принцип метода

Гексахлор извлекают из анализируемой пробы органическими растворителями /и-гексан, бензол/ с последующим определением его методом тонкослойной хроматографии/ТСХ/. В качестве адсорбента используют тонкий слой смеси силикагеля марки КСК + окись алюминия для хроматографии II степени активности/водная вытяжка нейтральная/ / I : I/, закрепленного гипсом.

Определение проводят без очистки экстракта. Для количественного определения применяют двухмерную хроматографию. Определение ГПХ проводят визуально по площади пятна.

Чувствительность метода 0,1 мг/кг.

Приборы и посуда

Колбы конические с притертой пробкой;
Воронки \varnothing 80 мм;
Камера для хроматографирования;
Пластины стеклянные, размером 15 x 20 см;
Пульверизатор стеклянный;
Микропипетка на 0,1 мл с ценой деления 0,001 мл.

Реактивы и растворы

и-Гексан или бензол /очищенные/;
Силикагель марки КСК;

I/ Разработан Косматой Е.С., Пилонской Ф.И., Тверской Б.М.
Киев, Укр НИИЗР

Оксид алюминия для хроматографии II степени активности
/водная вытяжка нейтральная/;

Гипс;

Стандартный раствор ГПХ в ацетоне содержит 100 мкг в 1 мл

Ход анализа

Качественное определение ГПХ

Навеску растительной пробы 100 г измельчают, помещают в колбу и заливают экстрагентом/н-гексан, бензол/. ГПХ экстрагируют примерно 2 часа на шутель-аппарате или оставляют на ночь.

После экстракции отделяют растительную массу от растворителя фильтрованием через бумажный фильтр. Промывают растительную массу растворителем 3 раза, все промывные порции собирают вместе с фильтратом.

Отгоняют растворитель на водяной бане в аппарате со шлифмян. Остаток в колбе количественно переносят на пластинку размером 15 x 20 см, полоской шириной 1 см и длиной 5 см на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки/равного 15 см/. Пластинку готовят по следующей пропорции: 15 г силикагеля с тониной помола 40-60 мкм + 15 г окиси алюминия + 2 г гипса и 50 мл воды тщательно размешивают и наносят тонким слоем на 2 пластинки размером 15 x 20 см. Слой должен быть толщиной примерно 0,8-0,9 мм. Рядом с полоской наносят стандартный раствор ГПХ и хроматографируют. В качестве подвижной фазы используют н-гексан. Затем пластинку проявляют 1% раствором дифениламина в ацетоне и освещают ультрафиолетовым светом/лампа ОКИ-II/ в течение 10 минут.

После освещения на пластинке проявляются синие пятна ГПХ на белом фоне. Пятно откладывается на хроматограмме полоской с величиной $R_f = 0,7-0,8$.

Количественное определение ГПХ

Количественное определение ГПХ в пробе проводят методом двумерной ТСХ. Известно, что количественное определение любого вещества методом ТСХ может быть проведено только прямым срав-

венном его пятен с серийой пятен ряда стандартных растворов, хроматографируемых на одной и той же пластинке. В этом случае экстракцию ГПХ из навески растений и отлижку растворителя проводят так же, как и в предыдущем случае.

Экстракт наносят на пластинку полоской длиной 5 см шириной 0,8-1 см на расстоянии 1,5 см от основания пластинки/сторона основания 15 см/ и на расстоянии 2 см от левого края пластинки.

Хроматографирование ведут при комнатной температуре. Дают подвижному растворителю продвинуться на 10-12 см, после чего пластинку вынимают из камеры, высушивают ее на воздухе. Далее поворачивают пластинку на 90° и наносят на нее три стандартных раствора с разным содержанием ГПХ влево от нанесенной ранее пробы /в данном случае основанием служит левый край пластинки - 20 см/ на нерабочую часть пластинки, которая не подвергалась хроматографированию.

Хроматографируют в том же подвижном растворителе.

После проявления пластинки содержания ГПХ в пробе определяют визуально по площади пятен с учетом интенсивности их окраски.

Метод специфичен. ГПХ можно определять в пробе в присутствии ДДТ. γ - ГХЦГ, так как величины R_f для них в изученных условиях различны. При этом на хроматограмме пятна их в четко очерченном виде располагаются в следующий ряд: δ - ГХЦГ, ДДТ и ГПХ. При наличии в данной смеси ПХП пятно последнего частично накладывается на пятно ДДТ, образуя "бороду". Наличие на хроматограмме в данных условиях "бороды" указывает на присутствие ПХП в анализируемой пробе.

Этим же методом можно определять остатки ГПХ в почве.

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 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: Госубев 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., 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, 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-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