

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.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БУТИФОСА В ПРОДУКТАХ ПРОМЫШЛЕННОЙ  
ПЕРЕРАБОТКИ ХЛОПКА-СЫРЦА И СЕМЕНАХ ХЛОПЧАТНИКА  
МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Характеристики препарата

$\text{C}_4\text{H}_9\text{P}$ ,  $\text{C}_4\text{H}_9\text{P}$ ,  $\text{C}_4\text{H}_9\text{P}$  - трибутилтритофосфат нерастворим в воде, растворяется в бензоле, спиртах, хлороформе.



М. в. 314,29

Синонимы: бутифос

Принцип метода

Метод определения остатков бутифоса в хлопке-сырце, волюле, лузге хлопковых семян и рафинированном хлопковом масле основан на экстракции его органическим растворителем ( в случае хлопкового масла - ацетонитрил, для остальных объектов - четыреххлористый углерод), очистке экстракта на колонке окиси алюминия, смешанной с силикагелем КСК в соотношении 3:1 и последующем хроматографировании в тонком слое закрепленного силикагеля. Подвижным растворителем служит смесь н-гексана и ацетона в соотношении 4:1. Количественное определение производится путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов.

Реактивы и растворы

Силикагель марки КСК: заливают на 18-20 часов 18%-ной соляной кислотой в соотношении 1:1. Затем промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывной воды, высушивают на воздухе, измельчают и просеивают через сито 100 меш, отбирая всю фракцию, прошедшую через сито. Силикагель хранят в бумажке с полиэтиленовой пробкой.

Окись алюминия для хроматографии II степени активности.

---

Метод разработан Ш.Т.Талиповым, Р.Х.Джинибасовой, У.Х. Хайитовой, Р.И.Шейниной, Н.Ф.Белобородовой.

(ТНТИУ им. В.И.Ленина и САФ ВНИИ жиров, г. Ташкент)

Оксид алюминия, обработанный соляной кислотой: 30-40 г оксид алюминия III степени активности заливают избытком 5%-ной соляной кислоты и кипятят в течение 3-4 часов при непрерывном помешивании. Кислоту сливают, заливают оксид алюминия избытком дистиллированной воды и кипятят в течение 10 мин при помешивании. Обработку сорбента водой повторяют несколько раз до получения нейтральной реакции промывной воды. Отделяют декантацией воду, переносят оксид алюминия в фарфоровую чашку и прокаливают при помешивании до прекращения выделения "фонтанчиков". Хранят в склянке с притертой пробкой.

Кальций серноокислый б/в, чда. Просушивают в сушильном шкафу при температуре 150°C в течение 18-20 часов.

Калий углекислый б/в. ГОСТ 4221-65, ч.

Н-гексан, перегнанный.

Ацетон, перегнанный.

Четыреххлористый углерод.

Ацетонитрил, ч.

Стекловата.

Фильтр "синяя лента".

Проявляющий реактив: 0,05 г. бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят объем до 100 мл 0,5%-ным водно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра (0,5 г азотнокислого серебра растворяют в смеси 24 мл ацетона и 72 мл дистиллированной воды).

Уксусная кислота, 40%-ный раствор.

Бутифос, 70%-ный технический препарат. Для приготовления стандартного раствора бутифоса необходимо предварительно очистить технический препарат следующим образом: 200 мл препарата бутифоса пропускают через колонку, заполненную стеклянной на высоту 1 см, 40 г окиси алюминия, обработанной серной кислотой. Колонку предварительно промывают 40-50 мл четыреххлористого углерода. Прошедший через колонку бутифос собирают в колбу на 200 мл с притертой пробкой. При этом получают раствор, содержащий приблизительно 60-68% бутифоса. Концентрацию бутифоса в очищенном растворе определяют стандартным методом (МРТУ 6-01-11-63) путем сжигания до минерального фосфора и определения последнего по молибденовому комплексу.

Проверочное определение концентрации проводят не реже одного раза в три месяца. Стандартный раствор с содержанием бутифоса примерно 0,6 мкг/мл готовят каждые три дня последовательным разбавлением очищенного раствора бутифоса n-гексаном.

#### Приборы и посуда

Пластинки для хроматографии. Стеклопластиковые пластины размером 9 x 12 см тщательно промытые содой, хромовой смесью, дистиллированной водой, высушенную покрывают сорбционной массой. Перед нанесением последней пластинку протирают ватным тампоном, смоченным этиловым спиртом. Для приготовления сорбционной массы смешивают 35 г силикагеля КСК с 2 г сернокислого кальция (или углекислого калия), тщательно растирают в фарфоровой ступке. Смесь переносят в колбу, приливают 80 мл дистиллированной воды и встряхивают в течение 10-15 мин до образования однородной массы. Полученную массу в количестве 1,5 чайной ложки наносят на пластинку и, покачивая, равн мерно распределяют по поверхности. Пластинки сушат в течение ночи при комнатной температуре и хранят в эксикаторе. При длительном хранении (более двух дней) в эксикатор необходимо положить осушитель (сульфат кальция или хлористый кальций).

В случае влажного климата и низкой комнатной температуры адсорбент активируют. Для этого пластинки перед нанесением раствора помещают в термостат и выдерживают при температуре 100°C в течение 10-15 мин.

Шкаф сушильный.

Прибор для отгонки растворителя.

Камера для хроматографирования - эксикатор.

Пульверизаторы стеклянные.

Набор пипеток и микропипеток.

Пробирки на 1 мл с притертой пробкой.

Воронки конические.

Воронки делительные емкостью 250 мл.

Хроматографические колонки - бюретки диаметром 15-18 мм.

Баня водяная.

Сито 100 меш.

#### Описание определения

1. Экстракция из пробы.

а) 100 г анализируемой пробы помещают в аппарат Сокслета и экстрагируют четыреххлористым углеродом в течение 7-8 часов. Полученный экстракт отгоняют до объема 30-40 мл. После охлаждения экстракт пропускают через хроматографическую колонку, заполненную на высоту 10 см смесью окиси алюминия и силикагеля в соотношении 3:1 и предварительно промытую 10-15 мл четыреххлористого углерода. После прохождения экстракта колонку промывают тремя порциями растворителя по 10 мл. Пропущенный через колонку экстракт и элюат собирают, отгоняют растворитель и переносят в пробирку на 1 мл, упаривают экстракт на водяной бане до 1 мл. Упаренный экстракт наносят по 0,1 мл на пластинку и проводят хроматографирование. Количественно бутифос определяют путем сравнения пятен проб и стандартных растворов.

б/. Из лузги хлопковых семян.

10 г лузги хлопковых семян делят на две части и помещают в две колбы на 250 мл. Проводят экстракцию каждой части четыреххлористым углеродом тремя порциями по 40, 20, 20 мл в течение 15, 10, 5 мин. Полученные экстракты от каждой части объединяют и пропускают через отдельные колонки, заполненные смесью окиси алюминия и силикагеля в соотношении 3:1 на высоту 10 см. Предварительно колонку промывают 10-15 мл четыреххлористого углерода. После прохождения экстракта через колонку, последнюю промывают 30 мл четыреххлористого углерода порциями по 10 мл. Экстракты и элюаты от обеих частей пробы собирают в одну перегонную колбу, отгоняют растворитель до 1-2 мл и количественно переносят в пробирку, упаривая постепенно объем экстракта до 1 мл. Полученный экстракт в количестве 0,1 мл наносят на пластинку и проводят хроматографирование. Количественно бутифос определяют путем сравнения пятен проб и стандартных растворов.

в/. Из рафинированного хлопкового масла.

30 мл анализируемого масла помещают в делительную воронку и экстрагируют тремя порциями ацетонитрила по 60, 30, 30 мл в течение 20, 10, 10 мин. Полученные экстракты фильтруют через фильтр "синяя лента", затем пропускают через колонку, заполненную смесью окиси алюминия и силикагеля (3:1) на высоту 20-25 см, предварительно промытую 50 мл ацетонитрила. Экстракт и элюат (30 мл ацетонитрила) собирают в колбу для отгонки раст-

ворителя. Последний отгоняют до 1-2 мл и количественно переносят экстракт в пробирку на 1 мл.

Параллельно с анализируемым образцом готовят два модельных экстракта, каждый из которых получают из 10 г того же рафинированного масла и в каждый перед экстракцией вносят бутифос в количестве 30 мкг и 15 мкг. Экстракцию проводят тремя порциями ацетонитрила по 20, 10, 10 мл. Объединенные экстракты фильтруют через фильтр "синяя лента", затем пропускают через колонку, заполненную на высоту 10 см смесью окиси алюминия и силикагеля в соотношении 3:1. Предварительно колонку промывают 10-15 мл ацетонитрила. Экстракт и элюат (10-15 мл ацетонитрила) собирают в колбу для отгонки растворителя. Упаривают экстракт до 1 мл и количественно переносят в пробирку на 1 мл, затем наносят на пластинку по 0,1 мл и проводят хроматографирование.

## 2. Хроматографирование.

На середину хроматографической пластинки на расстоянии 1,5 см от края при помощи микропипетки наносят исследуемую пробу в объеме 0,1 мл в одну точку так, чтобы размер пятна не превышал 10 мм. Справа и слева от пробы наносят по 0,1 мл стандартного (или модельного) раствора с известным содержанием бутифоса. После высыхания пятен пластинку помещают в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь н-гексана и ацетона в соотношении 4:1 (смесь готовить каждый день). Край пластинки погружают в растворитель не более, чем на 5 мм.

После поднятия фронта растворителя на высоту 10-11 см пластинку вынимают, высушивают в вытяжном шкафу 3-5 мин для удаления паров растворителя и опрыскивают раствором провителя. Через 15-20 мин пластинку опрыскивают раствором уксусной кислоты для более четкого проявления пятен бутифоса. При этом пятна коэкстрактивных веществ окрашиваются в желтый цвет. На желтом фоне ясно проявляются голубые пятна бутифоса  $R_f$  0,45-0,50.

Количество бутифоса определяют путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных или модельных растворов.

Расчет анализа производят по формуле:  $X = \frac{a \cdot 10}{p}$ , где

$X$  - количество бутифоса в анализируемой пробе, мг/кг,

$a$  - количество бутифоса, найденное в 0,1 мл экстракта, мкг,

$p$  - навеска анализируемой пробы, г.

Чувствительность метода ТСХ для определения бупифоса в хлопке-сырце и волокне хлопчатника - 0,1 мг/кг, дуфте хлопковых семян - 0,1 мг/кг, хлопковом рафинированном масле - 1,0 мг/кг.



## 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, соке, 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., 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., 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., Алдошья 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