

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по определению микроколичеств
пестицидов в продуктах питания,
кормах и внешней среде**

**Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,
болезнями растений и сорняками**

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

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

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии, болезнями растений и сорняками

Москва- 1967 г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, популяционно-токсикологических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний истекает с момента утверждения гигиенических нормативов.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

Методические указания согласованы и одобрены Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

И. Г. Александрова, Д. Б. Гиренко, А. А. Калыгина (зам. председателя),
М. А. Кулисаго (председатель), Г. Д. Кароткова, В. Б. Кривачук,
Г. А. Хохолькова, А. М. Шмидтина.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государствен
ного санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 27 " апреля 1984 г.

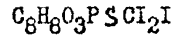
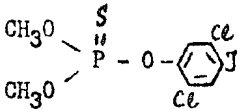
№ 3013-84

ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИДОФОСА В ПОЧВЕ

Дополнение к "Методическим указаниям по определению
идофофа в капусте и ягодах хроматографическим методом",
утвержденных Министерством здравоохранения СССР за
№ 2419-81 от 6.08.1981 г.

I. Характеристика действующего вещества

О,О-Диметил-О-(2,5-дихлор-4-идофенил)-тиофосфат.



Молекулярная масса
412,95

Идофенфос, препарат С-949I, нуванол-Н

Идофос - бесцветное кристаллическое вещество со слабым запахом. Температура плавления 74°C. Давление пара $8 \cdot 10^{-7}$ мм Hg (при 20°C). Летучесть 0,0194 мг/м³ при 20°C. Относительно стоек в слабокислой среде, нейтральной и слабощелочной, нестойк в кислой и щелочной средах. Растворимость в воде 0,2 мг/100 мл. Хорошо растворим в органических растворителях (хлороформе, ацетоне, эфире, ароматических углеводородах и др.).

Препарат малотоксичен для теплокровных. LD₅₀ для крыс (орально) 2100 мг/кг.

2. Методика определения подофоса методом тонкослойной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на хроматографии в тонком слое окиси алюминия или на пластинках "Silufol" после экстракции подофоса смесью органических растворителей n -гексан - ацетон и чистый экстракт.

Подвижным растворителем служит смесь n -гексана с ацетоном в соотношении (9:1).

Проявление хроматограмм осуществляется двумя способами: I - раствором бромфенолового синего и азотнокислого серебра в ацетоне с последующим облучением флуоресцентной или люминесцентной лампой, II - раствором азотнокислого серебра в ацетоне с последующим облучением пластинки ультрафиолетовым светом.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций 1-10 мкг.

Предел обнаружения 1,0 мкг, что соответствует в почве 0,04 мкг/кг.

Размах варьирования - $105 \pm 85 = 20\%$

Среднее значение определяемых стандартных количеств подофоса 22,6%.

Стандартное отклонение - 14,6%

Относительное стандартное отклонение - 0,16.

Добавляемые интервал среднего для $p=0,95$ и $n=5$, $22,6 \pm 11,1$

2.1.3. Выбирательность метода

Метод специфичен в присутствии хлороформа, карбофоса, сайфоса, ацто в ТМД.

2.2. Реактивы и материалы

Н-гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78

Ацетон осч, ТУ 6-09-3513-75

Натрий сернистый безводный хч, ГОСТ 4166-76

Бромфеноловый синий (индикатор), ТУ 6-09-1058-76

Уксусная кислота, хч, ГОСТ 18 270-72, прод. 81,5%-ная

Лимонная кислота, хч, ГОСТ 3652-79, 2% раствор

Аммиак водный 25%-ный, ГОСТ 3760-79

Азотнокислое серебро, хч, ГОСТ 1 277-75

Оксид алюминия для хроматографии II степени активности,
ТУ 6-09-3916-75

Кальций сернистый, чда, 2-водный, ГОСТ 3210-77, просушенный
при 160°C в течение 6 часов

Силикагель марки ИСК, ТУ 6-09-2523-72, раздробленный и про-
сеянный через сито 100 меш для силикагель ЛС/40, СССР

2.3. Приборы и посуда

Ротационный испаритель с набором колб ИР-1М, ТУ 25-11-917-76

Аппарат для встряхивания проб, ТУ 64-1-1081-73

Весы аналитические ВПА-200 М, ТУ 64-1-1081-73

Сушильный шкаф, ТУ 64-1-1411-76

Вентилятор

Камера для хроматографирования 20x15x15 см, ГОСТ 10565-74

Пудриверзатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Экспикатор, ГОСТ 6371-73

**Микрокюветы для нанесения стандартного раствора
и проб, ГОСТ 1770-74**

Цилиндр мерный емк. 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы мерные емкости 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы плоскодонные с притертыми пробками 350-500 мл,

Воронки химические диаметром 9 см, ГОСТ 8613-75

Чашки Петри,

Химические стаканы на 50 мл, или биксы, ГОСТ 10394-72

Пластинки для хроматографии (9x12 см)

Хроматографические пластинки "Silufol" UV -254, СССР

Миллиметровая бумага, пропитанная вазелиновым маслом

Лампа кварцевая ПРК-4 или ПРК-7.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с ^Унифицированными правилами отбора проб для определения микроколичеств пестицидов в сельско-хозяйственной продукции, продуктах питания и объектах окружающей среды," № 2051-79 (Москва, 1980г.)

2.4.2. Приготовление растворов

Проявляющие реагенты:

I - 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 0,5%-ным раствором азотнокислого серебра в водном ацетоне (3 ч. ацетона, 1 ч. воды).

II - 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дист. воды, добавляют 2,5 мл 25%-ного аммиака и доводят до 100 мл ацетоном.

Стандартный раствор нодофоса в эфире. Готовят раствор с содержанием препарата 100 мкг/мл. 10 мг нодофоса, х.ч., растворяют в мерной колбе на 100 мл в эфире. Хранить необходимо в

затемненном месте, на холоде, не более двух недель.

2.4.3. Приготовление хроматографических пластинок

Хроматографические пластинки с окисью алюминия. 50 г. окиси алюминия для хроматографии и 5 г сернистого кальция тщательно смешивают в фарфоровой ступке, переносят в коническую колбу с притертой пробкой, приливают 75 мл дистиллированной воды, встряхивают в течение 15 мин. Примерно 10 г сорбционной массы наносят на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Сушат при комнатной температуре в течение 12 ч и хранят в эксикаторе.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция

25 г почвы, растертой и просеянной через сито с размером отверстий 1 мм, помещают в коническую колбу с притертой пробкой, приливают 50 мл смеси n-гексана с ацетоном (4:1) и экстрагируют встряхивая 30 мин. на аппарате для встряхивания. Экстракт фильтруют в круглодонную колбу на 250 мл через коническую воронку, с безводным сульфатом натрия. Повторяют экстракцию еще два раза. После третьей экстракции колбу с жидкой и сульфат натрия на вершине промывают смесью n-гексана с ацетоном, фильтруя ее в ту же круглодонную колбу. Экстракт отгоняют либо на ротационном испарителе (t бани 45-50°C) до 1-2 мл; либо в току воздуха, паливая его в чашки Петри и собирая при помощи реактиватора в вытяжной шланг.

2.5.2. Очистка экстракта

Сконцентрированный остаток количественно переносят в бюксы или стаканчики и добавляют 200 мг окиси алюминия и 200 мг связывателя КСК, хорошо перемешивают. Растворитель выпаривают под тягой вытяжного шкафа. Иодофос вымывают из сухого остатка эфиром. Для этого к сухому остатку в стаканчик приливают 3-5 мл эфира и перемешивают стеклянной палочкой 1 минуту. Надосадочную жидкость отфильтровывают через воронку со слоем безводного сернокислого натрия в маленький бюкс. Остаток в стаканчике и фильтр промывают еще два раза, используя каждый раз по 2 мл эфира. Объединенный, очищенный экстракт концентрируют при комнатной температуре до - 1 мл.

2.5.3. Условия хроматографирования

Сконцентрированную пробу количественно наносят на хроматографическую пластинку "Siluol" или - с окисью алюминия, на расстоянии 1,5 см от края в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал одного сантиметра. Расстояние одной проб от другой 1,5-2 см.

На ту же пластинку наносят стандартный раствор иодофоса, содержащий 5 и 10 мкг препарата.

Хроматограмму развивают в подвижной фазе н-гексан-ацетон (9:1). После подъема фронта подвижной фазы на 10 см от линии старта пластинку вынимают и сушат при комнатной температуре в вытяжном шкафу до испарения растворителя. Операцию повторяют вторично, после чего хроматограмму обрабатывают из пульверизатора проявляющим реагентом - I или II. При проявлении пластинки

реагентом I, пластинку помещают в сушильный шкаф на 10 мин. при 37°C , после чего опрыскивают 5%-ным раствором уксусной кислоты или 2%-ным раствором лимонной кислоты для удаления маскирующего фона. На контрастовом фоне пластинки подофос проявляется в виде темносинего пятна.

При применении проявляющего реагента II пластинку облучают ультрафиолетовым светом в течение 15-20 мин. Зоны локализации препарата обнаруживаются в виде черных пятен. Величина $R_{\text{уд}}$ на пластине «Bilufol» — $0,48 \pm 0,02$, на окиси алюминия — $0,70 \pm 0,03$

2.5.4. Обработка результатов анализа

Количественное определение подофоса производят путем сравнения размера пятен проб с пятнами стандартными растворами. Площадь пятен измеряют штангенциркулем или с помощью промасленной миллиметровой бумаги.

Пропорциональная зависимость между площадью пятна и концентрацией препарата наблюдается до 10 мкг. При большей концентрации препарата на пластинку наносят часть экстракта.

Содержание остатков препарата в анализируемой пробе вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Количество подофоса (x) в мкг/кг рассчитывают по формуле.

$$x = \frac{\Delta \cdot B_2}{p \cdot B_1} \cdot \text{г/кг}$$

Δ — количество вещества в промасленном объеме стандартного раствора, мкг;

B_1 — площадь пятна стандартного раствора на прямоугольнике, мм^2 ;

B_2 — площадь пятна пробы на прямоугольнике, мм^2 ;

p — масса исследуемой пробы, г.

3. Требования безопасности

Соблюдать требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с органическими растворителями, УФ - светом.

4. Настоящие методические указания разработаны к.б.н. Чапливченко В.С., Гелакте И.МНИИ Эпидемиологии, микробиологии и гигиены Минздрава Литовской ССР, г. Вильнюс)