

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

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

Часть УІІІ

Москва - 1977 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР**

Утверждено

Министерством здравоохранения
СССР
1976 г.

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

Часть УІІІ

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

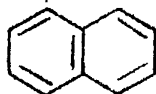
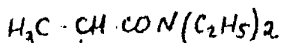
Москва - 1977 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПРЕПАРАТА ДЭПРА В ВОДЕ И РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ

Краткая характеристика препарата

Препарат ДЭПРА (синонимы: Р-7465, девринол, деврикол) применяется в качестве гербицида против однолетних злаковых и двудольных сорняков в посевах картофеля, табака, томатов, перца, баклажан, капусты, масличного репса.

Структурная формула:



Молекулярный вес 271,36.

Физическое состояние: белое кристаллическое вещество с температурой плавления 62-63°C. Растворяется в большинстве органических растворителей. В воде практически нерастворим.

Препарат мало токсичен для теплокровных. LD₅₀ 5000 мг/кг.

Принцип метода

Метод основан на экстракции препарата из анализируемой пробы органическим растворителем, хроматографировании экстракта в тонком слое силика алюминия в системе гексан:ацетон:этилацетат (10,5:0,8) и обнаружении зоны локализации ДЭПРА проявляющимися реактивами.

Минимально детектируемое количество ДЭПРА 0,5-1,0 мкг.

Чувствительность определения в воде 0,002 мг/кг, растительном материале (картофеле, томатах) 0,04-0,05 мг/кг.

x/ И. И. Пилленкова, А. Д. Фатьянова. Уфимской Филiaal ВНИИ химических средств защиты растений, г. Уфа). г. Утверждено 20 декабря 1976 г., № 1532-76.

Реактивы и растворы

Хлорформ "х.ч." ГОСТ 3160-51

Гексан "х.ч." ГОСТ 3160-51

Ацетон "ч.д.в." ГОСТ 2603-63

Аммиак водный "ч.д.в." ГОСТ 3760-64

Спирт этиловый ТУ 5947-72

Натрий серноокислый безводный "х.ч." ГОСТ 4166-66

Кальций серноокислый "ч.д.в." ГОСТ 3210-46. Сушится при температуре 150°C в течение 6 час и просеивается через сито размером 100 меш. Хранится в банке с притертой пробкой.

Проявляющий реактив № 1: фосфорно-молибденовая кислота "х.ч.", МРТУ 6-09-4790-67, 10%-ный спиртовый раствор.

Проявляющий реактив № 2: реактив Драгендорфа. К раствору 850 мг основного азотнокислого висмута в 40 мл воды и 10 мл уксусной кислоты прибавляют раствор 8 г К₂С₂O₇ в 20 мл воды. Для проявления хроматограммы 1 мл этого раствора разбавляют 2 мл уксусной кислоты и 10 мл воды.

Проявляющий реактив № 3: 0.5 г марганцевокислого калия растворяют в 47,5 мл воды и добавляют 2,5 мл концентрированной серной кислоты.

Алюминий окись для хроматографий II ст. активности, МРТУ 6-09-5296-68.

Стандартный раствор ДЭПРА: 0.0100 г N,N'-диэтил-2-(α -нафтокси)пропионамиды растворяют в 10 мл этилового спирта.

Приборы и посуда.

Аппарат для встряхивания

Ротационный испаритель

Колбы конические с пробкой объемом 150-200 мл

Шприц медицинский на 1 мл

Воронка делительная объемом 1 л

Воронки химические

Колба Бунзена с воронкой Бюхнера
Пластинки стеклянные размером 9x12 см
Камера для хроматографирования
Пульверизатор
Экзикатор
Вакуум-насос
Цилиндры мерные
Ступка фарфоровая

Приготовление пластинок с тонким слоем сорбента

На тщательно вымытые и высушенные стеклянные пластинки напоситя сорбционная масса из смеси окиси алюминия, гипса и воды. Для приготовления 15 пластинок размером 9x12 см взвешивают 14г смеси алюминия и 2 г сернистого кальция и смешивают их в фарфоровой ступке, затем небольшими порциями добавляют 70 мл дистиллированной воды и тщательно перемешивают до образования однородной массы. Одну чайную ложку полученной пасты помещают на пластинку и распределяют ее равномерно по поверхности пластинки, сушат на воздухе 16-18 часов, а затем активируют в течение двух часов при температуре 100-110°C. Пластинки хранят в эксикаторе над хлористым кальцием.

Ход анализа.

Вода. 250-500 мл воды помещают в делительную воронку и извлекают от ДЭПРА хлороформом порциями по 50 мл 3 раза.

Хлороформный экстракт пропускают через слой сернистого натрия. Слой затем промывают 30 мл хлороформа, который присоединяют к экстракту. Хлороформ отгоняют сначала на ротационном испарителе, а затем выпаривают досуха в потоке воздуха.

Почва. 100 г воздушно-сухой почвы увлажняют 10 мл воды и экстрагируют из нее ДЭПРА хлороформом порциями 100,75 и 50 мл. Экстракт осушают, пропуская его через слой сернистого натрия.

Сернистый натрий промывают 30 мл хлороформа, который присоединяют к экстракту. Хлороформ отгоняют сначала на ротационном испарителе, а затем выпаривают досуха в токе воздуха.

Растительный материал (картофель, томаты) 20–50 г измельченного образца экстрагируют хлороформом сначала 75 мл, а затем еще 3 раза порциями по 25 мл. Экстракт промывают 20 мл воды, осушают сернистым натрием. Промывают Na_2SO_4 30 мл хлороформа, который присоединяют к экстракту. Хлороформ отгоняют, затем испаряют досуха в токе воздуха.

Сухой остаток растворяют в 0,2–0,3 мл этилового спирта и с помощью медицинского шприца наносят на пластинку в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. На расстоянии 2–3 см наносят стандартный раствор ДЭПА в количестве 5–20 мкг. Хроматографируют пластинку в системе гексан:ацетон:аммиак (10:5:0,8), подсушивают на воздухе и опрыскивают последовательно проявляющими реактивами № 1, № 2, № 3. При наличии в пробе ДЭПА появляется коричневое пятно, которое сохраняет интенсивность окраски в течение 15–30 минут.

Количественное определение производится путем сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандарта.

Расчет результатов анализа производят по формуле

$$X = \frac{A}{B}$$

где X – содержание препарата в пробе, мг/кг

A – экспериментально найденное количество препарата в мкг

B – количество исследуемой пробы, г