"Утверждено" Министерством здравоохранения СССР

"29" июля 1991 г.

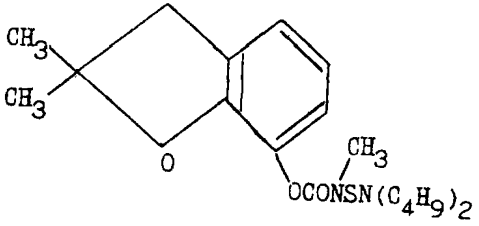
N 6208-91.

Методические указания по определению карбосульфана в зерне кукурузы тонкослойной хроматографией.

1. Краткая характеристика препарата.

Карбосульфан - 2,3-дигидро-2,2-диметил-7-бензофуранил [дибутиламино) тио]метил карбамат - является действующим веществом инсектицидного препарата "Маршал", ф. ФМС, США.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{20}H_{32}N_2O_3S$

Молекулярная масса:380,6.

Вязкая коричневая жидкость, Т.кип 124-128°С при ~0,1 Па ($1 \cdot 10^{-3}$ мм.рт.ст.). Растворимость в воде 0,3 мг/л; растворим в большинстве органических растворителей. Давление паров 0,041 мПа. Препарат разлагается при температуре >150° С.Период полураспада (25°С) при pH=4-1 час, pH=6-22 часа, pH=7-184 часа, pH=8-340 часов, pH=9-1400 часов.

Выпускается в виде 2,5; 4 и 25%-ных концентратов эмульсии, а также 15%-ных гранул.

Рекомендован для борьбы с рядом почвообитающих и листогрызущих насекомых - вредителей цитрусовых, люцерны, кукурузы, сорго, сои, овощных и полевых культур (включая картофель, рис, сахарную свеклу) при нормах расхода 2,5-10 г/кг семян.

$ЛД_{50}$ для крыс 209 мг/кг, для мышей 138 мг/кг.

2. Методика определения карбосульфана в зерне кукурузы тонкослойной хроматографией.

Разработчики: Н.И.Киселева и С.И.Гнед (УкрНИИГИНТОКС).

gost.e-ecolog.ru

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на экстракции препарата смесью органических растворителей (различные сочетания н-гексана, 2-пропанола, этилацетата и хлороформа), очистке экстракта ацетонитрилом и на колонке с сорбентом (силикагель, флоризил), хроматографировании вещества в тонком слое силикагеля (пластинки "Силуфол") с последующим проявлением пятен реактивом Драгендорфа.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Число параллельных определений - 5.

Размах варьирования - 85,4-90,4%.

Среднее значение определения - 87,9%.

Стандартное отклонение - 2,08%

Относительное стандартное отклонение 2,36%.

Доверительный интервал среднего (p=0,95) ±2,5%.

Предел обнаружения 0,10-0,15 мг/кг.

2.2. Реактивы и растворы.

Ацетон, ос.ч., ТУ 6-09-3513-86.

н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78.

Ацетонитрил, ТУ 6-09-3534-87.

2-пропанол (изопропиловый спирт), ч., ТУ 6-09-402-81.

Этиловый эфир уксусной кислоты,х.ч., ТУ 6-09-6515-70.

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74.

Натрий хлористый, ч.д.а., ГОСТ 4233-77.

Натрий сернокислый, безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76.

Карбосульфан, ан. ст., фирма ФМС.

Силикагель 40/100 мк, произв. ЧССР.

Висмут азотнокислый, ч.д.а., ГОСТ 4110-75.

Винная кислота, ч., ГОСТ 5817-77.

Уксусная килота, ледяная, х.ч., ГОСТ 18290-72.

Калий йодистый, х.ч., ГОСТ 4232-74.

Серная кислота, х.ч., ГОСТ 4204-77, 40%-ный раствор.

Реактив Драгендорфа для проявления хроматограмм: исходный раствор получают смешиванием в соотношении 1:1 растворов 1,7 г нитрата висмута и 20 г винной кислоты (или 20 мл ледяной уксусной кислоты, или 20 мл 40% раствора серной кислоты) в 80 мл воды и 16 г йодида калия в 40 мл воды. Эта смесь устойчива в течение 3-х месяцев.Перед опрыскиванием смешивают 10 мл исходного раствора, 20 г винной кислоты (или 20 мл уксусной кислоты или 40% раствора серной кислоты) и 100 мл воды.

2.3. Посуда и оборудование.

Воронки химические, ГОСТ 8613-75.

Воронки делительные на 250 мл, ГОСТ 8613-75.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные, ГОСТ 10394-72.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74.

Испаритель ротационный, ИР-1М, ТУ 25-11-917-74.

Камера для опрыскивания, ТУ 2511-430-70.

Пластинки "Силуфол", размером 15х15 см.

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-11081-73.

Камера для хроматографирования, размером 150х200 мм, ГОСТ 10565-75.

Колонки для хроматографирования стеклянные для очистки экстрактов, 20х1 см.

2.4. *Отбор и хранение проб.*

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утв. 21.08.79 г., N 2051-79.

Пробы хранят при необходимости в холодильнике.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция пестицида из анализируемой пробы.

К 20 г измельченного материала добавляют 60 мл смеси н-гексана и 2-пропанола (2:1), либо смеси н-гексана и этилацетата (2:1), либо смеси н-гексана и хлороформа (2:1). Содержимое взбалтывают на аппарате для встряхивания в течение 15 мин. Пробу фильтруют через фильтр (синяя лента). Повторяют экстракцию тем же количеством растворителя в тех же условиях. Пробу фильтруют. Экстракты объединяют, сушат безводным сернокислым натрием и упаривают досуха на ротационном испарителе. К сухому остатку добавляют 2 мл ацетонитрила, оставляют на 5 мин., сливают раствор, повторяют эту процедуру тем же количеством растворителя. Ацетонитрильные экстракты объединяют. В делительную воронку вливают 150 мл дистиллированной воды, добавляют 12 г хлористого натрия, взбалтывают раствор в течение 2 мин., вносят ацетонитрильный экстракт. Добавляют 50 мл н-гексана и взбалтывают в течение 2 мин. Экстракцию н-гексаном повторяют еще дважды. Экстракты объединяют и сушат безводным сернокислым натрием.

Упаривают н-гексановый экстракт до объема 1-2 мл. Далее производят очистку экстракта колоночной хроматографией.

2.5.2. Очистка на колонке.

Стеклянную колонку высотой 20 см и диаметром 1 см тщательно моют, сушат и последовательно заполняют обезжиренной ватой (0,5 г), силикагелем 100/160 меш (или флоризилом, 60/100 меш) - 10 г и безводным сульфатом натрия - 5 г. Пропускают через колонку 60 мл смеси н-гексана и этилацетата (95:5 по объему). Вводят анализируемую пробу и элюируют 40 мл вышеуказанной смеси.

После того, как слой сульфата натрия поглотит растворитель, полученный элюат сливают. Приливают в колонку еще 50 мл смеси н-гексана и этилацетата (95:5), элюат собирают и упаривают его до объема 1 мл. Аликвотную часть (200-300) мкл наносят на пластинку "Силуфол". Рядом с пробой на расстоянии

1,5 см (друг от друга) наносят серию стандартных растворов карбосульфана в количестве 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 7,0 мкг. Производят хроматографирование в смеси растворителей н-гексан-ацетон (3:1) или н-гексан-ацетон (4:1).

После поднятия фронта растворителя на высоту 10 см, пластинку вынимают, сушат и обрабатывают для проявления зон локализации пестицида реактивом Драгендорфа.

При наличии в пробах карбосульфана появляются пятна темно-вишневого цвета на светло-желтом фоне. Коэкстрактивные вещества располагаются на хроматограмме выше, чем изучаемый пестицид и окрашены в желто-зеленый цвет. R_f карбосульфана 0,55 (0,47).

Обработка результатов анализа производят путем сопоставления площади и интенсивности пятна пробы и серии стандартов.

Содержание карбосульфана в анализируемой пробе (X, мг/кг) вычисляют по формуле:

$$X=\frac{C.V}{V_0.P}$$, где

C-количество карбосульфана, найденное на пластинке методом сопоставления со стандартом, мкг;

V - общий объем раствора, мл;

V_0 - объем аликвоты, взятой для хроматографирования, мл;

P - навеска анализируемой пробы, г

* Примечание: Если в данном объеме пестицид не обнаружится, то на пластинку наносят весь сконцентрированный объем, соответствующей данной пробе.

3. Требования техники безопасности.

Необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

gost.e-ecolog.ru