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

Часть 17-я

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

Москва — 1988

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.Заиченко

"22 мая 1985 г.

№ 3886-86

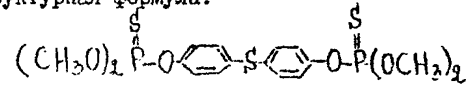
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ДИФОСА/АБАТА/ В ПРОДУКТАХ РАСТЕНИЕВОДСТВА МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

/ дополнение к № 1350-75 от 22.09.75г./

I. Характеристика анализируемого пестицида.

Бис(О,О-Диметилтиофосфорил-О-фенил-4)сульфид

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{16}H_{20}O_6P_2S_3$

Молекулярная масса - 466

Синонимы: абат, абат 500 Е, абат 4 Е, ОМС-786

Химически чистое вещество -белые кристаллы. Технический препарат-коричневая жидкость, содержащая 90-95% действующего вещества. Препарат нерастворим в воде, хорошо растворяется в органических растворителях /ацетоне, гексане, хлороформе, эфире, ацетонитриле/. Устойчив к воздействию слабых щелочей /при pH 8 и температуре 20°С не гидролизуется в течение нескольких недель/. Выпускается в форме 30% к.э. Зарубежный аналог дифоса - абат выпускается в виде 50% к.э. и 25 % с.п.

Относится к малотоксичным соединениям. $ЛД_{50}$ при введении препарата в желудок белых крыс составляет 1360 -2300 мг/кг, для белых мышей - 460 мг/кг. Проникает через кожу. Для кроликов при накожном нанесении $ЛД_{50}$ - 270-1930 мг/кг. Раздражающее действие выражено слабо. Коэффициент кумуляции -5,7. Является инсектицидом контактно-кишечного действия. Эффективен в борьбе с личинками комаров, мух, вредными насекомыми домашних животных, при защите сельскохозяйственных культур от клопов, трипсов и других насекомых.

МДУ в сахарной свекле, овощах, цитрусовых и хлопковом масле -0,3 мг/кг, в мясе, яйце - I мг/кг, в молоке -не допускается. ПДК в кормах для сельскохозяйственных животных на откорме -0,25 мг/кг, лактирующих животных- не допускается.

2. Методика определения дифоса в продуктах растениеводства методом тонкослойной хроматографии.

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Метод основан на экстракции препарата из анализируемого объекта ацетоном, осаждении коэкстрактивных веществ из водно-ацетонового раствора уксуснокислым свинцом на холоду, переэкстрагировании дифоса в гексан, дополнительной очистке экстракта на колонке с силикагелем АСК, элюировании пестицида смесью бензола с гексаном, хроматографировании на пластинках "Силуфол" и проявлении азотнокислым серебром с бромфеноловым синим.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода.

- Диапазон определяемых концентраций пестицида в анализируемой пробе - 0,2 - 25 мкг.
- Предел обнаружения -0,2 мкг в пробе или 0,02 мг/кг.
- Размах варьирования -70-90%.
- Среднее значение определения стандартных количеств - 79,8%.
- Стандартное отклонение - II,6.
- Относительное стандартное отклонение - 0,27.
- Доверительный интервал среднего при P=0,95 и n = I0 - 79,8±I,49

2.2. Реактивы.

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79.
Бензол, чда, ГОСТ 5955-8I.
Бромфеноловый синий, чда, ТУ 6-09-I058-76.
Н-гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78.
Кислота уксусная, ледяная, хч, ГОСТ I8270-72.
Кислота лимонная, чда, ГОСТ 3652-74.
Натрий сернокислый безводный, чда, ГОСТ 4I66-76.
Натр едкий, хч, ГОСТ 4328-77.
Свинец уксуснокислый или свинец уксуснокислый основной, чда ТУ 6-09-4I40-75
Серебро азотнокислое, ч, ГОСТ I277-75.
Силикагель АСК, ГОСТ 3956-76
Эфир диэтиловый ГОСТ 6265-79.
Дифос стандартный раствор в ацетоне, содержащий I00 мкг/мл препарата

2.3. Приборы, аппаратура и посуда.

Аппарат для встряхивания АВУ-I или аналогичный, ТУ 64-I-I09I-73.

Весы технические.

Весы торсионные - тип ВТ, ТУ 64-I-990-77.

Камера хроматографическая, ГОСТ I0565-75.

Камера для опрыскивания хроматограмм, ТУ 25-II-430-70

Колонки стеклянные, внутренний диаметр 7-9мм.

Опрыскиватели стеклянные, ГОСТ I0391-74

Пластинки "Силуфол", производства ЧССР.

Посуда химическая по ГОСТ 23932-79/колбы конические с притертыми пробками на I00 мл, воронки делительные на 200 мл, воронки химические диаметром 5 см, пробирки мерные на I0 мл, цилиндры на I0,50 и I00 мл, микропипетки, стаканы химические/.

Центрифуга лабораторная стационарная ЦЛС -3 или аналогичная/объем стаканов 80-I00 мл/.

Шкаф вытяжной.

Чашки фарфоровые для выпаривания дм 5-7 см., ГОСТ 9I47-73.

2.4. Подготовка к определению.

2.4.I. Приготовление 20% водного раствора уксуснокислого свинца: 20г уксуснокислого свинца растворяют в 80 мл дистиллированной воды. При использовании основного уксуснокислого свинца 20 г его растворяют при подогревании в 80 мл 5% уксусной кислоты и РН раствора доводят едким натрием до 5,4 -5,6. Хранят в закрытой посуде.

2.4.2. Приготовление I0% водного раствора уксусной кислоты: в колбу к I0 мл ледяной уксусной кислоты добавляют 90 мл дистиллированной воды.

2.4.3. Приготовление проявляющих реактивов.

Реактив № I - 25 мг бромфенолового синего растворяют в 5 мл ацетона и объем доводят до 50 мл 0,25% раствором азотнокислого серебра/0,I25г азотнокислого серебра растворяют в I5 мл дистиллированной воды и добавляют 35 мл ацетона/. Хранят в закрытой посуде из темного стекла, при температуре + 4 -6°С в течение месяца.

Реактив № 2- 2% раствор лимонной кислоты: 2 г лимонной кислоты растворяют в 98 мл дистиллированной воды. Хранят в закрытой посуде, при температуре + 4-6°С в течение 5-6 дней.

2.4.4. Подготовка колонки для очистки экстрактов анализируемых проб: в нижний конец стеклянной колонки помещают ватный тампон, затем насыпают последовательно натрий сернокислый безводный слоем I см, силикагель АСК - 5-6 см и опять натрий сернокислый безводный -I см.

2.4.5. Отбор проб производят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.79г за № 2051 -79.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Навеску измельченной растительной массы, корне-клубнеплодов - по 10г помещают в колбу с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона, тщательно перемешивают и экстрагируют на аппарате для встряхивания в течение 1 часа. Навеску комбикорма В 10 г экстрагируют ацетоном дважды, порциями по 30 мл, встряхивая по 30 минут.

Ацетоновый экстракт отфильтровывают в чистую колбу через воронку с ватным фильтром. Пробы промывают 10 мл ацетона и пропускают через тот же фильтр. К объединенному экстракту добавляют 20 мл дистиллированной воды, 1 мл уксуснокислого свинца/при исследовании комбикорма 40 мл воды/ и помещают в испаритель бытового холодильника на 1 час/экстракты комбикорма лучше оставлять в испарителе холодильника на ночь/. Охлажденные пробы центрифугируют при 3000 оборотах в минуту в течение 3 минут. Надосадочную жидкость сливают в делительную воронку/при анализ комбикорма после центрифугирования надосадочную жидкость дополнительно фильтруют через воронку с фильтром/. В делительную воронку добавляют 10 мл 10% раствора уксусной кислоты и 60 мл дистиллированной воды/при анализе комбикорма 120 мл дистиллированной воды/. Затем дифос реэкстрагируют из этой смеси гексаном трижды, используя по 15 мл экстрагента. При плохом разделении слоев, в связи с образованием эмульсии, добавляют 5 мл насыщенного раствора сернокислого натрия. Объединенный гексановый экстракт сушат над безводным сернокислым натрием. Концентрирование гексановых экстрактов проводят в вытяжном шкафу при комнатной температуре, до 1-2 мл и пропускают для доочистки через колонку с силикагелем АСК. Выпарительные чашки ополаскивают 2-3 раза 1-2 мл гексана и сливают в ту же колонку. Дифос элюируют 25-30 мл смеси бензол-гексан в соотношении 3:1. Затем бензол -гексановые экстракты концентрируют в вытяжном шкафу при комнатной температуре до объема 0,1 -0,2 мл.

2.5.2. Хроматографирование.

Конечный экстракт наносят на пластинку "Силуфол", на расстоянии 1,5 см от её нижнего края. Слева и справа наносят стандартные растворы с известным количеством дифоса. Диаметр нанесенного пятна не должен превышать 0,5 см.

Пластинку помещают в камеру со смесью диэтилового эфира и н-гексана в соотношении I:2.После того,как фронт растворителя поднимется на высоту I0 см,пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до удаления растворителя.

2.5.3.Проявление.

После испарения подвижных растворителей пластинку опрыскивают бромфеноловым синим с азотнокислым серебром и оставляют на воздухе для подсыхания.Затем пластинку обрабатывают 2% водным раствором лимонной кислоты.Дифос проявляется в виде синих пятен на лимонно-желтом фоне.Величина R_f составляет 0,32.

2.6.Обработка результатов.

Количество дифоса в анализируемом объекте определяют путем сравнения площади и интенсивности окраски пятна пробы и стандартных растворов препарата с использованием формулы:

$$X = \frac{A \cdot I00}{M \cdot K}$$

Где:

X- количество препарата в исследуемом материале мг/кг,мг/л;

A- количество препарата,обнаруженное на пластинке,мкг;

M- масса исследуемой пробы, г или мл;

$\frac{I00}{K}$ -поправка с учетом потерь пестицида в процессе анализа,где K - процент определения препарата - 80 %.

3.Требования безопасности.

Соблюдаются требования безопасности,рекомендуемые при работе с химическими реактивами и фосфорорганическими пестицидами.

4. Разработчики:

старшие научные сотрудники -Малинин О.А.,доктор ветеринарных наук,Шуляк В.Д.,кандидат биологических наук,Ярошенко В.И., кандидат ветеринарных наук,Зайцева Л.Д.,кандидат ветеринарных наук, старший ветврач Ярошенко С.С.

Лаборатория фармакологии с токсикологией УНИИЭВ,г.Харьков

gost.e-ecolog.ru