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

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

Часть VIII

Москва - 1977 г.

gost.e-ecolog.ru

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 УIII

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

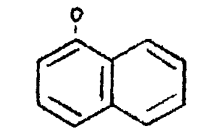
Москва - 1977 г.

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 рапса.

Структурная формула:



Молекулярный вес 271,36.

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

Препарат мало токсичен для теплокровных. $ЛД_{50}$ 5000 мг/кг.

Принцип методы

Метод основан на экстракции препарата из анализируемой пробы органическим растворителем, хроматографировании экстракта в тонком слое окиси алюминия в системе гексан:ацетон:аммиак (10,5:0.8) и обнаружении зоны локализации ДЭПРА проявляющими 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.

х/ И.И.Пиленкова, А.Д.Фатьянова. Уфимский филиал ВНИИ химических средств защиты растений, г.Уфа). Утверждено 20 декабря 1976г., № 1532-76.

Реактивы и растворы

Хлороформ "х.ч." ГОСТ 3160-51
Гексан "х.ч." ГОСТ 3160-51
Ацетон "ч.д.а." ГОСТ 2603-63
Аммиак водный "ч.д.а." ГОСТ 3760-64
Спирт этиловый ТУ 5947-72
Натрий сернокислый безводный "х.ч." ГОСТ 4166-66
Кальций сернокислый "ч.д.а." ГОСТ 3210-46. Сушится при температуре 150°С 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 KJ 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)пропионамида 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 9х12 см
Камера для хроматографирования
Пульверизатор
Эксикатор
Вакуум-насос
Цилиндры мерные
Ступка фарфоровая

Приготовление пластинок с тонким слоем сорбента

На тщательно вымытые и высушенные стеклянные пластинки наносится сорбционная масса из смеси окиси алюминия, гипса и воды. Для приготовления 15 пластинок размером 9х12 см взвешивают 14г смеси алюминия и 2 г сернокислого 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°С. Пластинки хранят в эксикаторе над хлористым кальцием.

Ход анализа.

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

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

Сернокислий 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 сернокислым 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 I см. На расстоянии 2-3 см наносят стандартный раствор ДЭПРА в количестве 5-20 мкг. Хроматографируют пластинку в системе гексан:ацетон:аммиак (I0:5:0.8), подсушивают на воздухе и опрыскивают последовательно проявляющими реактивами № I, № 2, № 3. При наличии в пробе ДЭПРА появляется коричневое пятно, которое сохраняет интенсивность окраски в течение I5-30 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

gost.e-ecolog.ru