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 УП

Москва – 1976 г.

gost.e-ecolog.ru

Определение остаточных количеств севина в молоке и молочных продуктах методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов 104
авторы: Ж.И.Маневич, В.В.Молочников, Н.И.Жаворонков

Колориметрический метод определения севина и I-нафтола в тканях животного происхождения и моче 110
авторы: Н.И.Жаворонков, О.А.Малинин

Определение гербицидов эптама и тиллама в воде,почве,свекле и ее ботве методом газо-жидкостной хроматографии 116
авторы: А.М.Ботвиньева, А.Л.Перцовский

Печатный цех МСХ СССР тираж 2000 экз.заказ № 1184
Л- 87948 от 5.У-76 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ

ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ с ВРЕДИТЕЛЯМИ,

БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

Утверждено

Министерством здравоохранения
СССР

1975 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

Часть УП

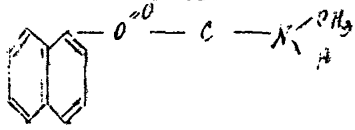
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

Москва - 1976 год

КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕВИНА И I-НАФТОЛА В ТКАНЯХ ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ И МОЧЕ.

Характеристика препарата.

Севин (карбарил, карполин)-I-нафтил- N -метилкарбамат - белые кристаллы с температурой плавления 142°, мол.вес 201,23.



Севин плохо растворяется в воде (менее 0,I%), хорошо - в полярных органических растворителях. В щелочной среде гидролизуется с образованием I-нафтола. Выпускается в виде 50-85% смачивающихся порошков и 5-7,5% дуста.

Принцип метода [x]

а). Метод определения севина в тканях животного происхождения основан на экстрагировании севина и его метаболита I-нафтола из патматериала (органы животных, содержимое желудка и т.д.) бензолом или хлороформом, упаривании последнего током воздуха, переводе сухого остатка в этиловый спирт, в котором севин, гидролизованный щелочью до I-нафтола, сочетается с диазобензосульфокислотой с образованием азокраски красного цвета. Чувствительность метода 0,2 мг/кг. Точность определения 85-90%.

б) Метод определения севина в моче основан на очистке мочи с помощью уксуснокислого свинца и последующей экстракции препарата из фильтрата н-гексаном. Определение севина и продукта его метаболизма I-нафтола производится в спиртовой среде путем реакции сочетания его с диазотированным диметил-п-фенилендиамином.

Чувствительность метода 0,I5-0,20 мг/л или 3 мкг севина в анализируемой пробе.

---

x) Н.И.Хаворонков (Всесоюзный ордена Ленина институт экспериментальной ветеринарии), О.А.Малинин (Украинский научно-исследовательский институт экспериментальной ветеринарии).

Утверждено 22 сентября 197[illegible] г., №I350-75.

Реактивы и оборудование

Бензол

Хлороформ

Сульфаниловая кислота, х.ч.

Соляная кислота

Углекислый натрий

Едкий натрий

Спирт этиловый

н-Гексан

Свинец уксуснокислый средний–20% раствор на дистиллированной воде (или 20% раствор основного уксуснокислого свинца на 10% уксусной кислоте).

Уксусная кислота

Натрий сернокислый безводный, ч.

10% раствор глицерина на этиловом спирте

Калий едкий

Нитрит натрия

0,05% раствор диметил-п-фенилендиамина сернокислого в 1 *N* соляной кислоте (раствор сохраняется в холодильнике при 0–5°С в течение 2–3 дней).

Фотоэлектроколориметр (ФЭК-М, ФЭК-56, другие модели).

Выпаривательные чашки

Химическая посуда (разная).

Приготовление диазотированной сульфаниловой кислоты.

Навеску 4,0 сульфаниловой кислоты растворяют в 60 мл 5% раствора углекислого натрия и прибавляют 2,0 нитрита натрия. Затем смесь охлаждают на льду и в этот раствор медленно– по каплям, вливают 20 мл 20% охлажденной льдом соляной кислоты. Выпавший осадок отфильтровывают, отмывают на фильтре 50–100 мл

этилового спирта и высушивают при комнатной температуре на фильтровальной бумаге до воздушно сухого состояния.

Перед постановкой реакции готовится 0,5% раствор диазобензосульфокислоты в 10% растворе едкого натрия. Реактив пригоден в течение одного дня.

Ход определения

а). Определение севина в тканях животных.

Навеску ткани 10,0 измельчают, помещают в банку с притертой пробкой, заливают 10 мл бензола или хлороформа, перемешивают стеклянной палочкой и ставят в холодильник (при 4°С) для экстракции не менее чем на 12 часов. После этого бензол или хлороформ сливают в фарфоровые чашки и в исследуемый материал снова добавляют 10 мл бензола или хлороформа и экстракцию повторяют в течение 3–4 часов. Затем экстракты объединяют и испаряют досуха током воздуха.

Сухой остаток растворяют 2–3 мл этилового спирта и сливают в пробирку, после этого фарфоровую чашку дополнительно ополаскивают несколько раз небольшими порциями спирта с таким расчетом, чтобы общее количество спирта для растворения остатка составляло 10 мл.

К спиртовому раствору исследуемого материала добавляют 0,05 мл диазобензосульфокислоты в 10% едкого натрия. Пробирку встряхивают, содержимое фильтруют через бумажный фильтр и оставляют в штативе.

Через 30 минут пробы колориметрируют на фотоэлектроколориметре в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 5 мм при длине волны 490 нм (зеленый светофильтр). В качестве контрольной жидкости берут этиловый спирт.

Расчет суммарного количества севина и 1-нафтола проводится по калибровочному графику, построение которого ведется следующим образом: готовятся стандартные растворы севина в этиловом спирте с концентрацией от 0,1 до 20 мкг/мл объемом по 10 мл каждый. В стандартные растворы добавляют 0,05 мл 0,5% диазобензосульфокислоты в 10% растворе едкого натра и через 30 минут колориметрируют в кюветах с расстоянием рабочих граней 5 мм при длине волны 490 нм.

В качестве контроля используют этиловый спирт. На каждую концентрацию делают не менее 3-х изменений. Значение оптической плотности откладывают на оси X, концентрацию на оси У. Поскольку для определения севина и 1-нафтола всегда берется 10,0 ткани, а для колориметрии 10 мл спиртового экстракта, значения мкг/мл по графику соответствуют значениям мг севина и нафтола на 1 кг ткани. Это исключает дополнительные пересчеты.

б). Определение севина в моче.

Кислую мочу разводят 0,25 н уксусной кислотой из расчета 1:1. Щелочную мочу разводят 0,5 н уксусной кислотой из расчета 1:1 (или 1:2 до четко выраженной кислой реакции). Для очистки от балластных веществ к разведенной моче прибавляют раствор уксуснокислого свинца, из расчета 1 мл 20% раствора на каждые 10 мл разведенной мочи. После этого мочу фильтруют через бумажный фильтр. 2,2 мл фильтрата при этом будут соответствовать 1 мл неразведенной мочи взятой для исследований.

Фильтрат, в количестве эквивалентном 10 или 20 мл неразведенной мочи, переносят в делительную воронку емкостью 100-250 мл и трижды экстрагируют н-гексаном, используя при этом каждый раз по 20-30 мл экстрагента. Экстрагент объединяют и осушают путем добавления 1-2 г безводного сернокислого натрия. После этого

н-гексановый экстракт сливают в выпаривательную чашку, а оставшийся осадок дважды промывают н-гексаном, который смывают в ту же выпаривательную чашку.

Выпаривание экстрагента (н-гексана) производят током теплого воздуха. Когда в чашке остается 5-10 мл экстракта, к нему добавляют 0,2 мл 10% раствора глицерина в этиловом спирте. Оставшийся н-гексан осторожно выпаривают, продувая над чашкой слабую струю теплого воздуха.

После выпаривания н-гексана в чашку добавляют 3,0 мл 60% этилового спирта и переносят раствор в колориметрическую пробирку. Чашку второй раз промывают 2,0 мл 60% этилового спирта и сливают его в тую же колориметрическую пробирку. К раствору в колориметрических пробирках (смыв 5 мл 60% этилового спирта) добавляют по 1 мл 10% раствора едкого калия и охлаждают пробы до 0-5°С. К охлажденному раствору в каждую колориметрическую пробирку добавляют по 1 мл диазореактива.

Диазореактив готовится перед употреблением путем смешивания предварительно охлажденных до 0-5° С растворов: 0,05% раствора диметил-п-фенилендиамина сернокислого в 1 *N* соляной кислоте и 2% раствора нитрита натрия из расчета 1:1.

Через 3-5 минут после добавления диазореактива в каждую пробирку добавляют еще по 5,0 мл 60% этилового спирта и пробы помещают в холодильник на 30-60 минут при 0-5°С. Колориметрию проводят против контроля на неспецифический цвет реактивов (60% этиловый спирт, едкий калий и диазореактив в тех же соотношениях и в той же последовательности, что и в опытных пробах, но без севина), при синем светофильтре, в кюветах с рабочей длиной 20 мм. Окраска устойчивая в течение 6-8 часов (Специфическая окраска малиновая).

Количественное определение препарата в пробах производится по калибровочному графику, выведенному с внесением стандартных количеств севина в мочу и последующего анализа ее по описанной методике. Предварительно готовится стандартный раствор севина с содержанием 100 мкг препарата в 1 мл спирта. Из этого стандартного раствора в пробы мочи (10–20 мл) вносят соответственно: 0;2;3; 5;10;20;30 мкг севина. Пробы анализируются по описанной выше схеме. Реакцию ставят 3 раза. Стандартный раствор препарата для этих целей готовят каждый раз отдельно. Полученные данные обобщают и по средним величинам строят калибровочный график. Перерасчет содержания севина в мг на 1 л мочи производят по формуле:

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

где: X–содержание препарата в мг на 1 л мочи
A–содержание препарата в пробе в мкг.
C–количество мочи в мл взятой для анализа.

gost.e-ecolog.ru