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

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

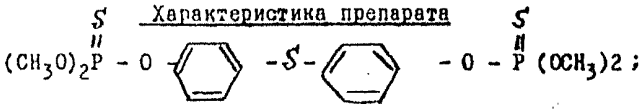
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

Москва - 1976 год

МЕТОДИКА

ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИФОСА (АБАТА) В МЯСЕ, МОЛОКЕ И В ВОДЕ ХРОМАТОГРАФИЕЙ В ТОНКОМ СЛОЕ

Характеристика препарата



Дифос (абат, ОМС -786, АС - 52160) - 0,0,0^{I},0^{I}-тетраметил 0,0^{I} - тиоди - парафенилентиофосфат.

Чистый препарат - белый кристаллический порошок, технический - коричневая вязкая жидкость.

Молекулярный вес 466,4, температура плавления 30^{0} - 30,5^{0}С, $n_{д}^{25}$ - I,586-I,588.

Дифос хорошо растворяется в ацетоне, ацетонитрате, четыреххлористом углероде, эфире, дихлорэтилене, слабее - в щелочных кетонах, толуоле, нерастворим - в гексане, метилциклогексане и в воде.

Принцип метода[x]

Метод основан на экстракции препарата из исследуемой пробы ацетоном, перераспределении в хлороформ с последующим хроматографированием в тонком слое силикагеля. Для хроматографирования используются две системы растворителей: Н-гексан-ацетон в соотношении 5:I и Н-гексан - этилацетат - 3:I.

Для проявления хроматограммы применяют раствор бромфенолового синего и азотнокислого серебра в ацетоне с последующей

---

x Разработан И.П.Бирюковой, Ю.Ф.Моряковым, А.А.Пелоклоновым. Всесоюзный научно-исследовательский институт ветеринарной санитарии.

Утверждено 22 сентября 1975 г., № 1350-75.

обработкой пластинок раствором уксусной кислоты Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен препарата из проб и стандартных растворов.

Чувствительность метода I мкг дифоса в пробе, что соответствует 0,I мг/кг для молока и мяса и 0,005 мг/л для воды.

Приборы и посуда

Стеклянные пластинки для хроматографирования, размером I3xI8мм или пластинки марки Silufol UV 254

Делительные воронки на 250 мл

Воронки конические

Бюксы на I00- 200 мл

Цилиндры мерные

Микропипетки

Пульверизаторы

Фильтры бумажные обеззоленные

Прибор для отгонки растворителей

Камеры хроматографические

Реактивы

Ацетон Х.Ч.

Хлороформ Х.Ч.

Н-гексан

Этиловый эфир уксусной кислоты Х.Ч.

Уксусная кислота Х.Ч.

Силикагель марки КСК или ШСК очищенный

Гипс медицинский

Натрий сернокислый, безводный

Бромфеноловый синий.

азотнокислое серебро Х.Ч.

Проявляющий реактив: 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 1%-ным раствором азотнокислого серебра в водном ацетоне (ацетон-вода 3:1)

Стандартный раствор дифоса в ацетоне с содержанием 100 мкг/мл препарата.

Приготовление пластинок с тонким слоем сорбента

Стеклянные пластинки тщательно моют раствором соды, хромовой смесью, водой. Споласкивают дистиллированной водой и сушат на подставке в вертикальном положении. Перед нанесением сорбента пластинки протирают спиртово-эфирной смесью.

Для приготовления сорбента берут 30 г силикагеля, 2 г гипса и 95 мл воды. Смесь тщательно перемешивают, наносят по 2 чайные ложки на пластинку и легким покачиванием равномерно распределяют по всей поверхности пластинки. Пластинки сушат 12 часов при комнатной температуре и 1 час в сушильном шкафу при 130 °С.

Хранят пластинки в эксикаторе. Лучше использовать готовые пластинки марки Silufol UV_{254} (Силуфол $УФ_{254}$) размером 15 х 15.

Описание определения

1. Определение дифоса в мясе.

Отвешивают 10 г мяса, добавляют 5 мл ацетона и тщательно измельчают, добавляют к пробе еще 15 мл ацетона и оставляют на 1 час для экстрагирования препарата. Затем приливают 8 мл воды и экстрагируют еще 30 минут.

После экстракции препарата пробы помещают в коробильную

камеру на 30–40 минут.

Экстракты отфильтровывают в чистый бюкс, ацетон выпаривают, а водный остаток 4 раза экстрагируют хлороформом в делительной воронке, приливая каждый раз по 15 мл хлороформа. Экстракты сушат безводным сульфатом натрия (15 г), фильтруют и выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют 0,5 мл ацетона, выпаривают до объема 0,1 мл и наносят на хроматографическую пластинку. Бюкс споласкивают еще дважды ацетоном по 0,1 мл и также наносят на пластинку.

Нанесение пробы производят на расстоянии 1,5 см от нижнего горизонтального края и 3,5 см от вертикального края. Размер нанесенного пятна не должен превышать 0,5 см.

Для разделения препарата используют двухмерную хроматографию. Сначала пластинку помещают горизонтально в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь ацетона и гексана (1:5). После того, как фронт растворителя поднимется на всю высоту пластинки, ее вынимают из камеры и сушат на воздухе. После испарения растворителя слева от пятна, нанесенного из пробы, на расстоянии 0,5 см наносят стандартный раствор препарата. Пластинку помещают в другую камеру со смесью растворителей гексан-этилацетат (3:1). После того, как фронт растворителя поднимется на высоту 13 см, пластинку вынимают и сушат. После испарения растворителя пластинку опрыскивают проявляющим реактивом и помещают на 5 минут в сушильный шкаф при температуре 30°С. Затем пластинку опрыскивают 5% раствором уксусной кислоты. Дифос проявляется в виде синих пятен в светло-желтом фоне. Величина R_f в случае использования стеклянных пластинок 0,54, а в случае использования пластинок

марки Силуфол UV_{254} - 0,3I.

2. Определение дифоса в молоке.

Берут IO мл молока добавляют 20 мл ацетона и оставляют на I час для экстрагирования препарата. Экстракт отфильтровывают в чистый бюкс. В дальнейшем определение проводят также, как и с пробами мяса.

3. Определение дифоса в воде.

Для анализа берут 200 мл воды и экстрагируют в делительной воронке 50 мл хлороформа. Нижний хлороформенный слой сливают в чистый бюкс. Экстракцию повторяют еще дважды. Хлороформенные экстракты объединяют, сушат безводным сульфатом натрия(I5 г) и выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют 0,5 мл ацетона, выпаривают до объема 0,I мл и наносят на пластинку. Пластинку помещают вертикально в камеру со смесью этилацетат-гексан (I:3). Проявление проводят также, как и с пробами мяса.

Расчет количества препарата проводят по формуле

$X = \frac{A}{B}$ (мг/кг, мг/л), где

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

A - количество препарата, выделенное из пробы(мкг)

B - навеска исследуемой пробы(г, мл).

Процент определения препарата около 90%.

gost.e-ecolog.ru