Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

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

Сборник № 22
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
" 29 " июля 1991г.

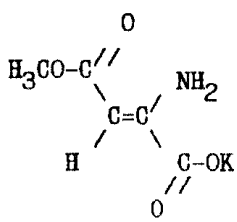
№ 6271-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ КУМАФУРИЛА (ФУМАРАНА) В ВОДЕ И ПОЧВЕ

1. Краткая характеристика препарата

Кумафурил (фумаран) - регулятор роста растений широкого спектра действия.

Химическое название: калиевая соль Z- изомера α- амино- β-метоксикарбонилакриловой кислоты



$C_5H_6NO_4K$

Мол.масса 183,21

Белое кристаллическое вещество с $T_{пл.}$ 239-240° С. Растворимо в воде, метаноле, этаноле. Нерастворимо в хлороформе, эфире, бензоле, гексане.

Острая токсичность для теплокровных: $ЛД_{50}$ для крыс при внутрижелудочном воздействии свыше 8 000 мг/кг. Канцерогенное и мутагенное действие у препарата не обнаружено.

МДУ в продуктах питания, ПДК в воде и почве не установлены.

2. Методика определения "Фумарана" в воде и почве методом фотоколориметрии

Разработчики: Просяник А.В., Алексеенко Т.А., Кольцов Н.Ю., Днепропетровский химико-технологический институт.

2.1. Основные положения

2.1.1.Метод основан на фотоколориметрическом определении продукта гидролиза препарата в виде окрашенного комплекса с хлорным железом.Определение проводится на фотоэлектрическом колориметре-нефелометре ФЭК-56М с использованием светофильтра с максимумом пропускания 440±5 нм.

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Анализируемая проба	Предел обнаружения, мг/л,(мг/кг)	Среднее значение опред.,%	Стандартное отклонение,%	Относ. стандартн. откл.,%	Доверительный интервал, P=0,95 n=5
Вода	0,5	94,2	7,3	0,08	±7.9
Почва	1,0	86,7	14,6	0,12	±9,3

2.2.Реактивы и материалы

Железо треххлористое 6-водное "ч"-ГОСТ 4147-74.

Активированный уголь марки ОУ-А.

Вода дистиллированная.

Стандартный раствор Кумафурила в дист. воде (1мг/мл).

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Колориметр - нефелометр фотоэлектрический ФЭК-56М ТУ3-3.919-74.

Вакуумный испаритель,ТУ 25-11-917-76.

Термостат,ТУ-64-1-14 11-72.

Колбы мерные на 10 мл и на 100 мл,ГОСТ 1770-74.

Пипетки на 2 мл,ГОСТ 20292-74.

Воронки химические,диаметр 60 мм,ГОСТ 25336-82.

Колба Бунзена, ГОСТ 25336-82,вместимостью 500 мл.

Воронка Бюхнера,диаметр 13 см,ГОСТ 25336-82.

Колбы конические плоскодонные , ГОСТ 25336-82, на 50 мл.

Мерный цилиндр на 10 мл,ГОСТ 1770-74.

Фильтры бумажные.

Коническая колба, ГОСТ 25336-82,вместимостью 1000 мл.

2.4.Подготовка к определению

Отбор проб.

Отбор проб производится в соответствии с"Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и обьектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" утвержденными Минздравом СССР 21 августа 1979 года № 2051-79.

2.5.Проведение определения

2.5.1. Построение градуировочного графика

Из стандартного раствора Кумафурила готовят растворы с содержанием препарата от 0,2 до 10 мг в 5 мл раствора.В каждый из полученных растворов добавляют по 2 мл 4% раствора хлорного железа, доводят обьем раствора до 10 мл и термостатируют в течение 5 мин при 50° С. Измеряют значение оптической плотности с использованием лампы РН 8-35, светофильтра с максимумом поглощения 440±5 нм и кюветы с рабочей длиной 5,07 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор полученный разбавлением водой 2 мл 4% раствора $FeCl_3$ до 10 мл.

Строят график зависимости оптической плотности (Д) от содержания Кумафурила (m).

2.5.2. Определение Кумафурила (фумарана)

Вода.1000мл пробы упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40°С до обьема 10 мл. Остаток переносят в коническую колбу на 50 мл и кипятят 1-2 мин с 0,1 г активированного угля,фильтруют,осадок промывают 2 мл дистиллированной воды,обьем раствора дово-

дят до 16 мл половину (8 мл) этого раствора доводят водой до 10 мл и измеряют значение оптической плотности ($Д'$).В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. К оставшимся 8 мл р-ра добавляют 2 мл 4% раствора хлорного железа, термостатируют и измеряют значение оптической плотности ($Д''$) используя в качестве раствора сравнения,раствор применявшийся при построении градуировочного графика.

Почва. 500 г почвы помещают в коническую колбу на 1000 мл и встряхивают с 300 мл воды, фильтруют на воронке Бюхнера.Операцию повторяют еще два раза.Фильтраты объединяют.Дальнейшее определение содержания кумафурила проводят,как описано в разделе для воды.

2.5.3.Обработка результатов

Определение содержания кумафурила в рабочем объеме раствора проводят по градуировочному графику с использованием коррелированного значения оптической плотности ($Д_{кор.}=Д'' - Д'$).Расчет содержания препарата в воде и почве проводят по формуле:

$$C=\frac{1000}{X} \cdot 2\ m\ ,$$ где

C-содержание препарата в пробе,мг/кг (мг/л);

X-масса (объем) пробы почвы (воды),г(мл);

m-количество препарата,найденное в рабочем растворе,мг.

3.Техника безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с токсическими препаратами и электроприборами.

gost.e-ecolog.ru