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

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,
болезнями растений и сорняками

Москва — 1987 г.

gost.e-ecolog.ru

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

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии, болезнями растений и сорняками

Москва- 1987 г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических нормативов.

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

Методические указания согласованы и одобрены Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

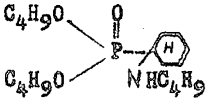
Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председателя), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук, Г.А.Хохолькова, А.М.Шмигидина.

"УТВЕРЖДАЮ"
ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО САНИТАРНОГО ВРАЧА СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО
"27" 04 1984 г.
№ 3015-84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ТРАКЕФОНА МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В ВОДЕ И КАРТОФЕЛЕ

I. Краткая характеристика препарата

Тракефон (бумпнафос) – активное вещество О,О-дибутил-I-бутиламиноциклогексанфосфонат



Мол.масса 347,48

Маслянистая жидкость от желтоватого до коричневого цвета, нерастворим в воде, растворим в ацетоне, метаноле, хлористом метилене, ксилоле. $ЛД_{50}$ – 3570 мг/кг (40% препарат).

2. Методика определения тракефона методом тонкослойной хроматографии в воде и картофеле.

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Метод основан на определении тракефона тонкослойной хроматографией после извлечения препарата органическими растворителями.

2.I.2. Метрологическая характеристика.

Предел обнаружения в хроматографируемом объеме – 5 мкг. Среднее значение определения: для воды -I5,9%; для картофеля- I8,8%. Предел обнаружения: в воде -0,2 мг/л, в картофеле - 0,4 мг/кг. Диапазон измеряемых концентраций: 0,2-0,8 мг/л; 0,4-I,0 мг/кг.

2.2 Реактивы и растворы

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74
Метилен хлористый, ТУ-6-09-3716-80, х.ч.
Сульфат натрия безводный, ч., ГОСТ 4166-76

Нитрат висмута основной, ч., ГОСТ 4110-75
Иодид калия, х.ч., ГОСТ 4232-79
Винная кислота, ч., ГОСТ 5817-77
Сульфат кальция, ч.д.а., ГОСТ 3210-77
Нингидрин, х.ч.,
Этиловый спирт, ТУ 6-09-17-10-77
Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-81
Ледяная уксусная кислота, ГОСТ 18290-80
Силикагель КСК или Силикагель $ЛС_{5/40}$ (Chemapol)
Проявляющие реагенты:
1. Реактив Драгендорфа. Готовят раствор А – 1,7 г основного нитрата висмута растворяют в 80 мл дистиллированной воды и добавляют 20 г винной кислоты.
Раствор Б – 16 г иодида калия растворяют в 40 мл дистиллированной воды. Раствор А и Б смешивают в равных объемах. При хранении в темном прохладном месте раствор отоек в течение года.
Рабочий раствор: Для обработки 1 пластинки отбирают 1 мл основного раствора, прибавляют 2 г винной кислоты и разбавляют 10 мл дистиллированной воды.
2. 0,25% раствор нингидрина в спирте.
Раствор для проявления хроматорграмм. Для обработки 1 пластинки смешивают 10 мл 0,25% раствора нингидрина с 1 мл ледяной уксусной кислоты.
Стандартный раствор тракефона, содержащий 100 мкг/мл вещества готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе с притертой пробкой в 100 мл ацетона. Хранят в холодильнике не более 2 месяцев.
2.3 Приборы и посуда
Прибор для отгонки растворителей (ротационный вакуумный испаритель) ТУ 25-11-947-76
Колбы конические со шлифами на 250-500 мл, ГОСТ 10394-72
Колбы круглодонные на 100 мл, ГОСТ 10394-76
Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74
Делительные воронки на 0,5-1 л, ГОСТ 8613-75
Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-74
Пульверизаторы, ГОСТ 19391-74
Пипетки на 0,1мл и 1 мл, ГОСТ 20292-74
Цилиндры мерные на 50-100 мл, ГОСТ 1770-74
Пластинки стеклянные 90×120 мм

Приготовление пластинок: 14 г силикагеля КСК смешивают с 1 г гипса, тщательно растирают , добавляют 40 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают. Полученную однородную массу наносят на 6-7 предварительно обезжиренных стеклянных пластинок.

2.4. Отбор, хранение и доставка проб.

Отбор проб производится 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 №2051-79 от 21.08.79. Анализ необходимо выполнять в течение 2 часов после отбора пробы.

2.5 Проведение определения.

2.5.1. Экстракция.

Вода. 500 мл пробы помещают в делительную воронку и экстрагируют тракефон трижды по 50, 50 и 25 мл хлороформа в течение часа. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия (10 г), упаривают растворитель до 0,2-0,3 мл при температуре бани не выше 40°С по вакуумом. Досуха упаривают на воздухе.

Картофель. 50 г вымытого картофеля измельчают и заливают 50 мл хлористого метилена и оставляют на ночь. Декантируют растворитель , пробу еще дважды заливают хлористым метиленом по 25 мл, встряхивают в течение 30 минут и декантируют. Объединенный экстракт фильтруют через безводный сульфат натрия (10 г)в колбу ротационного испарителя. Отгоняют растворитель под вакуумом при температуре бани не выше 40°С до объема 0,2-0,3 мл. Досуха упаривают на воздухе.

2.5.2. Определение методом ТСХ.

Пробу смывают 1 мл хлористого метилена и количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки. Колбу с экстрактом 2-3 раза смывают небольшими порциями хлористого метилена и также наносят в центр пятна. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы пестицида, содержащие 5,10 и15 мкг препарата. Пластинку с нанесенными пробами помещают в хроматографическую, в которую за 30 минут до хроматографирования налита

смесь бензол-хлороформ-ацетон (15:15:3). После поднятия фронта подвижного растворителя на 10 см, пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. После этого пластинку обрабатывают из пульверизатора одним из проявляющих реактивов.

1. Рабочим раствором Драгендорфа (11 мл для одной пластинки). Тракефон проявляется в виде желто-коричневого пятна на светлом фоне (пятна устойчивы в течение 10 минут). R_f=0,58±0,02

2. Раствором нингидрина до влажного состояния и помещают в сушильный шкаф с температурой 110°С на 10 минут. Тракефон проявляется в виде розовых пятен на белом фоне.

Количественное определение тракефона проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерении площади пятна пробы и того стандартного раствора, площадь которого наиболее близка по величине к площади пятна пробы. Если содержание препарата в пробе превышает верхнюю границу диапазона (25 мкг), то для нанесения на пластинку необходимо брать аликвотную часть экстракта (0,1-0,2 мл) параллельной пробы.

Концентрацию тракефона в исследуемом образце вычиляют по формуле.

$$X = 1{,}3 \cdot \frac{A}{P}$$ мг/кг (мг/л), где:

X - содержание тракефона в пробе, мг/кг (мг/л);

A - количество препарата, найденное на хроматограмме при сравнении со стандартами, мкг;

P - масса или объем пробы, г (мл);

1,3 - поправочный коэффициент.

2.7 Техника безопасности.

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

3. Методика разработана З.А.Лейка, Д.Б.Гиренко (ВНИИГИНТОКС, КИЕВ)

gost.e-ecolog.ru