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.

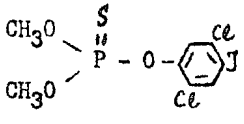
"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
"27" апреля 1984 г.
№ 3013-84

ВРЕМЕННЫЕ
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИОДОФОСА В ПОЧВЕ

Дополнение к "Методическим указаниям по определению иодофоса в капусте и ягодах хроматографическим методом", утвержденных Министерством здравоохранения СССР за № 2419-81 от 6.08.1981 г.

I. Характеристика действующего вещества

О,О-Диметил-О-(2,5-дихлор-4-иодфенил)-тиофосфат.



$C_8H_8O_3PSCl_2I$

Молекулярная масса 412,95

Иодфенфос, препарат С-9491, нуванол-Н

Иодофос - бесцветное кристаллическое вещество со слабым запахом. Температура плавления 74°С. Давление пара 8.10^{-7} мм Hg (при 20°С). Летучесть 0,0194 мг/м^3 при 20°С. Относительно стоек в слабокислой среде, нейтральной и слабощелочной, нестоек в кислой и щелочной средах. Растворимость в воде 0,2 мг/100 мл. Хорошо растворим в органических растворителях (хлороформе, ацетоне, эфире, ароматических углеводородах и др.).

Препарат малотоксичен для теплокровных. $ЛД_{50}$ для крыс (орально) 2100 мг/кг.

2. Методика определения подофоса методом тонкослойной хроматографии

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на хроматографии в тонком слое окиси алюминия или на пластинках "Silufol" после экстракции подофоса смесью органических растворителей Н-гексан -ацетон и очистки экстракта.

Подвижным растворителем служит смесь н-гексана с ацетоном в соотношении (9:1).

Проявление хроматограмм осуществляют двумя способами: I - раствором бромфенолового синего и азотнокислого серебра в ацетоне с последующим обесцвечиванием фона уксусной или лимонной кислотой, II - раствором азотнокислого серебра в ацетоне с последующим облучением пластинки ультрафиолетовым светом.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций 1-10 мкг.

Предел обнаружения 1,0 мкг, что соответствует в почве 0,04 мг/кг.

Размах варьирования - 105 ± 85 = 20%

Среднее значение определения стандартных количеств пестицида 92,8%.

Стандартное отклонение - 14,6%

Относительное стандартное отклонение - 0,16.

Доверительный интервал среднего при $p=0,95$ и $n=5$, 92,8±10,1

2.I.3. Избирательность метода

Метод специфичен в присутствии хлорофоса, карбофоса, сайфоса, антио и ТМТД.

2.2. Реактивы и материалы

Н-гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78
Ацетон осч, ТУ 6-09-3513-75
Натрий сернокислый безводный хч, ГОСТ 4166-76
Бромфеноловый синий (индикатор), ТУ 6-09-1058-76
Уксусная кислота, хч, ГОСТ 18270-72, прод. 81,5%-ная
Лимонная кислота, хч, ГОСТ 3652-79 , 2% раствор
Аммиак водный 25%-ный, ГОСТ 3760-79
Азотнокислое серебро, хч, ГОСТ 1277-75
Окись алюминия для хроматографии II степени активности, ТУ 6-09-3916-75
Кальций сернокислый, чда, 2-водный, ГОСТ 3210-77, прокаленный при 160°С в течение 6 часов
Силикагель марки КСК, ТУ 6-09-2523-72, раздробленный и просеянный через сито 100 меш или силикагель ЛС/40, ЧССР

2.3. Приборы и посуда

Ротационный испаритель с набором колб ИР-1М, ТУ 25-11-917-76
Аппарат для встряхивания жидкостей, ТУ 64-1-1081-73
Весы аналитические ВПА-200 М, ТУ 64-1-1081-73
Сушильный шкаф , ТУ 64-1-1411-76
Вентилятор
Камера для хроматографирования 20х15х15 см, ГОСТ 10565-74
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74
Эксикатор, ГОСТ 6371-73

Микрошприцы для нанесения стандартного раствора и проб, ГОСТ 1770-74

Цилиндр мерный емк. 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы мерные емкостью 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы плоскодонные с притертыми пробками 350-500 мл,

Воронки химические диаметром 9 см, ГОСТ 8613-75

Чашки Петри,

Химические стаканы на 50 мл, или бюксы, ГОСТ 10394-72

Пластинки для хроматографии (9х12 см)

Хроматографические пластинки "Silufol" UV -254, ЧССР

Миллиметровая бумага, пропитанная вазелиновым маслом

Лампа кварцевая ПРК-4 или ПРК-7.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб для определения микроколичеств пестицидов в сельско-хозяйственной продукции, продуктах питания и объектах окружающей среды," № 2051-79 (Москва, 1980г.)

2.4.2. Приготовление растворов

Проявляющие реагенты:

I - 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 0,5%-ным раствором азотнокислого серебра в водном ацетоне (3 ч. ацетона, 1 ч. воды).

II - 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дист. воды, добавляют 2,5 мл 25%-ного аммиака и доводят до 100 мл ацетоном.

Стандартный раствор иодофоса в эфире. Готовят раствор с содержанием препарата 100 мкг/мл. 10 мг иодофоса, х.ч., растворяют в мерной колбе на 100 мл в эфире. Хранить необходимо в

затемненном месте, на колоде, не более двух недель.

2.4.3. Приготовление хроматографических пластинок

Хроматографические пластинки с окисью алюминия. 50 г. окиси алюминия для хроматографии и 5 г сернокислого кальция тщательно смешивают в фарфоровой ступке, переносят в коническую колбу с притертой пробкой, приливают 75 мл дистиллированной воды, встряхивают в течение 15 мин. Примерно 10 г сорбционной массы наносят на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Сушат при комнатной температуре в течение 12 ч и хранят в эксикаторе.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция

25 г почвы, растертой и просеянной через сито с размером отверстий 1 мм, помещают в коническую колбу с притертой пробкой, приливают 50 мл смеси н-гексана с ацетоном (4:1) и экстрагируют встряхивая 30 мин. на аппарате для встряхивания. Экстракт фильтруют в круглодонную колбу на 250 мл через воронку с безводным сульфатом натрия. Повторяют экстракцию еще два раза. После третьей экстракции колбу с почвой и сульфат натрия на воронке промывают смесью н-гексана с ацетоном, фильтруя ее в ту же круглодонную колбу. Экстракт отгоняют либо на ротационном испарителе (t бани 45-50°С) до 1-2 мл; либо в токе воздуха, налитый его в чашки Петри и испаряя при помощи вентилятора в вытяжном шкафу.

2.5.2. Очистка экстракта

Сконцентрированный остаток количественно переносят в бюкс или стаканчик и добавляют 200 мг окиси алюминия и 200 мг силикагеля КСК, хорошо перемешивают. Растворитель выпаривают под тягой вытяжного шкафа. Иодофос вымывают из сухого остатка эфиром. Для этого к сухому остатку в стаканчик приливают 3-5 мл эфира и перемешивают стеклянной палочкой I минуту. Надосадочную жидкость отфильтровывают через воронку со слоем безводного сернокислого натрия в маленький бюкс. Остаток в стаканчике и фильтр промывают еще два раза, используя каждый раз по 2 мл эфира. Объединенный, очищенный экстракт концентрируют при комнатной температуре до - I мл.

2.5.3. Условия хроматографирования

Сконцентрированную пробу количественно наносят на хроматографическую пластинку "Silufol" или -с окисью алюминия, на расстоянии I,5 см от края в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал одного сантиметра. Расстояние одной пробы от другой I,5-2 см.

На ту же пластинку наносят стандартный раствор иодофоса, содержащий 5 и I0 мкг препарата.

Хроматограмму развивают в подвижной фазе н-гексан-ацетон (9:I). После подъема фронта подвижной фазы на I0 см от линии старта пластинку вынимают и сушат при комнатной температуре в вытяжном шкафу до испарения растворителя. Операцию повторяют вторично, после чего хроматограмму обрабатывают из пульверизатора проявляющим реагентом - I или II. При проявлении пластинки

реагентом I, пластинку помещают в сушильный шкаф на 10 мин. при 37°С, после чего опрыскивают 5%-ным раствором уксусной кислоты или 2%-ным раствором лимонной кислоты для удаления мешающего фона. На желтоватом фоне пластинки подофос проявляется в виде темносинего пятна.

При применении проявляющего реагента II пластинку облучают ультрафиолетовым светом в течение 15–20 мин. Зоны локализации препарата обнаруживаются в виде черных пятен. Величина R_f на пластике "Silufol" – $0,48 \pm 0,02$, на окиси алюминия – $0,70 \pm 0,03$

2.5.4. Обработка результатов анализа

Количественное определение подофоса проводят путем сравнения размера пятен проб с пятнами стандартных растворов. Площадь пятен измеряют планиметром или с помощью прозрачной миллиметровой бумаги.

Пропорциональная зависимость между площадью пятна и концентрацией препарата наблюдается до 10 мкг. При большем содержании препарата на пластинку наносят часть экстракта.

Содержание остатков препарата в анализируемой пробе вычисляют как среднее из двух параллельных определений.

Количество подофоса (х) в мг/кг рассчитывают по формуле.

$$X = \frac{A \cdot S_2}{p \cdot S_1}, \text{ где:}$$

A – количество вещества в хроматографируемом объеме стандартного раствора, мкг;

S_1 – площадь пятна стандартного раствора на хроматограмме, $мм^2$;

S_2 – площадь пятна пробы на хроматограмме, $мм^2$;

p – масса исследуемой пробы, г.

3. Требования безопасности

Соблюдать требования безопастности обычно рекомендуемые для работы с органическими растворителями, УФ - светом.

4. Настоящие методические указания разработаны к.б.н. Чапкявичене В.С., Гелажите И.,НИИ Эпидемиологии, микробиологии и гигиены Минздрава Литовской ССР, г. Вильнюс)

gost.e-ecolog.ru