

**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**

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, популяционно-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 истекает одновременно 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. Калашникова (зам. председателя),  
М. А. Клисанко (председатель), Г. Н. Кароткова, В. Б. Кривачук,  
Г. А. Хохолькова, А. М. Шмидтина.

## "УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государствен-  
ного санитарного врача СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

" 27 " апреля 1984 г.

№ 3013-84

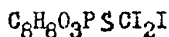
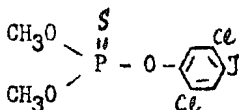
## ВРЕМЕННЫЕ

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.



Молекулярная масса  
412,95

Иодфенфос, препарат С-949I, нуванол-И

Иодофос - бесцветное кристаллическое вещество со слабым запа-  
хом. Температура плавления 74°C. Давление пара  $8 \cdot 10^{-7}$  мм Hg  
(при 20°C). Летучесть 0,0194 мг/м<sup>3</sup> при 20°C. Относительно стоек  
в слабокислой среде, нейтральной и слабощелочной, нестойк в кис-  
лой и щелочной средах. Растворимость в воде 0,2 мг/100 мл. Хоро-  
шо растворим в органических растворителях (хлороформе, ацетоне,  
эфире, ароматических углеводородах и др.).

Препарат малотоксичен для теплокровных. LD<sub>50</sub> для крыс (ораль-  
но) 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 окисно-силицированной или на пластинках "Silufol" после экстракции подофоса смесью органических растворителей  $n$ -гексан - ацетон и очистки экстракта.

Подходящими растворителями служат смесь  $n$ -гексана с ацетоном в соотношении (9:1).

Проявление хроматограмм осуществляется двумя способами: I - раствором бромфенолового синего и азотнокислого серебра в ацетоне с последующим облучением флюоресцентным или химическим индикатором, II - раствором азотнокислого серебра в ацетоне с последующим облучением пластинок 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 мкг/кг.

Размах варьирования -  $105 \pm 85 = 20\%$

Среднее значение обнаружения стандартных количеств подофоса 22,63.

Стандартное отклонение - 14,63

Относительное стандартное отклонение - 0,16.

Достоверными критериями среднего при  $p=0,95$  и  $p=0,99$  22,8 и 23,1

### 2.1.3. Восприимчивость метода

Метод специфичен в присутствии хлороформа, карбофоса, сальфоса, анино в ТМД.

### 2.2. Реактивы и материалы

Н-гексан, х. ч., ТУ 6-09-3375-78

Ацетон осч, ТУ 6-09-3513-75

Натрий сернистый 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

Оксид алюминия для хроматографии II степени активности, ТУ 6-09-3916-75

Кальций сернистый, чда, 2-водный, ГОСТ 3210-77, просеянный при 160°C в течение 6 часов

Силикагель марки КСК, ТУ 6-09-2523-72, раздробленный и просеянный через сито 100 меш для силикагель ЛС/40, СССР

### 2.3. Приборы и посуда

Ротационный испаритель с набором колб ИР-1М, ТУ 25-11-917-76

Аппарат для встрикивания 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 20x15x15 см, ГОСТ 10565-74

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Экспикатор, ГОСТ 6371-73

**Микропипетки для наисосемий стандартного раствора**  
и проб, ГОСТ 1770-74

Цилиндр мерный емк. 100 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы мерные емкости 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 биксы, ГОСТ 10394-72

Пластины для хроматографии (9x12 см)

Хроматографические пластины "Silufol" UV -254, СССР

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

затемненном месте, на холоде, не более двух недель.

### 2.4.3. Приготовление хроматографических пластинок

Хроматографические пластинки с окисью алюминия, 50 г. окиси алюминия для хроматографии и 5 г сернистого натрия 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 коническую воронку, с безводным сульфатом натрия. Повторяют экстракцию еще два раза. После третьей экстракции колбу с жидкой и сульфат натрия на вершине промывают смесью н-гексана с ацетоном, фильтруя ее в ту же круглодонную колбу. Экстракт отгоняют либо на ротационном испарителе ( $t$  бани 45–50°C) до 1–2 мл; либо в току воздуха, паливая его в чашки Петри и собирая при помощи реактива для вытяжки эфира.



### 2.5.2. Очистка экстракта

Сконцентрированный остаток количественно переносит в бюкс или стаканчик и добавляют 200 мг окиси алюминия и 200 мг связывателя КСК, хорошо перемешивают. Растворитель выпаривают под тягой вытяжного шкафа. Модофос вымывают из сухого остатка эфиром. Для этого к сухому остатку в стаканчик приливают 3-5 мл эфира и перемешивают стеклянной палочкой 1 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 - 1 мл.

### 2.5.3. Условия хроматографирования

Сконцентрированную пробу количественно наносит на хроматографическую пластинку "Siluol" или -с окисью алюминия, на расстоянии 1,5 см от края в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал одного сантиметра. Расстояние одной проб от другой 1,5-2 см.

На ту же пластинку наносит стандартный раствор модофоса, содержащий 5 и 10 мкг препарата.

Хроматограмму развивают в подвижной фазе н-гексан-ацетон (9:1). После подъема фронта подвижной фазы на 10 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  $37^{\circ}\text{C}$ , после чего опрыскивают 5%-ым раствором уксусной кислоты или 2%-ым раствором лимонной кислоты для удаления маскирующего фона. На контрастном фоне пластины 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 пластине "Silufol" —  $0,48 \pm 0,02$ , на окном алюминия —  $0,70 \pm 0,03$ .

#### 2.5.4. Обработка результатов анализа

Количественное определение подофоса производят путем сравнения размера пятен проб с пятнами стандартных растворов. Площадь пятен измеряют миллиметром или с помощью промасленной 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 (x) в мкг/кг рассчитывают по формуле.

$$x = \frac{A \cdot B_2}{p \cdot B_1} \cdot 1000$$

A — количество вещества в промасленном объеме стандартного раствора, мкг;

$B_1$  — площадь пятна стандартного раствора на хроматограмме, мм<sup>2</sup>;

$B_2$  — площадь пятна пробы на хроматограмме, мм<sup>2</sup>;

p — масса исследуемой пробы, г.

### 3. Требования безопасности

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

### 4. Настоящие методические указания разработаны

к.б.н. Чаплевичене В.С., Гелажте И.МНИИ Вишденнонс-  
тни, микробиологи и гигиени Минздрава Литовской ССР,  
Г. Вильнюс,