

**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 по болезням растений и сорнякам

Москва - 1987 г.

Настоящие методические указания пред назначены для санитарно - эпидемиологических станций и научно - исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрономических, колхозально - зоотехнических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и пищевой среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических нормативов.

Методические указания одобрены 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. Калашник (зам. председателя),
М. А. Кышсанто (председатель), Г. И. Изроткова, В. Е. Кривачук,
Г. А. Лохолько, А. М. Пытгидиши.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

"27" апреля 1984 г.

№ 3013-84

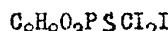
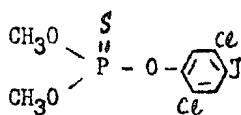
ВРЕМЕННЫЕ

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

0,0-Диметил-0-(2,5-дихлор-4-иодфенил)-тиофосфат.



Молекулярная масса
412,95

Иодфенфос, препарат С-949I, нуванол-II

Иодофос – бесцветное кристаллическое вещество со слабым запахом. Температура плавления 74°C . Давление пара $8 \cdot 10^{-7}$ мм Hg (при 20°C). Летучесть 0,0194 мг/м³ при 20°C . Относительно стоек в слабокислой среде, нейтральной и слабощелочной, нестойк 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. LD₅₀ для крыс (орально) 2100 мг/кг.

**2. Методика определения иодоросса методом
тениссионной хроматографии**

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на хроматографии в тонком слое окиси алюминия или на пластинах "Silufol" после экстракции иодоросса смесь органических растворителей $\text{H}-\text{гексан}$ - ацетон в очистки экстракта.

Подвижным растворителем служит смесь $\text{H}-\text{гексан}$ с ацетоном в соотношении (9:1).

Представление хроматограммы осуществляют двумя способами:
I - раствором бромфенолового синего и азотистокислого серебра в ацетоне с последующим обесцвечиванием фона уксусной или яблочная кислотой, II - раствором азотистокислого серебра в ацетоне с последующим облучением пластины ультрафиолетовым светом.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Динамикой определяемых концентраций 1-10 мкг.

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

Размах измерения - 105 \pm 85 = 20%

Среднее значение определения стандартных количеств иодоросса 92,8%.

Соотношение отклонение - 14,6%

Относительное стандартное отклонение - 0,16.

Доверительный интервал среднего при $p=0,95$ и $n=5$, $2,0 \pm 1,1$.

2.1.3. Избирательность метода

Метод специфичен в присутствии хлорофоса, карбофоса, салофоса, азото в ТМТД.

2.2. Реактивы и материалы

Н-гексан, х. ч., ТУ 6-09-3375-78

Ацетон осн., ТУ 6-09-3513-75

Натрий сернокислый безводный хч., ГОСТ 4166-76

Бромфенололовый спирт (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 I 277-75

Окись алミニния для хроматографии II степени активности, ТУ 6-09-3916-75

Кальций сернокислый, чда, 2-водный, ГОСТ 320-77, проувезенный при 160°C в течение 6 часов

Силикагель марки ИСК, ТУ 6-09-2523-72, раздробленный и просяненный через сито 100 мес для силикагель ЛС/40, ЧССР

2.3. Приборы и посуда

Ротационный испаритель с набором колб ИР-ИИ, ТУ 25-II-917-76

Аппарат для встряхивания ёмкостей, ТУ 64-I-1081-73

Весы аналитические ВЦА-200 М, ТУ 64-I-1081-73

Суммальный цифр., ТУ 64-I-1411-76

Вентилятор

Камера для хроматографирования 20x15x15 см, ГОСТ 10565-74

Шульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Экспандатор, ГОСТ 6371-73

**Направленный для приготовления 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 притертными пробками 350-500 мл,

Воронки химические диаметром 9 см, ГОСТ 8613-75

Чашки Петри,

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

Пластинки для хроматографии (9x12 см)

Хроматографические пластиинки "Silufol" UV -254, ЧССР

Миллиметровая бумага, пропитанная вазелиновым маслом

Лампа квадцевая 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 пестици-
дов 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 йодофосса в эфире. Готовят раствор с
содержанием препарата 100 мкг/мл. 10 мг йодофосса, х.ч., разство-
ряют 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 пластины с сажью аллюминия 50 г. сажи аллюминия для хроматографии и 5 г сернистого 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 сернистой массы накосят на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Сушат при комнатной температуре в течение 12 ч и хранят в экскаторе.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Вытравка

25 г почвы, растертой и просеянной через сито с размером отверстий 1 мм, помещают в коническую колбу с прилипавшей пробкой, приливают 50 мл смеси и-гексана с ацетоном (4:1) и выстрагивают встряхивая 30 мин. на аппарате для встряхивания. Вытравку фильтруют в круглодонную колбу на 250 мл через ваточную воронку, с безводным сульфатом натрия. Повторяют вытравки еще два раза. После третьей вытравки колбу с ваткой и сульфатом натрия на воронке промывают смесью и-гексана с ацетоном, фильтруя ее в ту же круглодонную колбу. Вытравку отгоняют либо на ротационном испарителе (t банн $45-50^{\circ}\text{C}$) до 1-2 мл; либо в токо воздуха, охлаждая его в чашах Петри и покарах 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 салициатной НСК, 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 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 наносят на хроматографическую пластинку "Silicolt" или -с окисью алюминия, на расстоянии 1,5 см от края в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал одного сантиметра. Расстояние одной пробы от другой 1,5-2 см.

На ту же пластинку наносят стандартный раствор иодофоса, содержащий 5 и 10 мкг препарата.

Хроматограмму развивают в подвижной фазе н-гексан-acetон (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 цульверизатора проявляющим реагентом - I или II. При проявлении пластинки

реагентом I, пластины помещают в сушильный шкаф на 10 мин. при 37°C, после чего опрыскивают 5%-ным раствором уксусной кислоты или 2%-ным раствором лимонной кислоты для удаления маскирующего фона. На световатом фоне пластины подсчитываются в виде темносинего пятна.

При применении проявляющего реагента II пластины облучают ультрафиолетовым светом в течение 15-20 мин. Зоны локализации препарата обнаруживаются в виде черных пятен. Величина R_4 на пластике "Silufol" - 0,48±0,02, на окиси алюминия - 0,70±0,03

2.5.4. Обработка результатов анализа

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

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

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

Количество подофоса (x) в мкг/кг рассчитывают по формуле.

$$\frac{A \cdot S_2}{B_1 \cdot S_1} \cdot F_{\text{ДР}} =$$

- A - количество вещества в хроматографическом объеме стандартизированного раствора, мкг;
 B_1 - площадь пятна стандартного раствора на хроматограмме, мм^2 ;
 S_1 - площадь пятна проби на хроматограмме, мм^2 ;
 $F_{\text{ДР}}$ - масса исследуемой пробы, г.

3. Требования безопасности

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

4. Настоящие методические указания разработаны
к.б.н. Чалкияччене В.С., Голахите И.КНИИ Энергетико-
технической и гигиенической Минздрава Литовской ССР,
г. Вильнюс.