

РОСКОММССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XIV-я

Москва - 1984

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

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

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

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

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

Утверждаю:

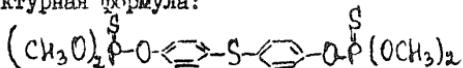
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И.Заиченко" 28 " декабря 1982 г.
№ 2648-82

Методические указания
по определению дифоса/абата/ в продуктах
животного происхождения методом тонко-
слойной хроматографии
/дополнение к № 1350-75 /

I. Характеристика анализируемого пестицида.

Дифос/0,0,0,0°-тетраметил 0,0°-тио-ди(парафенил)ифофосфат/

Структурная формула:

Эмпирическая формула - $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_6\text{P}_2\text{S}_3$

М.н. 466

Синонимы:абат,абат500 Е,абат 4Е,0М §-736.

Химически чистое вещество -белые кристаллы. Технический препарат-коричневая жидкость, содержащая 90-95 % действующего вещества. Препарат не растворим в воде, хорошо растворяется в органических растворителях/ацетоне, гексане, хлороформе, эфире, ацетонитриле/. Устойчив к воздействию слабых щелочей/при pH 8 и температуре 20°С не гидролизуется в течение нескольких недель/. Выпускается в форме 30% к.э. Зарубежный аналог дифоса -абат выпускается в форме 50% к.э. и 25% с.п. Относится к малотоксичным соединениям. LD₅₀ при введении препарата в желудок белых крыс составляет 1360-2300 мг/кг, для белых мышей - 460 мг/кг. Проникает через кожу. Для кроликов при накожном нанесении LD₅₀ 970-1930 мг/кг. Раздражающее действие выражено слабо. Коэффициент кумуляции - 5,7.

Применяется в качестве инсектицида контактно-кишечного действия. Высокоэффективен в борьбе с личинками комаров, мух, а также с вредными насекомыми домашних животных. Эффективен и для защиты сельскохозяйственных культур от вредных клопов, трипсов и других насекомых. ДОК в сахарной свекле, овощах, цитрусовых и хлопковом масле-0,3 мг/кг, в мясе и яйце - 1 мг/кг, в молоке - не опускается.

2. Методика определения дифоса в продуктах животного происхождения методом тонкослойной хроматографии.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении препарата из тканей животного ацетоном, осаждении коэкстрактивных веществ из водно-ацетонового раствора уксусно-кислым свинцом из холода, последующем переконстрагировании дифоса в гексан, хроматографировании на пластинках "Силуфол", в двух системах растворителей :Н-гексан -ацетон и диэтиловый эфир -Н-гексан. Для проявления хроматограмм применяют раствор бромфенолового синего и азотно-кислого серебра с последующей обработкой лимонной кислотой. Количественное определение проводят путем визуального сравнения пятен окраски и размера пятен препарата из анализируемых проб и стандартных растворов.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

- Диапазон определения концентраций 0,2 - 25 мкг дифоса в анализируемой пробе;
- Предел обнаружения - 0,2 мкг или 0,02 - 0,05 мг/кгмг/л;
- Размах варьирования -70-90%;
- Среднее значение определения стандартных количеств дифоса -79,8%;
- Стандартное отклонение -4,8;
- Относительное стандартное отклонение -0,06;
- Доверительный интервал среднего при Р=0,95 и n=10 $79,8 \pm 5,7$.

2.2. Реактивы и материалы.

Ацетон, чда, ГОСТ 2603 - 79;

Н-гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78;

Эфир диэтиловый (для наркоза);

Натрий серно-кислый безводный, чда, ГОСТ 4166-76;

Натрий едкий, хч, ГОСТ 4328-66;

Уксусная кислота (ледяная), чда, ГОСТ 61-69;

Свинец уксусно-кислый или свинец уксусно-кислый основной, чда, ТУ 6-09-4140-76;

Лимонная кислота, чда, ГОСТ 3652-69;

Бромфеноловый синий, чда, ТУ МГ УХП 271-59;

Серебро азотно-кислос, ч, ГОСТ 1277-75;

Дифос - стандартный раствор в ацетоне, содержащий 100 мкг/мл препарата.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда.

Пластинки "Силуфол" производства ЧССР;

Центрифуга лабораторная стационарная ИЛС-3 или аналогичная (объем стаканов 80-100 мл);

Шкаф вытяжной;

Шкаф сушильный;

Апшарат для встряхивания АВУ -I или аналогичный;

Весы технические;

Весы торсионные тип ВТ, ТУ 64-1-900-77 ;

Посуда химическая по ГОСТ 23932-79Е/ колбы конические с притертными пробками - 100 мл; воронки делительные -200 мл; воронки конические 5 см; пробирки мерные - 10 мл; цилиндры - 10, 50, 100 мл; пипетки, микропипетки, стаканы химические;/

Чашки фарфоровые выпарительные диаметр 5-7 см;

Камеры хроматографические;

Камера для опрыскивания хроматограмм;

Опрыскиватели стеклянные;

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Приготовление 20% водного раствора уксуснокислого свинца:

20 г уксуснокислого свинца растворяют в 80 мл дистиллированной воды. При использовании основного уксуснокислого свинца 20 г его растворяют при легком подогревании в 80 мл 5% уксусной кислоты и pH раствора доводят едким натрием до 5,4-5,6. Хранят в закрытой посуде.

2.4.2. Приготовление 10% водного раствора уксусной кислоты.

10 мл ледяной уксусной кислоты смешивают с 90 мл дистиллированной воды.

2.4.3. Приготовление проявляющего реагента:

Реактив I. 25 мг бромфенолового синего растворяют в 5 мл ацетона и объем доводят до 50 мл 0,25 % раствором азотнокислого серебра/0,125 г азотнокислого серебра растворяют в 15 мл дистиллированной воды и добавляют 35 мл ацетона/. Хранят в закрытой посуде из темного стекла при температуре +4-6°C в течение месяца.

Реактив 2. 2% раствор лимонной кислоты. 2г лимонной кислоты растворяют в 98 мл дистиллированной воды. Хранят в закрытой посуде при температуре +4-6°C в течение 5-6 дней.

2.4.4. Отбор проб производят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микролицеств пестицидов" утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21.08.1979 г. за №2051-79.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Навеску мяса, печени, почек, легких, сердца по 10 г, жира 2-3 г измельчают ножницами и помещают в колбу с притертой пробкой, молока берут 10 мл. Пробы заливают 30 мл ацетона, тщательно перемешивают и экстрагируют на аппарате для встряхивания в течение 60 минут. Ацетоновый экстракт фильтруют в чистую колбу через воронку с ватным фильтром. Пробы промывают 10 мл ацетона и пропускают через тот же фильтр. К объединенному ацетоновому экстракту приливают 20 мл дистиллированной воды, 2 мл раствора уксуснокислого свинца и помещают в испаритель холодильника на 1 час. /Экстракты жира лучше составлять в испарителе холодильника на ночь/. После этого содержимое переносят в центрифужные стаканы и центрифугируют на протяжении 3-5 мин. при частоте вращения 3000 мин. ⁻¹ Налосадочную жидкость сливают в чистую делительную воронку. /Если на поверхности экстракта имеются взвешенные частицы его дополнительно фильтруют через воронку с ватным фильтром/. В делительную воронку добавляют 10 мл 10% уксусной кислоты и 60 мл дистиллированной воды. Дирос реэкстрагируют из этой смеси трижды Н-гексаном, используя каждый раз по 10 мл экстракта. При плохом разделении слоев, в связи с образованием эмульсии, добавляют 5 мл насыщенного раствора натрия сернокислого. Объединенные гексановые экстракты сушат над натрием сернокислым безводным в течение 10-15 минут. Упаривание экстракта проводят в вытяжном шкафу при комнатной температуре до объема 0,2-0,3 мл.

2.5.2. Хроматографирование.

Сконцентрированный гексановый экстракт наносят на пластинку "силифол" на расстоянии 1,5 см от нижнего края и 3,5 см от правого вертикального края. Диаметр нанесенного пятна не должен превышать 0,5 см.

Для выявления дифоса используют двухмерную хроматографию. Сначала пластинку помещают в хроматографическую камеру горизонтально/на левый край/, куда наливают смесь ацетона с гексаном/1:5/. После того, как фронт растворителей пройдет всю пластинку её подсушивают на воздухе и данную процедуру повторяют ещё дважды.

Слева от нанесенной пробы наносят на пластинку стакдауртный раствор дифоса. Пластинку помещают в вертикальном положении в камеру со смесью растворителей эфир - Н-гексан/1:2/. Общий объем подвижных растворителей в камере подбирают таким образом, чтобы хроматографические пластинки погружались на 0,4-0,5 см. После того, как фронт растворителей поднимется на высоту 10 см от старта, пластинку вынимают и сушат на воздухе.

2.5.3. Проявление.

После испарения растворителей пластинку опрыскивают бромфеноловым синим с генитоном серебром и помещают на 5 минут в сушильный

шкаф при температуре 30° С. Затем пластинку опрыскивают раствором лимонной кислоты. Дифос проявляется в виде синих пятен на лимонно-желтом фоне. На обработку одной пластиинки расходуют по 3-5 мл проявляющих реагентов. Величина R_f составляет 0,32.

2.6. Обработка результатов.

Количество дифоса в анализируемой объеме определяют путем сравнения площади и интенсивности окраски пятна пробы и стандартных растворов препарата с использованием формулы:

$$X = \frac{A}{M} \cdot L_{25} \cdot \frac{100}{K} \text{ мг/кг или мг/л}$$

где:

Х - количество препарата в исследуемом материале / мг/кг; мг/л /.

А - количество препарата, выявленное на пластиинке /мкг/,

М - масса исследуемой пробы /г, мл/.

Л₂₅ - поправка с учетом потерь пестицида в процессе анализа

3. Требования безопасности.

Соблюдаются требования безопасности, рекомендуемые при работе с химическими реагентами.

Настоящие методические указания составлены по материалам Украинского ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательского института экспериментальной ветеринарии/Шуляк В.Д., Зайцева Л.Д., Малинин О.А. и Ярошенко В.И./

СОДЕРЖАНИЕ

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примисида	8
Алара	13
Бензоилпропиатла и этилового эфира N-3,4-дихлор- фенилаланина	17
Беномида и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбоксима	59
Гидрела	63
ГМК-Na	66
Даконила	70
Диазинона, эптами, гамма-изомера ГХГ, фенмединифама, ленапила, фосфамида и пиразона	77
Дигидрела	89
Дикват	93
Зоокумагина	97
Карбодурана	100
Крочетона	104
Менида и 3-хлор-4-метиленапирина	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака	118
Офунака	124
Пликтрана	128
Ратиндана	132
Раундана	138
Роврала	143
Розалина	148
Синтетических пяретроидов (амбуш, декс, рипкорд, суминидин)	154
Стомпа	161

	стр.
Сумилекса	166
Томилона	173
Триморфамида	180
Фекама-трибуфона	186
Фталана	192
Препарата 242 и металлилхлорида (МХ)	200
Хостаквика	206
Эдила	210
 П. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЬЙ СРЕДЕ	
 Хлорогранические пестициды	
Методические указания по определению остаточных количество гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом	218
 Фосфорогранические пестициды	
Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах животного происхождения методом тонкослойной хроматографии	218
Методические указания по определению метафоса, фосфамида и хлорофоса в сушеных овощах и плодах (картофель, морковь, петрушка, яблоки, груши, слива) методами тонкослойной и газо-жидкостной хроматографии	223
Временные методические указания по определению метилнитрофоса, фенитрооксона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией	241
Методические указания по определению трихлорметафоса- З и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии	252

Автоодержание пестицида	стр.
Методические указания по хроматографическому определению буторакбоксона в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению 1МК-На, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла).	267
Временные методические указания по определению лонтре-ла в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии	275
Временные методические указания по определению павлана методом газо-жидкостной хроматографии в почве, табаке и в табачном дыме	285
Временные методические указания по определению розалина в растительных объектах, воде и почве хромато-спектрофотометрическим методом	296
Методические указания по определению трефлана в воде, почве, томатах и капусте методом УФ-спектро-Фотометрии с использованием тонкослойной хроматографии	305
Методические указания по фотометрическому определению эдина в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинеба в сушених овощах и плодах фотометрическим методом	317
Биопрепараты	
Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирин-диприона на растительных объектах ИФ-методом	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флуоресцентным методом.	331