

ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ 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 биопрепаратов 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. Хохоль-
кова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

Утверждаю:
Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР
А.И.Заиченко

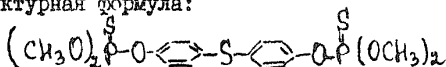
" 28 " декабря 198 ?..г.
№ 2648- 80

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

I. Характеристика анализируемого пестицида.

Дифос/О,О,О',О'-тетраметил О,О',-тио-ди(парафенил)нофосфат/

Структурная формула:



Эмпирическая формула - $C_{16}H_{20}O_6P_2S_3$

М.п. 466

Синонимы: абат, абат500 Е, абат 4Е, ОМ S-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°C не гидролизуются 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, citrusовых и хлопковом масле - 0,3 мг/кг, в мясе и яйце - 1 мг/кг, в молоке - не допускается.

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 уксуснокислым свинцом на холоду, последующем переэкстрагировании дифоса в гексан, хроматографировании на пластинках "силуфол", в двух системах растворителей: I - гексан - ацетон и диэтиловый эфир - II - гексан. Для проявления хроматограмм применяют раствор бромфенолового синего и азотнокислого серебра с последующей обработкой лимонной кислотой. Количественное определение проводят путем визуального сравнения интенсивности 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/кг мт/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 $P=0,95$ и $n=10$ 79,8±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 сернокислый безводный, чда, ГОСТ 4166-76;
- Натрий едкий, хч, ГОСТ 4328-66;
- Уксусная кислота (ледяная), чда, ГОСТ 61-69;
- Свинец уксуснокислый или свинец уксуснокислый основной, чда, ТУ 6-09-4140-76;
- Лимонная кислота, чда, ГОСТ 3652-69;
- Бромфеноловый синий, чда, ТУ МГ УХП 271-59;
- Серебро азотнокислос, 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 статоров 80-100 мл);

Шкаф вытяжной;

Шкаф сушильный;

Аппарат для встряхивания АБУ -I или аналогичный;

Весы технические;

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

Посуда химическая по ГОСТ 23932-79Е/ колбы конические с притертыми 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 дм 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 рН 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 реактива:

Реактив 1. 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 микроколичеств 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. Пробу заливают 30 мл ацетона, тщательно перемешивают и экстрагируют на аппарате для экстрагирования в течение 60 минут. Ацетоновый экстракт фильтруют в чистую колбу через воронку с ватным фильтром. Пробу 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 оставлять 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 Надосадочную 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. Дифос экстрагируют из этой смеси трижды *n*-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 "силуфол" 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 налита 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 стандартный раствор дифоса. Пластинку помещают в вертикальном положении в камеру со смесью растворителей эфир - *n*-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 азотнокислым 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 пластинки расходуют по 3-5 мл проявляющих реактивов. Величина R_f составляет 0,32.

2.6. Обработка результатов.

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

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

где:

X — количество препарата в исследуемом материале / мг/кг; мг/л /.

A — количество препарата, выявленное на пластинке /мкг/.

M — масса исследуемой пробы /г, мл/.

I.25 — поправка с учетом потерь пестицида в процессе анализа

3. Требования безопасности.

Соблюдаются требования безопасности, рекомендуемые при работе с химическими реактивами.

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./

СО Д Е Р Ж А Н И Е

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

	стр.
Агелона и ситрина	3
Актеллика и примипида	8
Алара	13
Бензоилпропэтила и этилового эфира N-3,4- дихлор- фенилаланина	17
Беномила и БМК	22
Бентазона	30
Биоресметрина	35
Болстара	40
Бронокота	48
Бутилкаптакса	52
Бутокарбосима	59
Гидрела	63
ГМК-На	66
Даконила	70
Диазинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, фенмедетифама, ленашила, фосфамида и пиразона	77
Дигидгела	89
Диквата	93
Зоокумапина	97
Карбофурана	100
Крочетона	104
Менида и 3-хлор-4-метиленилина	108
Метазина и компонентов гибридной смеси "карагард"	113
Мятака	118
Офунака	124
Пликтрана	128
Ратпидана	132
Раундана	138
Ровраля	143
Розалина	148
Синтетических пиретроидов (амбуш, депис, рипкорд, сумипридин)	154
Стомпа	161

	стр.
Сумилекса	166
Томиллона	173
Триморфамида	180
Фекама-трибуфона	186
Фталана	192
Препарата 242 . . и металилхлорида (МХ)	200
Хостаквика	206
Эдила	210

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

Хлорорганические пестициды

Методические указания по определению остаточных количеств гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом	213
--	-----

Фосфорорганические 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, фенилтрооксона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией	241
---	-----

Методические указания по определению трихлорметафоса- 3 и его метаболитов в биоматериале методом газо- жидкостной хроматографии	252
---	-----

Азотодержащие пестициды

стр.

Методические указания по хроматографическому определению бутаракбоксима в почве, воде и растительном материале	260
Методические указания по определению ИМК-На, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла)	267
Временные методические указания по определению лонтрела в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии	275
Временные методические указания по определению паврлана 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-спектрофотометрии с использованием тонкослойной хроматографии	305
Методические указания по фотометрическому определению эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинабеа в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом	317

Биопрепараты

Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирия-диприона на растительных объектах ИФ-методом	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирия-КШ на растительных объектах иммуно-флюоресцентным методом	331