

**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**

Часть 17-я

**Данные методики апробированы и рекомендованы в
качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками**

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.Заченко

№ 22 мая 1985 г.

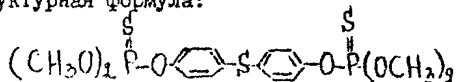
№ 3886-86

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ДИФССА/АБАТА/ В ПРОДУКТАХ РАСТЕНИЕВОДСТВА
МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ
/ дополнение к № 1350-75 от 22.09.75г./

I. Характеристика анализируемого пестицида.

Бис(О,О-Диметилтиофосфорил-О-фенил-4)сульфид

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_{16} H_{20} O_6 P_2 S_3$

Молекулярная масса - 466

Синонимы: абат, абат 500 Е, абат 4 Е, СМЗ-786

Химически чистое вещество - белые кристаллы. Технический препарат - коричневая жидкость, содержащая 90-95% действующего вещества. Препарат нерастворим в воде, хорошо растворяется в органических растворителях /ацетоне, гексане, хлороформе, эфире, ацетонитриле/. Устойчив к воздействию слабых щелочей /при рН 8 и температуре 20°C не гидролизуются в течение нескольких недель/. Выпускается в форме 30% к.э. Зарубежный аналог дифсса - абат выпускается в виде 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 кроляков при каком-либо нанесении LD₅₀ - 970-1030 мг/кг. Газофракционное действие выражено слабо. Коэффициент кумуляции - 5,7. Является инсектицидом контактно-кишечного действия. Эффективен в борьбе с личинками комаров, мух, вредными насекомыми домашних животных, при защите сельскохозяйственных культур от клопов, трипсов и других насекомых.

мду в сахарной свекле, овощах, цитрусовых и хлопковом масле -0,3 мг/кг, в мясе, яйце - 1 мг/кг, в молоке - не допускается. ПДК в кормах для сельскохозяйственных животных на откорме -0,25 мг/кг, лактирующих животных - не допускается.

2. Методика определения диоксида в продуктах растениеводства методом тонкослойной хроматографии.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принципы метода.

Метод основан на экстракции препарата из анализируемого объекта ацетоном, осаждении коэкстрактивных веществ из водно-ацетонового раствора уксуснокислым свинцом на холоду, переэкстрагирования диоксида в гексан, дополнительной очистке экстракта на колонке с силикагелем АСК, элюирования пестицида смесью бензола с гексаном, хроматографирования на пластинках "Силуфол" и пропеления азотнокислым серебром с бромфеноловым синим.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

- Диапазон определяемых концентраций пестицида в анализируемой пробе - 0,2 - 25 мкг.

- Предел обнаружения -0,2 мкг в пробе или 0,02 мг/кг.

- Размах варьирования -70-90%.

- Среднее значение определения стандартных количеств - 79,8%.

- Стандартное отклонение - 11,6.

- Относительное стандартное отклонение - 0,27.

- Доверительный интервал среднего при $P=0,95$ и $n = 10$ - $79,8 \pm 1,49$

2.2. Реактивы.

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-81.

Бромфеноловый синий, чда, ТУ 6-09-1058-76.

Н-гексан, хч, ТУ 6-09-3375-78.

Кислота уксусная, ледяная, хч, ГОСТ 18290-72.

Кислота лимонная, чда, ГОСТ 3652-74.

Натрий сернокислый безводный, чда, ГОСТ 4166-76.

Натр едкий, хч, ГОСТ 4328-77.

Свинец уксуснокислый или свинец уксуснокислый основной, чда ТУ 6-09-4140-75

Серебро азотнокислое, ч, ГОСТ 1277-75.

Силикагель АСК, ГОСТ 3956-76

Эфир диэтиловый ГОСТ 6262-79.

Диоксид стандартный раствор в ацетоне, содержащий 100 мкг/мл препарата

2.3. Приборы, аппаратура и посуда.

Аппарат для встряхивания АБУ-1 или аналогичный, ТУ 64-1-1091-73.

Весы технические.

Весы торсионные - тип ВТ, ТУ 64-1-990-77.

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75.

Камера для опрыскивания хроматограмм, ТУ 25-ГТ-430-70

Колонки стеклянные, внутренний диаметр 7-9 мм.

Опрыскиватели стеклянные, ГОСТ 10391-74

Пластинки "Силуфол", производства ЧССР.

Посуда химическая по ГОСТ 23932-79/колбы конические с притертыми пробками на 100 мл, воронки делительные на 200 мл, воронки химические диаметром 5 см, пробирки мерные на 10 мл, цилиндры на 10,50 и 100 мл, микропипетки, стаканы химические/.

Центрифуга лабораторная стационарная ШС -3 или аналогичная/объем стаканов 80-100 мл/.

Шкаф вытяжной.

Чашки фарфоровые для выпаривания дм 5-7 см., ГОСТ 9147-73.

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 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: в колбу к 10 мл ледяной уксусной кислоты добавляют 90 мл дистиллированной воды.

2.4.3. Приготовление проявляющих реактивов.

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: 2 г 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. Подготовка колески для очистки экстрактов анализируемых проб: в нижний конец стеклянной колонки помещают ватный тампон, затем насыпают последовательно натрий сернокислый безводный слоем 1 см, силикагель АСК - 5-6 см и опять натрий сернокислый безводный -1 см.

2.4.5. Сбор 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 21.08.79г за № 205Г -79.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. Экстракция и очистка экстрактов.

Навеску измельченной растительной массы, корне-клубнеплодов - по 10г помещают в колбу с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона, тщательно перемешивают и экстрагируют на аппарате для встряхивания в течение 1 часа. Навеску комбикорма в 10 г экстрагируют ацетоном дважды, порциями по 30 мл, встряхивая по 30 минут.

Ацетоновый экстракт отфильтровывают в чистую колбу через воронку с ватным фильтром. Пробы промывают 10 мл ацетона и пропускают через тот же фильтр. К объединенному экстракту добавляют 20 мл дистиллированной воды, 1 мл уксуснокислого свинца/при исследовании комбикорма 40 мл воды/ и помещают в испаритель бытового холодильника на 1 час/экстракты комбикорма лучше оставить в испарителе холодильника на ночь/. Охлажденные пробы центрифугируют при 3000 оборотах в минуту в течение 3 минут. Надосадочную жидкость сливают в делительную воронку/при анализе комбикорма после центрифугирования надосадочную жидкость дополнительно фильтруют через воронку с фильтром/. В делительную воронку добавляют 10 мл 10% раствора уксусной кислоты и 60 мл дистиллированной воды/при анализе комбикорма 120 мл дистиллированной воды/. Затем дифос экстрагируют из этой смеси гексаном трижды, используя по 15 мл экстрагента. При плохой разделении слоев, в связи с образованием эмульсии, добавляют 5 мл насыщенного раствора сернокислого натрия. Объединенный гексановый экстракт сушат над безводным сернокислым натрием. Концентрирование гексановых экстрактов проводят в вытяжном шкафу при комнатной температуре, до 1-2 мл и пропускают для доочистки через колонку с силикагелем АСК. Испарительные чашки ополаскивают 2-3 раза 1-2 мл гексана и сливают в ту же колонку. Дифос элюируют 25-30 мл смеси бензол-гексан в соотношении 3:1. Затем бензол-гексановые экстракты концентрируют в вытяжном шкафу при комнатной температуре до объема 0,1 - 0,2 мл.

2.5.2. Хроматографирование.

Конечный экстракт наносят на пластинку "Силуфол", на расстоянии 1,5 см от ее нижнего края. Слева и справа наносят стандартные растворы с известным количеством дифоса. Диаметр нанесенного пятна не должен превышать 0,5 см.

Пластинку помещают в камеру со смесью диэтилового эфира и н-гексана в соотношении 1:2. После того, как фронт растворителя поднимется на высоту 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на воздухе до удаления растворителя.

2.5.3. Проявление.

После испарения подвижных растворителей пластинку окрасивают бромфеноловым синим с азотносеребряным серебром и оставляют на воздухе для подсыхания. Затем пластинку обрабатывают 2% водным раствором лимонной кислоты. Диффузия проявляется в виде синих пятен на лимонножелтом фоне. Величина R_f составляет 0,32.

2.6. Обработка результатов.

Количество диффузии в анализируемом объекте определяют путем сравнения площади и интенсивности окраски пятна пробы и стандартных растворов препарата с использованием формулы:

$$X = \frac{A \cdot 100}{M \cdot K}$$

Где:

X- количество препарата в исследуемом материале мг/кг, мг/л;

A- количество препарата, обнаруженное на пластинке, мкг;

M- масса исследуемой пробы, г или мл;

$\frac{100}{K}$ - поправка с учетом потерь пестицида в процессе анализа, где

K - процент определения препарата - 80 %.

3. Требования безопасности.

Соблюдается требования безопасности, рекомендуемые при работе с химическими реактивами и фосфорорганическими пестицидами.

4. Разработчики:

старшие научные сотрудники - Маланин О.А., доктор ветеринарных наук, Шуляк В.Д., кандидат биологических наук, Ярошенко В.И., кандидат ветеринарных наук, Зайцева Л.Д., кандидат ветеринарных наук, старший ветврач Ярошенко С.С.

Лаборатория фармакологии с токсикологией УНХИЗВ, г. Харьков