

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

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

Часть УП

Москва - 1976 г.

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР**

Утверждено

**Министерством здравоохранения
СССР**

1975 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

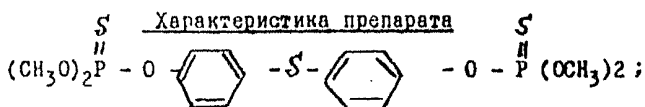
**ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В
ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ**

Часть Уи

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

Москва - 1976 год

МЕТОДИКА

ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИФОСА (АБАТА) В МЯСЕ, МОЛОКЕ И В ВОДЕ
ХРОМАТОГРАФИЕЙ В ТОНКОМ СЛОЕ

Дифос (абат, ОМС - 786, АС - 52160) - 0,0,0^I,0^I-тетраметил
0,0^I - тиоди - парафенилентиофосфат.

Чистый препарат - белый кристаллический порошок, техниче-
ский - коричневая вязкая жидкость.

Молекулярный вес 466,4, температура плавления 30⁰ - 30,5⁰С,
п_к²⁵ - 1,586-1,588.

Дифос хорошо растворяется в ацетоне, ацетонитрате, четырех-
хлористом углероде, эфире, дихлорэтилене, слабее - в щелочных
кетонах, толуоле, нерастворим - в гексане, метилциклогексане и
в воде.

Принцип метода^X

Метод основан на экстракции препарата из исследуемой про-
бы ацетоном, перераспределении в хлороформ с последующим хрома-
тографированием в тонком слое силикагеля. Для хроматографирова-
ния используются две системы растворителей: Н-гексан-ацетон в
соотношении 5:1 и Н-гексан - этилацетат - 3:1.

Для проявления хроматограммы применяют раствор бромфеноло-
вого синего и азотнокислого серебра в ацетоне с последующим

X Разработана Н.П.Бирюковой, Ю.Ф.Моряковым, А.А.Ипеклоновым.
Военнонаучно-исследовательский институт ветеринарной санитарии.

Утверждено 22 сентября 1975 г., № 1350-75.

обработкой пластинок раствором уксусной кислоты. Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен препарата из проб и стандартных растворов.

Чувствительность метода 1 мкг дифоса в пробе, что соответствует 0,1 мг/кг для молока и мяса и 0,005 мг/л для воды.

Приборы и посуда

Стелянные пластинки для хроматографирования, размером 13x18 см или пластинки марки *Silufol uv* 254

Действительные воронки на 250 мл

Воронки конические

Бюксы на 100–200 мл

Цилиндры мерные

Микропипетки

Пульверизаторы

Фильтры бумажные обеззоленные

Прибор для отгонки растворителей

Камеры хроматографические

Реактивы

Ацетон Х.Ч.

Хлороформ Х.Ч.

И-гексан

Этиловый эфир уксусной кислоты Х.Ч.

Уксусная кислота Х.Ч.

Силикагель марки КСК или ШСК очищенный

Гидс медицинский

Натрий сернистый, безводный

Бромфеноловый синий.

азотнокислотное серебро Х.Ч.

Триэтиллинкт реактив: 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 1%-ным раствором азотнокислого серебра в водном ацетоне (ацетон-вода 3:1)

Стандартный раствор дифоса в ацетоне с содержанием 100 мкг/мл препарата.

Приготовление пластинок с тонким слоем сорбента

Стеклоочищающие пластинки тщательно моют раствором соды, хромовой кислотой, водой. Споласкивают дистиллированной водой и сушат на подставке в вертикальном положении. Перед нанесением сорбента пластинки протирают спиртово-эфирной смесью.

Для приготовления сорбента берут 30 г силикагеля, 2 г гипса и 95 мл воды. Смесь тщательно перемешивают, набирают по 2 чайные ложки на пластинку и легким покачиванием равномерно распределяют по всей поверхности пластинки. Пластинки сушат 12 часов при комнатной температуре и 1 час в сушильном шкафу при 130⁰С.

Хранят пластинки в эксикаторе. Лучше использовать готовые пластинки марки *Silufol UV*₂₅₄ (Силуфол *UV*₂₅₄) размером 15 x 15.

Описание определения

1. Определение дифоса в мясе.

Отвешивают 10 г мяса, добавляют 5 мл ацетона и тщательно измельчают, добавляют к пробе еще 15 мл ацетона и оставляют на 1 час для экстрагирования препарата. Затем приливают 8 мл воды и экстрагируют еще 30 минут.

После экстракции препарата пробы помещают в морозильную

камеру на 30-40 минут.

Экстракты отфильтровывают в чистой бюкс, эцетон выпаривают, а родный остаток 4 раза экстрагируют хлороформом в делительной воронке, приливая каждый раз по 15 мл хлороформа. Экстракты сушат безводным сульфатом натрия (15 г), фильтруют и выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют 0,5 мл эцетона, выпаривают до объема 0,1 мл и наносят на хроматографическую пластинку. Бюкс споласкивают еще дважды эцетоном по 0,1 мл и также наносят на пластинку.

Нанесение пробы производят на расстоянии 1,5 см от нижнего горизонтального края и 3,5 см от вертикального края. Размер нанесенного пятна не должен превышать 0,5 см.

Для разделения препарата используют двухмерную хроматографию. Сначала пластинку помещают горизонтально в камеру для хроматографирования, в которую налита смесь эцетона и гексана (1:5). После того, как фронт растворителя поднимется на всю высоту пластинки, ее вынимают из камеры и сушат на воздухе. После испарения растворителя слева от пятна, нанесенного из пробы, на расстоянии 0,5 см наносят стандартный раствор препарата. Пластинку помещают в другую камеру со смесью растворителей гексан-этилацетат (3:1). После того, как фронт растворителя поднимется на высоту 13 см, пластинку вынимают и сушат. После испарения растворителя пластинку опрыскивают проявляющим реактивом и помещают на 5 минут в сушильный шкаф при температуре 30⁰ С. Затем пластинку опрыскивают 5% раствором уксусной кислоты. Дифос проявляется в виде синих пятен на светле-желтом фоне. Величина λ в случае использования стеклянных пластинок 6,54, а в случае использования пластинок

марки Силуфол $\frac{20}{254} - 0,31$.

2. Определение дифоса в молоке.

Берут 10 мл молока добавляют 20 мл ацетона и оставляют на 1 час для экстрагирования препарата. Экстракт отфильтровывают в чистый бюкс. В дальнейшем определение проводят также, как и с пробамн мяса.

3. Определение дифоса в воде.

Для анализа берут 200 мл воды и экстрагируют в делительной воронке 50 мл хлороформа. Нижний хлороформный слой сливают в чистый бюкс. Экстракцию повторяют еще дважды. Хлороформные экстракты объединяют, сушат безводным сульфатом натрия (15 г) и выпаривают досуха. Сухой остаток растворяют 0,5 мл ацетона, выпаривают до объема 0,1 мл и наносят на пластинку. Пластинку помещают вертикально в камеру со смесью этилацетат-гексан (1:3). Проявление проводят также, как и с пробамн мяса.

Расчет количества препарата проводят по формуле

$$X = \frac{A}{B} \cdot 100 \quad (\text{мг/кг, мг/л}), \quad \text{где}$$

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

A - количество препарата, выделенное из пробы (мкг)

B - навеска исследуемой пробы (г, мл).

Процент определения препарата около 90%.