

**Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации**

**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**

**Сборник № 22
Часть 1-ая**

**МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.**

УТВЕРЖДЕНО

МИНИСТЕРСТВОМ

ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

" 29 " июля 1991г.

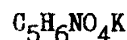
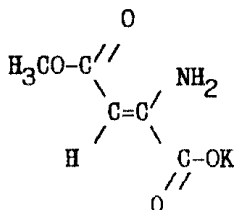
№ 6271-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ
ОПРЕДЕЛЕНИЮ КУМАФУРИЛА (ФУМАРАНА) В ВОДЕ И ПОЧВЕ

1. Краткая характеристика препарата

Кумафурил (фумаран) - регулятор роста растений широкого спектра действия.

Химическое название: калиевая соль Z- изомера α- амино- β-метоксикарбониллакриловой кислоты



Мол.масса 183,21

Белое кристаллическое вещество с $T_{пл.}$ 239-240° С. Растворимо в воде, метаноле, этаноле. Нерастворимо в хлороформе, эфире, бензоле, гексане.

Острая токсичность для теплокровных: LD_{50} для крыс при внутрижелудочном воздействии свыше 8 000 мг/кг. Канцерогенное и мутагенное действие у препарата не обнаружено.

МДУ в продуктах питания, ПДК в воде и почве не установлены.

2. Методика определения "Фумарана" в воде и почве методом фотоколориметрии

Разработчики: Просяник А.В., Алексеенко Т.А., Кольцов Н.Ю., Днепропетровский химико-технологический институт.

2.1. Основные положения

2.1.1. Метод основан на фотоколориметрическом определении продукта гидролиза препарата в виде окрашенного комплекса с хлорным железом. Определение проводится на фотовольтрическом колориметре-нефелометре ФЭК-56М с использованием светофильтра с максимумом пропускания 440 ± 5 нм.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Анализиру- емая проба	Предел об- наружения, мг/л, (мг/кг)	Среднее значение опред., %	Стандарт- ное откло- нение, %	Относ. стан- дартн. откл., %	Дове- ритель- ный ин- тервал, $P=0,95$ $n=5$
Вода	0,5	94,2	7,3	0,08	$\pm 7,9$
Почва	1,0	86,7	14,6	0,12	$\pm 9,3$

2.2. Реактивы и материалы

Железо треххлористое 6-водное "ч"-ГОСТ 4147-74.

Активированный уголь марки ОУ-А.

Вода дистиллированная.

Стандартный раствор Кумафурила в дист. воде (1мг/мл).

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Колориметр - нефелометр фотовольтрический ФЭК-56М ТУЗ-3.919-74.

Вакуумный испаритель, ТУ 25-11-917-76.

Термостат, ТУ-64-1-14 11-72.

Колбы мерные на 10 мл и на 100 мл, ГОСТ 1770-74.

Пипетки на 2 мл, ГОСТ 20292-74.

Воронки химические, диаметр 60 мм, ГОСТ 25336-82.

Колба Бунзена, ГОСТ 25336-82, вместимостью 500 мл.

Воронка Бихнера, диаметр 13 см, ГОСТ 25336-82.

Колбы конические плоскодонные, ГОСТ 25336-82, на 50 мл.

Мерный цилиндр на 10 мл, ГОСТ 1770-74.

Фильтры бумажные.

Коническая колба, ГОСТ 25336-82, вместимостью 1000 мл.

2.4. Подготовка к определению

Отбор проб.

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" утвержденными Минздравом СССР 21 августа 1979 года № 2051-79.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Построение градуировочного графика

Из стандартного раствора Кумафурила готовят растворы с содержанием препарата от 0,2 до 10 мг в 5 мл раствора. В каждый из полученных растворов добавляют по 2 мл 4% раствора хлорного железа, доводят объем раствора до 10 мл и термостатируют в течение 5 мин при 50° С. Измеряют значение оптической плотности с использованием лампы РН 8-35, светофильтра с максимумом поглощения 440 ± 5 нм и кюветы с рабочей длиной 5,07 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор полученный разбавлением водой 2 мл 4% раствора FeCl_3 до 10 мл.

Строят график зависимости оптической плотности (Д) от содержания Кумафурила (м).

2.5.2. Определение Кумафурила (фумарана)

Вода. 1000 мл пробы упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не выше 40°С до объема 10 мл. Остаток переносят в коническую колбу на 50 мл и кипятят 1-2 мин с 0,1 г активированного угля, фильтруют, осадок промывают 2 мл дистиллированной воды, объем раствора дово-

дят до 16 мл половину (8 мл) этого раствора доводят водой до 10 мл и измеряют значение оптической плотности (D'). В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. К оставшимся 8 мл р-ра добавляют 2 мл 4% раствора хлорного железа, термостатируют и измеряют значение оптической плотности (D'') используя в качестве раствора сравнения, раствор применявшийся при построении градуировочного графика.

Почва. 500 г почвы помещают в коническую колбу на 1000 мл и встряхивают с 300 мл воды, фильтруют на воронке Бюхнера. Операцию повторяют еще два раза. Фильтраты объединяют. Дальнейшее определение содержания кумафурила проводят, как описано в разделе для воды.

2.5.3. Обработка результатов

Определение содержания кумафурила в рабочем объеме раствора проводят по градуировочному графику с использованием коррелированного значения оптической плотности ($D_{кор.} = D'' - D'$). Расчет содержания препарата в воде и почве проводят по формуле:

$$C = \frac{1000}{X} \cdot 2 \cdot m, \text{ где}$$

C — содержание препарата в пробе, мг/кг (мг/л);

X — масса (объем) пробы почвы (воды), г (мл);

m — количество препарата, найденное в рабочем растворе, мг.

3. Техника безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с токсическими препаратами и электроприборами.