

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

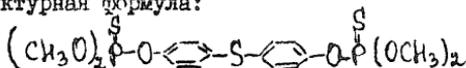
" 28 " декабря 198 ?.. г.  
№ 2648- 80

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)тиофосфат/

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/аcetone, 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. LD<sub>50</sub> 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 LD<sub>50</sub> 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 гвлечении 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: Н-гексан-ацетон и диэтиловый эфир-Н-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 м.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 сердокислый 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 встряхивания 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. 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 реагирует из этой смеси трижды  $\text{H-гексаном}$ , 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 -  $\text{H-гексан}$ /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  $K_f$  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:

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

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 /Щуляк 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
Бутилдиэптакса . . . . .	52
Бутокарбоксима . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-Na . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диавинона, эптама, гамма-изомера ГХЦ, феномедидифама, ленашила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидрела . . . . .	89
Диквата . . . . .	93
Зоокумарина . . . . .	97
Карбофурана . . . . .	100
Крочетона . . . . .	104
Менида и 3-хлор-4-метилэцилина . . . . .	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, сумицидин) . . . . .	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, фенилтроексона 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
---	-----

## Азотодеждащие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению бутадиона в почве, воде и растительном материале . . . . .	260
Методические указания по определению ИМК-Ма, 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 вдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве . . . . .	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинбеа в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом . . . . .	317

## Биопрепараты

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