

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**

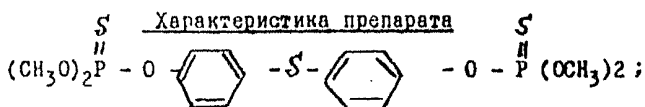
**ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В  
ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ**

**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<sup>I</sup>,0<sup>I</sup>-тетраметил  
0,0<sup>I</sup> - тиоди - парафенилентиофосфат.

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

Молекулярный вес 466,4, температура плавления 30<sup>0</sup> - 30,5<sup>0</sup>С,  
п<sub>к</sub><sup>25</sup> - 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<sup>X</sup>

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 И.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.

Триэтиллинктин 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 130<sup>0</sup>С.

Хранят пластинки в эксикаторе. Лучше использовать готовые пластинки марки *Silufol UV*<sub>254</sub> (Силуфол *UV*<sub>254</sub>) 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 30<sup>0</sup> С. Затем пластинку опрыскивают 5% раствором уксусной кислоты. Дифос проявляется в виде синих пятен на светле-желтом фоне. Величина  $\lambda$  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%.