**Государственная комиссия**

**по химическим средствам борьбы с вредителями,**

**болезнями растений и сорняками при МСХ СССР**

 УТВЕРЖДЕНО

 Заместителем Главного государствен­ного

 санитарного врача Союза ССР.

 А. И. ЗАЙЧЕНКО

**МЕТОДЫ**

**ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ**

**ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ**

**ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ**

**СРЕДЕ**

Часть VI (том I)

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.

Вологда — 1974

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИЛОРА В РАСТИТЕЛЬНЫХ ПРОБАХ,**

**ВОДЕ, ПОЧВЕ И ОРГАНАХ ТЕПЛОКРОВНЫХ ЖИВОТНЫХ ХРОМАТОГРАФИЕЙ В ТОНКОМ СЛОЕ**

**Принцип метода**

Метод основан на экстракции пестицида н-гексаном (бен­золом), очистке экстракта от мешающих определению приме­сей концентрированной серной кислотой, хроматографировании в системе: окись алюминия — н-гексан и количествен­ном определении препарата по площади пятна путем сравне­ния со стандартами. Чувствительность определения 0,5 *мкг* в пробе. Процент определения 90±10%.

**Реактивы**

н-Гексан.

Серная кислота концентрированная, х. ч.

Окись алюминия безводная, ч. д. а.

Гипс медицинский.

Аммиак 25%.

Серебро азотнокислое.

Проявитель: 0,85 *г* азотнокислого серебра, 2,5 *мл* аммиа­ка и 97 *мл* дважды дистиллированной воды.

Стандартный раствор дилора с содержанием препарата— 100 *мкг/мл.*

**Приборы и посуда**

Конические колбы емкостью от 50 до 700 *мл.*

Воронки 10 *см.*

Делительная воронка емкостью 200—500 *мл.*

Ступка с пестиком.

Аппарат для встряхивания.

Холодильник Либиха на шлифах.

Колбы Кляйзена емкостью 10—30 *мл* (или грушевидная колба для получения экстракта в количестве 0,3—0,5 *мл).*

Пипетки разные (0,1; 1,0; 5,0 *мл).*

Хроматографические пластинки, покрытые сорбционной массой, состоящей из 50 *г* безводной окиси алюминия, 5 *г* ме­дицинского гипса и 75 *мл* дважды перегнанной воды.

Груши лабораторные для пипеток.

Пробирки центрифужные (конические).

Лабораторный штатив.

Стеклянные пластинки размером 9X12, 12X16 *см.*

Кварцевая лампа.

**Ход анализа**

Экстракция

РАСТИТЕЛЬНЫЕ ПРОБЫ. Навеску растительного образца в количестве 10—50 *г* измельчают, помещают в коническую колбу объемом 700 *мл* и заливают содержимое колбы н-гексаном (бензолом) до покрытия. Экстракция пестицида прово­дится путем взбалтывания в течение 1 часа на аппарате для встряхивания колб. Экстракт отфильтровывают через склад­чатый фильтр, отгоняют растворитель до 0,3—0,5 *мл* на водя­ной бане, переносят количественно в центрифужную пробирку и доливают в нее столько же серной концентрированной кислоты. Содержимое пробирки слегка взбалтывают и остав­ляют до четкого разделения слоев. Верхний слой раствора количественно собирают пипеткой и наносят на хроматографическую пластинку.

ПОЧВА. Навеску воздушно-сухой почвы в количестве 100 *г,* измельченную в фарфоровой ступке и просеянную через сито (диаметр отверстий 0,5 *мм),* помещают в коническую колбу объемом 700 *мл.* Содержимое колбы заливают органическим растворителем (н-гексаном, бензолом) до покрытия поверх­ности почвы и взбалтывают в течение 1 часа на аппарате для встряхивания. Затем экстракт и почву переносят на воронку Бюхнера, на дне которой имеется кружок фильтровальной бумаги. Экстракт отсасывают при помощи насоса при неболь­шом вакууме. Затем дважды промывают почву тем же раст­ворителем, каждый раз отсасывая экстракт. Экстракты объединяют. Растворитель отгоняют до 0,3—0,5 *мл.* Далее, как сказано выше.

Методика проверена нами на черноземной, торфяной и супесчаной почвах. Степень определения существенно зави­сит от (разновидности почв и колебалась в пределах 82—98%.

ВОДА. К 0,5 *л* исследуемой воды доливают 50—100 *мл* н-гексана в колбе емкостью 1 л и встряхивают содержимое на встряхивающем аппарате 30 мин. Гексан тщательно отде­ляют от воды в делительной воронке (остатки воды мешают определению), и отгоняют на перегонном аппарате до остатка в количестве 0,5 *мл.* Остаток, в случае необходимости, очища­ют серной кислотой, как для растительных проб.

ОРГАНЫ ТЕПЛОКРОВНЫХ ЖИВОТНЫХ. Исследуемые органы взвешивают полностью. Если органы большие, берут только 100 *г,* тщательно измельчают ножницами, помещают в ступку и растирают тщательно вместе с 5—10 *мл* н-гексана или бензола. После этого растертую массу количественно со­бирают в колбу емкостью 50—200 *мл,* доливают растворите­лем до покрытия массы и экстрагируют 30 мин. на встряхи­вающем аппарате. Затем экстракт отфильтровывают через складчатый фильтр. Далее проводят анализ, как для продук­тов растительного происхождения.

Хроматографирование

Хроматографическую пластинку с нанесенным экстрактом в вертикальном положении помещают в камеру для хроматографирования (эксикатор) и погружают на 1 *см* в подвиж­ный растворитель (перегнанный н-гексан). Хроматографи­рование проводят до поднятия фронта подвижного раствори­теля на высоту 10 *см.* Затем пластинку высушивают, опрыскивают проявителем, хроматограммы облучают ультра­фиолетовым светом до четкого появления стандартных пятен (10—30 мин.). Идентификация дилора проводится по вели­чине Rf пятен, равной 0,8.

Количественное определение инсектицида проводят по площади пятна, сравнивая со стандартами.

Расчет результатов анализа:

Х= А1 •S2

S1 • *Р '*

где *X* — содержание препарата в пробе в *мг/кг* или *мг/л;*

А1—содержание препарата в стандартном растворе,*МК2*

 S1— площадь пятна стандартного раствора, мм2;

 S2— площадь пятна пробы, *мм2*

*Р* — навеска исследуемой пробы в *г* или *мл.*