

**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.**

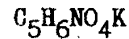
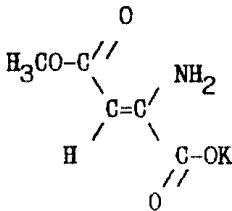
УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
" 29 " июля 1991г.
№ 6271-91

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 -метоксикарбонилакриловой 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 фотовольметрическом колориметре-нефелометре ФЭК-56М с использованием светофильтра с максимумом пропускания 440 ± 5 нм.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Анализируемая проба	Предел обнаружения, мг/л, (мг/кг)	Среднее значение опред., %	Стандартное отклонение, %	Относ. стандартн. откл., %	Доверительный интервал, $P=0,95$ $n=5$
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 фотовольметрический 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 FeCl₃ до 10 мл.

Строят график зависимости оптической плотности (D) от содержания Кумафурила (m).

2.5.2. Определение Кумафурила (фумарана)

Вода. 1000мл 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 ($D_{\text{кор.}} = D'' - D'$). Расчет содержания препарата в воде и почве проводят по формуле:

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

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

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

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

3. Техника безопасности

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