

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

2.16, р. II

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии
болезнями растений и сорняками

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государствен-
ного санитарного врача СССР

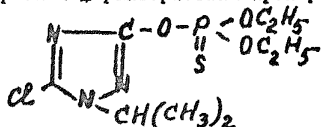
А.И. ЗАЙЧЕНКО

" 31 " июля 1984 г

№ 3060

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ
ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ МИРАЛА В ВОДЕ, ПОЧВЕ И
РАСТИТЕЛЬНОЙ ПРОДУКЦИИ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ

I. Краткая характеристика препарата



Ион. м. 313,7

Мирал (Исазофос) O-(1-изопропил-5-хлор-1,2,4-триазолил-
-0,0-диэтилтиофосфат.

Светложелтая жидкость, т. кип. 100°C, растворимость в
воде при 20°C 150 мг/л. Стабилен в нейтральной и слабоще-
лочной средах, в кислой среде легко гидролизуются. Выпускает-
ся в форме 5, 10 и 20% гранул,

ДД₅₀ для крыс 60 мг/кг. Предложен в качестве почвен-
ного инсектицида и нематотицида на ряде культур.

2. Методика определения мирала методом тонкослойной
хроматографии в воде, почве и растительной продукции

2.1 Основные положения

2.1.1 Принцип метода

Метод основан на определении мирала тонкослойной хро-
матографией после извлечения из исследуемой пробы органи-
ческим растворителем.

2.1.2 Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Размах : варьи- рования, : %	Среднее : значение : определе- ния, %	Относительное : стандартное : отклонение, : %	Предел : обнаружения, :(мг/л, мг/кг)
Вода	16	91	7,3	0,01
Почва	19	82	9,2	0,1
Растения	21	84	8,1	0,2

2.1.3 Избирательность метода

Определению могут мешать ФОП, имеющие в рекомендуемой подвижной фазе близкие значения R_f и проявляющиеся бром-феноловым реагентом.

2.2. Реактивы и растворы

Ацетон, ГОСТ 2603-79, хч

Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78

Натрия сульфат безводный, ч., ГОСТ 4166-76

Серебро азотнокислое, х.ч., ГОСТ 1277-81

Стандартный раствор мирала в ацетоне (100 мкг/мл)

Пластинки хроматографические "Силуфол"

Проявляющие реагенты:

1. 2% водный раствор серебра азотнокислого

2. 0,4% водный раствор индикатора бромфенолового синего

3. 4% водный раствор лимонной кислоты

Пластинки опрыскивают смесью растворов 1 и 2 в соотношении (1:1), выдерживают в сушильном шкафу 5 мин и затем опрыскивают раствором 3.

2.3 Приборы и посуда

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-1-2451-78

Весы технические, разновесы, ТУ 64-1-1065-73

Испаритель ротационный ИР-14 ТУ 25-11-917-76

Шкаф сушильный, ТУ, 64-1-1411-76

Воронки химические, ГОСТ 8613-75

Воронки делительные, ГОСТ 8313-75

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-74

Камера для опрыскивания хроматографических пластинок, ГОСТ 11413-70

Колбы конические емк. 250, 500 мл, ГОСТ 10394-72

Микропипетки, ГОСТ 20292-74

Фильтры бумажные, ТУ 6-09-1678-77

2.4 Подготовка к определению

2.4.1 Отбор, хранение и доставка проб

Отбор, хранение и доставку проб производят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб...", утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР №2051-79 от 21.08.79 г.

2.5 Экстракция препарата из анализируемой пробы.

Вода. 100 мл исследуемой пробы помещают в делительную воронку и экстрагируют мирал трижды по 50, 25 и 25 мл хлороформа. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия и упаривают на ротационном испарителе до небольшого объема (0,2-0,4 мл).

Почва. 25 г пробы помещают в коническую колбу, прибавляют 10-15 мл воды, тщательно перемешивают и трижды экстрагируют по 50 мл ацетона. Время экстракции по 30 мин на аппарате для встряхивания. Раствор фильтруют. Фильтрат переносят в делительную воронку, добавляют 100 мл дистиллированной воды и экстрагируют мирал трижды по 50 мл хлороформа. Объединяют растворитель, сушат безводным сульфатом натрия и концентрируют до небольшого объема (0,2-0,4 мл).

Растительный материал. 25 г предварительно измельченной пробы заливают 50 мл ацетона, встряхивают в течение 30 мин и экстракцию повторяют. Раствор фильтруют, фильтрат переносят в делительную воронку, добавляют 100 мл дистиллированной воды и экстрагируют мирал трижды по 50 мл хлороформа. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия, концентрируют до небольшого объема (0,2-0,4 мл).

2.5.2 Хроматография в тонком слое

Адсорбционную часть экстракта при помощи микропипетки наносят на хроматографическую пластинку "Силуфол". Рядом наносят стандартный раствор мирала (2, 5, 10 и 20 мкг). Хроматографируют в системе гексан-ацетон (5:2), просушивают и обрабатывают краской указанным способом (2.2). Мирал проявляется в виде синих пятен. Величина R_f составляет

0,43 ± 0,05.

2.6 Обработка результатов

Расчет содержания препарата в анализируемых объектах производят в соответствии с формулой

$$X = \frac{A \cdot V}{V_I \cdot P}, \quad \text{мг/л или мг/кг}$$

где:

- A — количество препарата, обнаруженное в аликвотной части экстракта, мкг ;
- V_I — объем аликвотной части экстракта, нанесенной на хромато-графическую пластинку, мл;
- V — конечный объем экстракта, мл;
- P — масса (объем) пробы, г (мл).

2.7 Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

3. Разработчики:

Русинов П.С., Зелепугин А.Д. (Брянский сельскохозяйственный институт).

Методика апробирована во ВНИИХСЗР, г.Москва (Новикова К.Ф.)