

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

к. 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

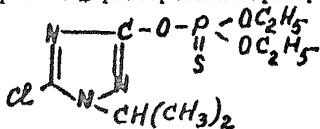
А.И.ЗАИЧЕНКО

" 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



Мол. м. 313,7

Мирал (Исзаофос) O-(1-изопропил-5-хлор-1,2,4-триазолил-2,0-дизетилтиофосфат.

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

ДЛ₅₀ для крыс 60 мг/кг. Предложен в качестве почвенного инсектицида и нематодицида 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 хроматографией после извлечения из исследуемой пробы органическим растворителем.

2.1.2 Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Размах	Среднее	Относительное	Предел
	варьирования, %	значение, %	стандартное отклонение, %	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 бромфеноловым 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 "Силуфод"

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 выше 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

$$X = \frac{A \cdot Y}{V_{\Gamma} \cdot P}, \quad \text{мг/л или мг/кг}$$

где:

- A - количество препарата, обнаруженное в аликвотной части экстракта, мкг;
- V_{Γ} - объем аликвотной части экстракта, нанесенной на хроматографическую пластинку, мл;
- Y - 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 ВНИИХСВР, г.Москва (Новикова К.Ф.)