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

т. 16, р. II

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

Москва — 1987 г.

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

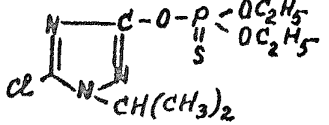
А.И.ЗАИЧЕНКО

" 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 (исазофос) О-(I-изопропил-5-хлор-I,2ф -триазолил--О,О-диэтилтиофосфат.

Светложелтая жидкость, т.кип. 100°С, растворимость в воде при 20°С 150 мг/л. Стабилен в нейтральной и слабокислой средах, в щелочной среде легко гидролизуется. Выпускается в форме 5, 10 и 20% гранул,

$ЛД_{50}$ для крыс 60 мг/кг. Предложен в качестве почвенного инсектицида и нематицида на ряде культур.

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

2.I Основные положения

2.1.1 Принцип метода

Метод основан на определении мирала тонкослойной хроматографией после извлечения из исследуемой пробы органическим растворителем.

2.I.2 Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Размах варьирования, %	Среднее значение определения, %	Относительное стандартное отклонение, %	Предел обнаружения (мг/л, мг/кг)
Вода	I6	9I	7,3	0,0I
Почва	I9	82	9,2	0,I
Растения	2I	84	8,I	0,2

2.I.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 4I66-76

Серебро азотнокислое, х.ч., ГОСТ I277-8I

Стандартный раствор мирала в ацетоне (I00 мкг/мл)

Пластинки хроматографические "Силуфол"

Проявляющие реагенты:

I. 2% водный раствор серебра азотнокислого

2. 0,4% водный раствор индикатора бромфенолового синего

3. 4% водный раствор лимонной кислоты

Пластинки опрыскивают смесью растворов I и 2 в соотношении (I:I), выдерживают в сушильном шкафу 5 мин и затем опрыскивают раствором №3.

2.3 Приборы и посуда

Аппарат для встряхивания, ТУ 64-I-245I-78

Весы технические, разновесы, ТУ 64-I-I065-73

Испаритель ротационный ИР-1м ТУ 25-II-917-76

Шкаф сушильный, ТУ,64-I-I4II-76

Воронки химические, ГОСТ 86I3-75

Воронки делительные, ГОСТ 8313-75

Камера для хроматографирования, ГОСТ I0565-74

Камера для опрыскивания хроматографических пластинок, ГОСТ II4I3-70

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

Аликвотную 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

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

где:

A- количество препарата, обнаруженное в аликвотной части экстракта, мкг ;

V_I- объем аликвотной части экстракта, нанесенной на хроматографическую 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., Зеленугин А.Д. (Брянский сельскохозяйственный институт).

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

gost.e-ecolog.ru