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
"27"ноября 1984 г.
№3163-84

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению остаточных количеств ромуцида в воде, почве и растительном материале (огурцах, пшенице и сахарной свекле) методом тонкослойной хроматографии

I. Краткая характеристика препарата

Синонимы и торговые названия: ромуцид, 20-ный эмульгирующийся концентрат

Химически чистый препарат ромуцид представляет собой кристаллическое вещество желтого цвета, имеющее температуру плавления 73-74° (технический продукт, содержащий не ниже 93% ромуцида, имеет температуру плавления не ниже 63°С).

Ромуцид плохо растворяется в воде, хорошо в этаноле, ацетоне, диоксане, бензоле, ксилоле, толуоле и хлороформе. Устойчив при 20°С и влажности 80% длительное время в герметично закрытой посуде.

Под действием щелочей и сильных кислот гидролизуется.

Ромуцид малотоксичен - $ЛД_{50}$-4400 (4000-4800) мг/кг на белых мышах перорально.

Препарат предложен как высокоэффективный фунгицид для наземного опрыскивания посевов огурцов, сахарной свеклы и пшеницы против мучнистой росы. Проявляет заметную активность против ржавчины пшеницы. Привыкания микроорганизмов к препарату не зарегистрировано.

2. Методика определенияромуцида в воде,почве и растительном материале

2.I. Основные положения

2.I.2. Принцип метода

Метод основан на экстракции ромуцида из проб органическими растворителями, очистке экстрактов от мешающих веществ оксидом алюминия и определении содержания ромуцида с помощью тонкослойной хроматографии.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода приводится в таблице I.

Таблица I

Метрологические параметры	Анализируемый объект: вода	почва	огурцы	пшеница	свекла
Предел обнаружения в пробе,мкг	3	5	5	3	3
Диапазон определяемых концентраций,мг/кг	0,0I2-800	0,20-800	0,I25-I000	0,I5-I500	0,I-I000
Среднее значение определения стандартных кол-в,%	99,4	78,0	82,8	84,7	89,0
Стандартное отклонение	I2,40	4,8	II,3	6,20	5,04
Относительное стандартное отклонение,%	I2,50	II,3	II,8	7,32	5,66
Доверительный интервал среднего,%	±5,06	±2,I4	±5,04	±2,53	±I,78
Количество повторностей,шт.	6	5	5	6	8

2.I.2. Избирательность метода

Определению не мешают препараты коллоидной серы, применяемые, как и ромуцид, против мучнистой росы.

2.2. Реактивы, растворы и материалы

Ромуцид,ч.д.а.,ТУ 88 УССР I92.030.83 (п.4.2.3 "Примечание")

Ромуцид, технический,ТУ 88 УССР I92.030.83

Ацетон,ч.,ГОСТ 2603-79

н-Гексан,ч.,ТУ 6-09-3375-78

Хлороформ,х.ч.,ТУ 6-09-4263-76

Дистиллированная вода

Гидроксид натрия,ч.д.а.,ГОСТ 4328-77

Петролейный эфир,х.ч.,ГОСТ 11992-66

Бензол,ч.д.а.,ГОСТ 5955-75

Оксид алюминия (для хроматографии),ТУ 6-09-3916-75

Сульфат натрия,безводный,ч.д.а.,ГОСТ 4166-76

Пропанол-2 (изо-Пропиловый спирт),ч.,ТУ 6-09-402-81

Хроматографические пластинки типа "Силуфол" ИУ-254 (ЧССР)

Фильтры бумажные,ТУ 6-09-1706-77

Этанол,ГОСТ 5962-67

Проявляющий реагент: 6%-ный раствор гидроксида натрия в этаноле, 6 г гидроксида натрия растворяют в 5 мл дистиллированной воды и доводят 96% этанолом до 100 мл. Раствор хранят в холодильнике.

Стандартные растворы ромуцида: навески ромуцида 10 и 100 мг растворяют в 100 мл ацетона. Растворы стабильны в течение 2-х недель при хранении в холодильнике в герметично закрытой посуде.

2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Весы технические, ГОСТ 19491-74

Весы аналитические, ВЛР-200 г, ТУ 25.06.1131-75

Делительные воронки на 1000 мл,ГОСТ 8613-75

Мерные колбы на 100 мл,ГОСТ 1770-74

Конические колбы на 100 и 250 мл с пришлифованными пробками

Микрошприц на 10 мкл типа МШ-10

Микропипетки, ГОСТ 20292-74

Мерные цилиндры на 25 мл, 50 мл, ГОСТ 1770-74

Кофемолка механическая

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 19391-65

Сита почвенные, ТУ 46-47885-73

Камера хроматографическая

Эксикатор

Ротационный испаритель ИР-I М, ТУ 25-II-917-74

Водяная баня, ТУ 46-22-603-75

Вакуумный водоструйный насос, ГОСТ I0696-75

Компрессор мембранный

Воронки Бюхнера, ГОСТ 9147-73

2.4. Подготовка к определению

Хроматографические камеры за два часа до начала хроматографирования заполняют смесью подвижных растворителей для насыщения камеры парами подвижных растворителей. В качестве подвижных растворителей для проб воды, почвы, огурцов и свеклы используют смесь н-гексана и ацетона (4:I); для проб пшеницы - сначала петролейный эфир, а затем смесь н-гексана и ацетона (4:I). Объем подвижного растворителя в камере должен по высоте находиться не выше, чем 0,7-I см от уровня дна камеры.

2.5. Отбор проб

Отбор проб проводится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов" (Москва, I980 г., №205I-79 от 2I.08.79 г.). Отобранные пробы хранить в стеклянной или полиэтиленовой таре в прохладном месте.

2.6. Проведение определения

2.6.I. Экстракция и очистка

2.6.I.I. Вода

Пробу воды 250 мл помещают в делительную воронку на I000 мл и экстрагируют ромуцид 50 мл хлороформа, энергично встряхивая в те-

чение 3-5 минут. Эту операцию повторяют дважды. Объединенный экстракт фильтруют через бумажный фильтр, в воронку которого помещают 4-6 г сульфата натрия безводного и 2-3 г оксида алюминия. Растворитель упаривают на ротационном испарителе до сухого остатка.

2.6.I.2. Почва

25 г воздушно-сухой почвы, растертой и просеянной через сито с размером отверстий I мм, помещают в коническую колбу с пришлифованной пробкой на 250 мл, прибавляют 50 мл изо-пропанола и помещают на аппарат для встряхивания на I час. После отстаивания экстракт сливают в колбу через складчатый бумажный фильтр. Остаток в колбе промывают дважды порциями изо-пропанола по 25 мл, сливая растворитель после отстаивания через складчатый фильтр.

Для очистки фильтрат пропускают через оксид алюминия (8-I0 г) и натрий сернокислый безводный (2-3 г), которые помещают в фильтрующую воронку со стеклянным фильтром. Содержимое воронки промывают растворителем два раза по 30 мл. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе до сухого остатка.

2.6.I.3. Огурцы

40 г мелко нарезанных огурцов помещают в коническую колбу на 250 мл с пришлифованной пробкой и приливают I00 мл хлороформа или бензола. Экстрагирование ромуцида проводят в течение 20-30 минут, периодически перемешивая гомогенат. По истечении времени экстракт очищают, пропуская его через слой молселекта-I5 или 25 (I2-I5) и сульфата натрия безводного (20 г), помещенных в воронку со стеклянным фильтром. Операцию повторяют трижды. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе до сухого остатка.

2.6.I.4. Свекла

Пробу 30 г измельченных корнеплодов сахарной свеклы помещают в коническую колбу на 250 мл с пришлифованной пробкой и добавляют

100 мл хлороформа. Экстрагирование проводят в течение 30 минут, периодически перемешивая. Экстракт фильтруют через складчатый фильтр, в воронке которого находится 3-5 г сульфата натрия безводного и 2-3 г оксида алюминия. Остаток свеклы промывают двумя порциями растворителя по 30 мл. Объединенный экстракт упаривают до сухого остатка на ротационном испарителе.

2.6.1.5. Пшеница

Пробу измельченного на кофемолке зерна пшеницы в количестве 20 г помещают в коническую колбу на 100 мл с притертой пробкой, прибавляют 50 мл ацетона и экстрагируют 30 минут, постоянно перемешивая гомогенат. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр, содержащий 1-2 г сульфата натрия безводного и 6-8 г оксида алюминия. Остаток промывают двумя порциями ацетона по 40 мл. Объединенный экстракт упаривают на ротационном испарителе. После удаления растворителя в колбе находится остаток вязкой консистенции.

2.6.2. Хроматографирование и проявление ромуцида.

После удаления растворителя остаток растворяют в 0,5 мл ацетона и упаривают до 0,1-0,15 мл током воздуха, количественно наносят на хроматографическую пластинку при помощи микрошприца или микропипетки. Рядом наносят 3, 5, 7, и 10 мкг ромуцида в ацетоне. После испарения растворителя пластинки помещают в хроматографические камеры с подвижным растворителем. После подъема растворителей на 10 см пластинку вынимают из хроматографической камеры и помещают в вытяжной шкаф на 5-10 минут для удаления следов подвижной фазы.

Проявление ромуцида проводят 6%-ным раствором гидроксида натрия в этаноле, опрыскивая пластинки с помощью стеклянного пульверизатора Рок. вид проявляется в виде ярко-желтых пятен на белом фоне.

Ввиду того, что пятна после испарения этанола несколько бледнеют, их контуры обводят иглой. R_f для проб воды, почвы, огурцов и свеклы составляет $0,35 \pm 0,02$, для проб пшеницы - $0,26 \pm 0,02$.

Оценку содержания ромуцида в пробе проводят путем сравнения размера и интенсивности окраски пятен стандарта с пятнами пробы. При большом содержании препарата в пробе экстракты хроматографируют без упаривания.

2.7. Обработка результатов анализа

Содержание ромуцида в анализируемой пробе рассчитывают по формуле:

$$A = \frac{B \cdot 10^5}{a \cdot C}$$, где:

A - содержание ромуцида в пробе, мг/л или мг/кг;

B - количество ромуцида в пробе, найденное сравнением со стандартом, мг;

C - процент определения, найденный предварительно, %

a - объем или вес пробы, мл или г.

3. Требования безопасности

При работе с ромуцидом - беречь глаза от попадания порошка, руки мыть с мылом, а также соблюдать требования безопасности, необходимые при работе с горючими, взрывоопасными, легковоспламеняющимися веществами, едкими щелочами.

4. Разработчики

Клисенко М.А., ВНИИНТОКС, г.Киев

Несынов Е.П., ИОХ АН УССР, г.Киев, Мозговая Г.П., Петренко В.С, ИОХ АН УССР.

Метод апробирован в НИИ химических средств защиты растений (Новикова К.Ф., Алдошина).

gost.e-ecolog.ru