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.

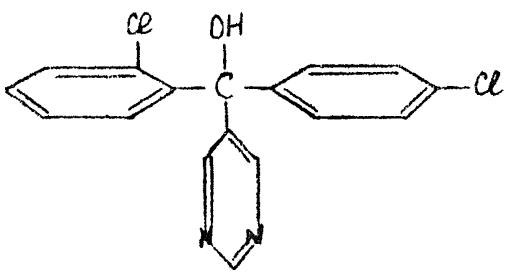
gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО
" 27 " ноября 1984г.
№ 3155-84

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ РУБИГАНА В ВОДЕ, ПОЧВЕ И РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

I. Краткая характеристика препарата

Рубиган-(Пиримидил-5)(2-хлорофенил)(4-хлорофенил)метанол



Мол.м. 331,2

Рубиган выпускается в форме 12% к.э.

Точка плавления 117-119°С; растворимость в воде: 13,7 мг/л при 25°С и pH 7.

Растворимость в органических растворителях: ацетоне 250 мг/мл; хлороформе 500 мг/мл; циклогексане 500 мг/мл.

По данным фирмы препарат малотоксичен для теплокровных животных. $ЛД_{50}$ 12% э.к. орально для самцов крыс - 3,140мг/кг, для самок - 2,920мг/кг. $ЛД_{50}$ технического продукта орально для крыс - 2500мг/кг.

Препарат рекомендуется для борьбы с мучнистороснными грибами на различных культурах, эффективен против парши яблони.

2. Методика определения рубигана хроматографией в тонком слое

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Методика основана на извлечении рубигана из исследуемой пробы органическим растворителем, очистке экстракта и определении методом хроматографии в тонком слое.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Метрологические параметры	Анализируемый объект			
	Вода	Почва	Огурцы	Томаты
Число параллельных исследований	5	5	5	5
Диапазон определяемых концентраций, мг/л, мг/кг	0,02-0,5	0,I-I,0	0,06-I,0	0,I-I,0
Предел обнаружения, мг/л, мг/кг	0,02	0,I	0,06	0,I
Среднее значение определения, %	90,0	90,0	83,0	78,6
Стандартное отклонение,	3,9	5,0	4,2	3,9
Относительное стандартное отклонение	4,3	5,5	5,06	4,9

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон, х.ч. ГОСТ 2603-79

Ацетонитрил, ч., ТУ 6-09-3534-74

Бензол, ч.д.а., ГОСТ 5955-81

н-Гексан, х.ч., ТУ 6-09-3375-78

Аммиак, ТУ 6-09-1709-77, х.ч.

Крахмал, ГОСТ 10163-76

Калий марганцовокислый, х.ч., ГОСТ 20490-75

Калий иодистый, о.с.ч., ТУ 6-09-3909-75

Натрий сернокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-09-4263-76

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

Соляная кислота, конц., х.ч., ГОСТ 3118-77

Этиловый спирт, х.ч., ТУ [illegible]

Этилацетат, х.ч., ГОСТ [illegible]

Пластинки "Силуфол" UV-254

Стандартный раствор рубимина в хлороформе или этиловом спирте 200 мкг/мл.

Проявляющие реагенты:

1) 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 7-10 мл водного 25%-ного аммиака и разбавляют до 100 мл ацетоном.

2) а. 1% водный раствор иодистого калия;

б. 3% раствор крахмала;

в. этиловый спирт

Перед опрыскиванием смешивают растворы "а","б","в" в соотношении 5 : 5 : 2.

Камера с хлором: смешивают равные части 1,5% раствора марганцовокислого калия и 10%-ной соляной кислоты.

2.3. Приборы и посуда

Аппарат для встряхивания АВУ-1, ТУ-64-1-1081-73

Испаритель ротационный ИР-1М, ТУ 25-11-917-74

Воронки делительные, ГОСТ 8613-75

Воронки химические, ГОСТ 8613-75

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-74

Камера для опрыскивания, ГОСТ 11413-70

Колбы плоскодонные, емкостью 150-250 мл, ГОСТ 10394-72

Колбы мерные на 50-100 мл, ГОСТ 1770-74

Лампа ртутно-кварцевая, ПРК-4

Микропипетки 0,1мл, 0,2 мл, ГОСТ 20292-74
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-75
Сито с отверстиями 0,1 мм и 1,0 мм.
Фильтры бумажные.

2.4. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР № 2051-79, 21.08.1979г.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция

Вода. 100 мл воды помещают в делительную воронку, трижды встряхивают н-гексаном (по 30 мл). Объединенные экстракты сушат безводным сульфатом натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе.

Почва. 25-50 г воздушно-сухой почвы (растертой и просеянной через сито) помещают в коническую колбу и после увлажнения водой приливают 50 мл ацетона и встряхивают 1 час. Водно-ацетоновый раствор фильтруют и упаривают ацетон. Затем к водному остатку добавляют 5-7 мл ацетонитрила и 30 мл дистиллированной воды и экстрагируют в делительной воронке рубиган тримды по 50 мл н-гексана. Объединенный растворитель сушат безводным сульфатом натрия и концентрируют на ротационном испарителе до объема 0,2 мл. Остаток растворителя удаляют в токе воздуха.

Растительный материал. 25-50 г измельченных огурцов и томатов и 10 г мелко разрезанных листьев помещают в коническую колбу и заливают 50 мл н-гексана. Колбу встряхивают на аппарате для встряхивания 1 час. Экстракцию повторяют тримды. Объединенные экстракты фильтруют через бумажный фильтр, сушат безводным сульфатом натрия, упаривают растворитель на ротационном испарителе.

2.5.2. Очистка экстракта

К сухому остатку прибавляют дважды по 5 мл ацетонитрила, каждый раз сливая растворитель с остатком в другую посуду. К общему объему растворителя добавляют 40-50 мл дистиллированной воды. Затем дважды производят переэкстракцию рубитана в н-гексан (30 мл), встряхивая в течение 3-5 мин. Объединенный гексановый экстракт высушивают безводным сернокислым натрием и концентрируют на ротационном испарителе.

2.5.3. Хроматографирование

Сухой остаток растворяют в 0,2-0,3 мл н-гексана и наносят на расстоянии 2 см от нижнего края на пластинку "Силуфол", рядом наносят стандартный раствор рубитана в количестве 5-10 мкг. Пластинку хроматографируют в системе подвижных растворителей гексан-ацетон 7:3 по объему, или бензол-этилацетат - 7:3. После того, как фронт подвижного растворителя поднимется на высоту 10 см, хроматограмму вынимают из камеры, подсушивают на воздухе и опрыскивают одним из проявляющих реагентов. После проявления реагентом №1 пластинку облучают УФ-светом до четкого проявления коричневых пятен на бежевом фоне пластинки. При проявлении реагентом №2, пластинку предварительно помещают в камеру хлора на 5 мин. После проветривания пластинки, ее опрыскивают. Рубитан проявляется темно-фиолетовым пятном на бледно-сиреневом фоне.

Величина R_f в системе гексан-ацетон составляет 0,33±0,03, в системе бензол-этилацетат - 0,4±0,02.

2.6. Обработка результатов анализа

Количественное определение производят путем сравнения площади пятна пробы с наиболее близкой к ней по величине площадью стандарта. Содержание препарата в анализируемой пробе, мг/кг; мг/л рассчитывают по формуле: $X = \frac{A}{P}$; где:

A - количество препарата, найденное путем сравнения размера и интенсивности окраски пятен пробы и стандартного раствора, мкг;

P – масса или объем пробы, взятый для анализа, г, мл.

3. Требования безопасности

Соблюдать требования безопасности обычно рекомендуемые для работы в химических лабораториях с органическими растворителями и УФ-светом.

4. Настоящие методические указания подготовлены: кандидатом биологических наук Аветисян К.В., канд. биол. наук Аджемяном Л.А., канд. биол.наук Папоянам Ф.А. (Армянский НИИ защиты растений).

gost.e-ecolog.ru