

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ  
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
по определению микроколичеств  
пестицидов в продуктах питания,  
кормах и внешней среде**

н. 16 , р. ІІ

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

**"УТВЕРЖДАЮ"**

Заместитель Главного Государствен-  
ного санитарного врача СССР

*Г.В.Белый* А.И.ЗАЙЧЕНКО

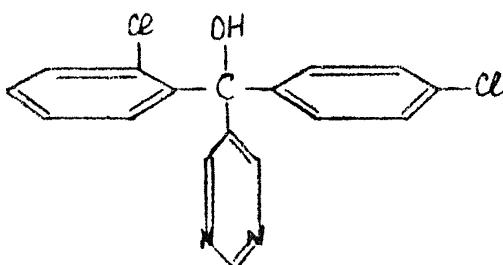
"27" ноября 1984 г.

№ 9156-84

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

I. Краткая характеристика препарата

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



Мол.-масса 331,2

Рубиган выпускается в форме 12% к.в.

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

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

По данным фирмы препарат малотоксичен для теплокровных животных. LD<sub>50</sub> 12% к.в. орально для самцов крыс - 3,140 мг/кг, для самок - 2,920 мг/кг. LD<sub>50</sub> технического продукта орально для крыс - 2500 мг/кг.

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

## 2. Методика определения рубигана хроматографией в тонком слое

### 2.1. Основные положения.

#### 2.1.1. Принцип метода.

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

#### 2.1.2. 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	0,03-0,5	0,1-1,0	0,06-1,0	0,1-1,0
Предел обнаружения, мг/л, мг/кг	0,02	0,1	0,06	0,1
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.д.у. 6-О9-3534-74

Бензой, ч.д.а., ГОСТ 5955-81

н-Гексан, х.ч., ТУ 6-О9-1375-78

Аминак, ТУ 6-О9-1709-77, кс. 4.

Крахмал, ГОСТ 16163-76

Калий марганцовокислый, х.ч., ГОСТ 20490-75  
 Калий иодистый, о.о.ч., ТУ 6-С9-3909-75  
 Натрий сернокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76  
 Хлороформ, х.ч., ТУ 6-С9-4263-76  
 Серебро азотнокислое, х.ч., ГОСТ 1277-81  
 Соляная кислота, конц., х.ч., ГОСТ 3118-77  
 Этиловый спирт, х.ч., ТУ 6-С9-4110-77  
 Этилацетат, х.ч., ГОСТ 12777-74  
 Пластинки "Сидуфол" UV-154  
 Стандартный раствор рубидия в хлороформе или этиловом спирте  
 200 мкг/мл.

Проявляющие реагенты:

- 1) 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 7-11 мл водного 25%-ного аммиака и разбавляют до 100 мл ацетоном.
- 2) а) 1% водный раствор хелатного калия;
- б) 3% раствор крахмала;

<sup>в</sup>. этиловый спирт.  
 Перед опрыскиванием смешивают растворы "а", "б", "в" в соотношении 5 : 5 : 2.

Камера с хлороформом смешивает равные части 1,5% раствора марганцовокислого калия и 10%-ной соляной кислоты.

### 2.3. Приборы и посуда

Аппарат для встряхивания АВУ-1, ТУ-64-1-10391-73

Испаритель ротационный ИР-ПМ, ТУ 25-И-917-74

Воронки делительные, ГОСТ 8613-75

Воронки химические, ГОСТ 8613-75

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10585-74

Камера для опрыскивания, ГОСТ 11413-70

Колбы плоскодонные, емкостью 150-250 мл, ГОСТ 10391-72

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

Лампа ртутно-кварцевая, ПРК-4

Микропипетки 0,1 мл, 0,2 мл, ГОСТ 20292-74

Пульверизаторы отваживания, ГОСТ 10391-75

Сите 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 № 2061-79, 21.08.1979 г.

#### 2.5. Проведение определения

##### 2.5.1. Экстракция

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

Почва, 25-50 г засушенной почвы (раствертой и просеянной через сито) помещают в колбочку из холба 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 рубигиной трижды по 50 мл *n*-гексана. Объединенный растворитель осушают 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 коммическую колбу и заливают 50 мл *n*-гексана. Колбу встряхивают на аппарате для встряхивания 1 час. Экстракцию повторяют трижды. Объединенные экстракти фильтруют через бумажный фильтр, осушат 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 дистилированной воды. Затем дважды производят перекристаллизацию рубигола в *n*-гексане (30 мл), встряхивая в течение 3-5 мин. Объединенный гесаковый экстракт высушивают безводным сернокислым натрием и концентрируют на ротационном испарителе.

### 2.5.3. Хроматографирование

Сухой остаток растворяют в 0,2-0,3 мл *n*-гексана и намывают на расстоянии 2 см от нижнего края на пластинку "Силуфол", рядом намывают стандартный раствор рубигола в количестве 5-10 мкг. Пластинку хроматографируют в системе подвижных растворителей гексан-ацетон 7:3 по объему, или бензол-стилацетат - 7:3. После того, как фронт подвижного растворителя поднимается 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 пластиинки. При проявлении реагентом №2, пластиинку предварительно помещают в камеру хлора на 5 мин. После проветривания пластиинки, ее опрыскивают. Рубигол проявляется темно-фиолетовым пятном на бледно-оранжевом фоне.

Величина  $R_f$  в системе гексан-ацетон составляет  $0,33 \pm 0,03$ , в системе бензол-стилацетат -  $0,4 \pm 0,02$ .

### 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 о органических растворителях и УФ-светом.

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