Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации

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

Сборник № 21
Часть 1-ая

МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.

gost.e-ecolog.ru

Утверждено Министерством
здравоохранения СССР
"29" июля 1991 года
N 6079-91

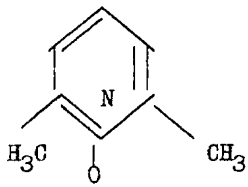
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИВИНА И ЕГО МЕТАБОЛИТА 2,6-ЛУТИДИНА В ВОДЕ, ОВОЩАХ (КАРТОФЕЛЬ,ОГУРЦЫ,ТОМАТЫ)

(Дополнение к " Методическим указаниям по хроматографическому определению ивина в воде и овощах" №4327-87 от 8.06.87)

1.Краткая характеристика соединений

Ивин -N-окись 2,6 - диметилпиридина

N-окись 2,6-лутидин



C_7H_9NO

М.м.123,18

Химически чистое вещество представляет собой бесцветную жидкость со слабым специфическим запахом с температурой кипения 240°С. Легко растворяется в воде,спирте,хлороформе,ацетоне и других органических растворителях.

Ивин-малотоксичное соединение ($ЛД_{50}$ для крыс составляет 1717 мг/кг, для мышей - 1497 мг/кг).

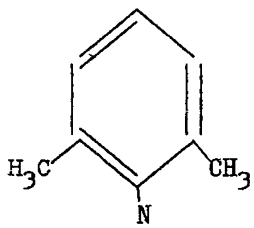
Препарат применяется в виде водных растворов для предпосевной обработки семян овощных культур или клубней картофеля.

ПДК в воде водоемов 0,02 мг/л.МДУ в овощах мг/кг 0,04 мг/кг.

2,6 -лутидин

Разработчики: Ю.А.Бунатян, С.А.Джагацпанян, фил.ВНИИГИНТОКС, г.Ереван

2,6 -диметилпиридин



C_7H_9N

М.м. 107,15

Химически чистое вещество представляет собой бесцветную жидкость с пиридиновым специфическим запахом.Температура кипения 144°С. Растворим в спирте,ацетоне,воде,хлороформе,диэтиловом эфире.

ПДК в воде водоемов и МДУ в пищевых продуктах не установлены.

2.Методика определения ивина и его метаболита 2,6-лутидина в воде, овощах

2.1. Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Методика основана на извлечении ивина и 2,6-лутидина из подщелаченных проб органическим растворителем,концентрировании экстрактов, кислотной очистке(овощи) и хроматографировании в тонком слое силикагеля. Зоны локализации обнаруживаются раствором бромкрезолового пурпурного после ультрафиолетового облучения пластинок.

2.1.2.Избирательность метода

В предлагаемых условиях метод специфичен в присутствии близких по области применения и структуре следующих соединений:гидрела,дигидрела, хлорхолинхлорида,морфола,морфонола,алара,гиббереллина и некоторых производных пиридина-нитрапирина,6-хлорпиколиновой кислоты,2-пиколиновой кислоты,2,6-дипиколиновой кислоты.

2.1.3.Метрологическая характеристика методики

(n=5;p=0,95)

Анализируемый объект	Метрологические параметры					
	Предел опред. мг/кг	Диапазон определяемых конц. мг/кг (л)	Средний %обнаружения $\bar{c}$	Стандартное отклонение $\bar{S}$	Доверит. интервал E	Относительн стандартное отклонение Sr%
1	2	3	4	5	6	7
			Ивин			
Вода	0,02	0,02-0,1	98,4	±2,78	±1,297	±2,82
Картофель	0,08	0,08-0,1	94,0	±3,08	±3,820	±3,00
Томаты	0,08	0,08-0,1	93,0	±2,25	±2,780	±2,42
Огурцы	0,08	0,08-0,1	94,0	±3,37	±4,170	±3,58
			2,6-лутидин			
Вода	0,04	0,04-0,1	97,0	±2,69	±3,78	±2,76
Картофел	0,08	0,08-0,1	85,0	±1,69	±1,97	±1,88
Томаты	0,08	0,08-0,1	81,0	±2,83	±1,17	±3,49
Огурцы	0,08	0,08-0,1	83,0	±2,74	±1,13	±3,30

2.2.Реактивы и материалы

Ивин,х.ч.Стандартный раствор в ацетоне,содержащий 100 мкг/мл, хранят в холодильнике не более 3-х месяцев.

2,6-лутидин,х.ч..Стандартный раствор в ацетоне,содержащий 100 мкг/мл, хранят в холодильнике не более одного месяца.

Хлороформ,х.ч.,ГОСТ 20015-74 .

Ацетон,х.ч.,ГОСТ 2603-79.

Натр едкий,х.ч.,ГОСТ 4328-77,15%-ный водный раствор.

Хлористоводородная кислота конц.,ч,ГОСТ 3118-77,1М водный раствор.

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

Бромкрезоловый пурпурный,чда,ТУ 6-09-1386-76,0,3% раствор в 80%. этиловом спирте с добавлением на 100мл 1,5 мл 15% раствора натра едкого.

Этиловый спирт,х.ч.,ТУ 6-1710-77.

Бутиловый спирт,чда,ГОСТ 6006-78.

Муравьиная кислота,чда,ГОСТ 5848-73.

Пластинки хроматографические "Силуфол" UV-254(ЧССР) размером 15х15.

2.3.Приборы,аппаратура,посуда

Ртутно-кварцевая лампа ПРК-2 или ПРК-4,ТУ 16-535-280-74.

Прибор для отгонки растворителей,ТУ 25-11-917-76 тип ИР-1М.

Колбы мерные,ГОСТ 1770-74,на 100 мл.

Колбы конические,ГОСТ 20292-74,на 250 мл.

Колбы круглодонные,ГОСТ 25336-82,на 100 мл.

Воронки делительные ,ГОСТ 23932-79,вместимостью на 500 мл.

Воронки химические, ГОСТ 23932-79.

Микропипетки на 0,1 мл, ГОСТ 20292-74.

Цилиндры мерные емкостью 50,100 мл,ГОСТ 1770-74.

Камера хроматографическая,ГОСТ 25336-82.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-79.

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" (№2051-79 от 21.08.79). Отобранные пробы анализировать сразу.

2.5. Описание определения

2.5.1. Экстракция

ВОДА. 50 мл воды помещают в коническую колбу, добавляют 2 мл 15%-ного раствора натра едкого и экстрагируют хлороформом (30 мл) на аппарате для встряхивания в течение 1 часа. Экстракцию повторяют еще дважды по 20 мл хлороформом. Объединенный хлороформный экстракт высушивают безводным сернокислым натрием и отгоняют растворитель на ротационном испарителе досуха при температуре 30°С. Остаток количественно наносят на хроматографическую пластинку при помощи ацетона (3х0,5 мл) и хроматографируют.

ОВОЩИ (картофель, огурцы, томаты) 25 г пробы измельчают, помещают в плоскодонную колбу, добавляют 2 мл 15%-ного раствора натра едкого, заливают 30 мл хлороформа и оставляют на 2 часа, периодически интенсивно встряхивая. Экстракцию повторяют еще дважды хлороформом по 30 мл. Объединенные экстракты отфильтровывают через фильтр с безводным сернокислым натрием в круглодонную колбу. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе досуха при температуре 30° С. К сухому охлажденному остатку прибавляют 10 мл раствора 1М хлористоводородной кислоты тщательно ополаскивают колбу и переносят через фильтр в делительную воронку. Колбу еще дважды (по 5 мл) промывают раствором хлористоводородной кислоты и сливают в ту же делительную воронку. Объединенный экстракт нейтрализуют раствором натра едкого, затем добавляют еще 2 мл 15%-го раствора натра едкого (pH раствора 11) и экстрагируют хлороформом. Далее поступают аналогично анализу воды.

2.5.2. Условия хроматографирования

Хроматографирование проводят в системе бутиловый спирт – муравьиная кислота вода в соотношении 7:3:1. После хроматографирования пластинку высушивают и выдерживают под ртутно-кварцевой лампой в течение 25 минут на расстоянии 15–20 см. Затем пластинку опрыскивают раствором бромкрезолового пурпурного. При этом пластинка окрашивается в фиолетовый цвет без видимых зон локализации соединений. Затем пластинку оставляют на воздухе 2–3 мин, фон пластинки

становится желтым,а зоны локализации соединений проявляются в виде серых пятен. Далее пятна закрепляют на пластинке путем обработки 15%-ным раствором натра едкого.Ивин и 2,6-лутидин при этом проявляются в виде фиолетовых пятен на сером фоне с величиной R_f 0,60 и 0,25 соответственно.

2.6.Обработка результатов анализа

Количественная оценка проводится путем сравнения площадей и интенсивности окраски пятен проб и стандартных растворов.

Содержание ивина и 2,6-лутидина в пробе определяют по следующей формуле

$$X = \frac{A \times S_2}{P \times S_1}$$

где X - содержание соединений в пробе, мг/кг (л)

A - количество соединений в пятне стандартного раствора, мкг (в диапазоне линейности);

S_1- площадь стандартного раствора ,$мм^2$;

S_2-площадь пятна пробы,$мм^2$;

P - количество анализируемой пробы, мл (г).

3.Требования техники безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях,а также правила устройства,техники безопаности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР (N 2455-81 от 20.10.81).

gost.e-ecolog.ru