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
№ 6078-91
" 29 июля 1991 г

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИВИНА В БИОЛОГИЧЕСКОМ МАТЕРИАЛЕ

(Дополнение к"Методическим указаниям по хроматографическому определению ивина в воде и овощах" N4327-87 от 8.06.87 г.)

1. Краткая характеристика препарата

Краткую характеристику препарата ивин см на стр.136

2. Методика определения ивина в биологическом материале

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на извлечении ивина из проб органическим растворителем, кислотной очистке экстрактов, реэкстракции препарата и хроматографировании в тонком слое силикагеля. Зоны локализации препарата обнаруживаются: водным раствором крахмала после УФ-облучения и обработки пластинок парами иода, альтернативно реактивом Паули после УФ-облучения.

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-нитраширина,6-хлорпиколиновой кислоты,2-пиколиновой кислоты, 2,6-дипиколиновой кислоты, 2,6- лутидина.

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

2.1.3. Метрологическая характеристика методики

(n=20, P=0,95)

Анализируемый объект	Метрологические параметры: Предел обнаружения мкг/г(мл)	Диапазон определяемых концентраций мкг/г(мл)	Среднее значение %определения	Стандартное отклонение %	Доверительный интервал среднего, %
Печень	0,2	0,2-2	84,5	±2,4	±5,2
Почки	0,2	0,2-2	81,7	±2,2	±4,7
Легкие	0,2	0,2-2	83,8	±2,4	±5,0
Мозг	0,2	0,2-2	82,1	±1,9	±4,0
Селезенка	0,2	0,2-2	85,7	±2,5	±5,3
Сердце	0,2	0,2-2	84,7	±2,1	±4,5
Кровь	0,2	0,2-2	86,4	±2,2	±4,7
Моча	0,4	0,4-2	78,6	±2,1	±4,5
Кал	0,4	0,4-2	77,7	±1,5	±3,2

2.2.Реактивы и материалы

Ивин,х.ч. Стандартный раствор в хлороформе , содержащий 100мкг/мл, действующего вещества,хранить в холодильнике не более 3-х месяцев

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74.

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

Кали едкий, х.ч.,ГОСТ 4203-65,10%-ный водный раствор.

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

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

Пластинки хроматографические "Силуфол" UV-254 (ЧССР).

Бензол,х.ч.,ГОСТ 5955-69.

Уксусная кислота лед.,ГОСТ 61-75.

Иод кристаллический,ч.д.а.,ГОСТ 4139-79.

Крахмал,ГОСТ 10163-76,1%-ный водный раствор.

Сульфаниловая кислота,ч.д.а.,ГОСТ 5821-78.

Натрий азотистокислый,х.ч.,ГОСТ 4197-74.

Спирт этиловый,х.ч.,ТУ 6-1710-77.

Диэтиловый эфир, ч., ГОСТ 6265-74.

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 25336-82,на 100 мл.

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

Воронки делительные, ГОСТ 25336-82,вместимостью 250 мл.

Воронки химические, ГОСТ 25336-82.

Микропипетки,ГОСТ 20292-74,на 0,1 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74,емк.50;100 мл.

Камера хроматографическая, ГОСТ 25336-82.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 25336-82.

Фильтры бумажные "синяя лента".

Камера с парами иода (10-20г кристаллического иода помещают на дно герметически закрытой камеры).

2.4. Подготовка к определению

Приготовление проявляющего реактива Паули: к раствору 25 г сульфаниловой кислоты в 125 мл 10%-ного раствора кали едкого добавляют (при охлаждении) 100 мл раствора нитрита натрия,40 мл концентрированной хлористоводородной кислоты и 20 мл воды.Полученную соль промывают последовательно ледяной водой,этанолом,диэтиловым эфиром и высушивают.При хранении в темной склянке в холодильнике соль устойчива несколько месяцев.Для опрыскивания готовят 0,1 г диазониевой соли в 20 мл 15%-ного раствора едкого натра. Раствор готовят перед употреблением.

2.5.Описание определения

2.5.1.Экстракция и очистка

5 г. измельченного биологического материала (мозг,печень, почки легкие,кал,сердце,селезенка) или 5 мл крови,мочи помещают в плоскодонную колбу и экстрагируют хлороформом трижды по 20 мл. Объединенные экстракты отфильтровывают через бумажный фильтр с безводным сернокислым натрием в колбу для выпаривания. Растворитель отгоняют на ротационном испарителе досуха при температуре не выше 60^{0}С. К сухому остатку добавляют 10 мл 1 М раствора хлористоводородной кислоты, тщательно смывая остаток со стенок колбы.Раствор фильтруют через фильтр "синяя лента" в делительную воронку.Колбу еще дважды ополаскивают по 5 мл 1М раствором хлористоводородной кислоты и сливают в ту же воронку.

Кислотный экстракт нейтрализуют 15% раствором едкого натра и реэкстрагируют ивин хлороформом 3х30 мл. Хлороформный экстракт высушивают безводным сернокислым натрием и отгоняют растворитель на ротационном испарителе досуха при температуре не выше 60^{0}С.

2.5.2. Хроматографирование и проявление

После отгонки растворителя остаток с помощью хлороформа количественно наносят на пластинку "Силуфол" (ЧССР) на расстоянии 1см от нижнего края пластины.Сначала хроматографирование проводят в бензоле. При этом ивин остается на старте, а примеси, содержащиеся в пробе, продвигаются вверх.Пластинку высушивают на воздухе и проводят вторичное хроматографирование в том же направлении в смеси бензол-уксусная кислота в соотношении 1:1,5.После хроматографирования пластинку высушивают и выдерживают под ртутно-кварцевой лампой в течение 10-15 минут.

Затем пластинку или помещают в камеру с парами иода и обрабатывают раствором крахмала, или сразу обрабатывают реактивом Паули. Зоны локализации ивина обнаруживаются в виде синих пятен (пары иода-крахмал) или в виде розовых пятен (реактив Паули) с величиной R_f $0,58^{\pm}0,02$.

2.6. Обработка результатов анализа

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

Содержание ивина в пробе определяют по следующей формуле:

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

X - содержание ивина в пробе, мг/г (мл);

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

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

S_2 - площадь пятна пробы, $мм^2$;

P - количесво анализируемой пробы, г (мл);

3. Требования техники безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР (№ 2455-81 от 20.10.81).

gost.e-ecolog.ru