ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть XI

Москва - 1981

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного врача СССР

А.И.Заиченко

19 октября 1979г.

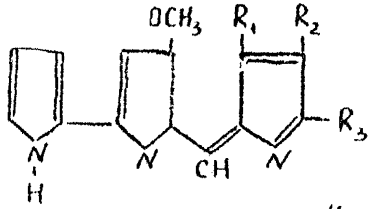
№ 2071-79

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВИТАМИЦИНА А В ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

Настоящие методические указания распространяются на метод определения витамицина А в воздухе рабочей зоны при проведении сельскохозяйственных работ.

I.Краткая характеристика препарата.

Витамицин А – соединение, образуемое актиномицетом оранжевой группы *Act. aureoverticillatus* относится к типу пиррил-дипиррил метеновых соединений. Структурная формула / Хохлова и др. 1964 г./



$R_1 + R_2 + R_3 = C_{11}H_{23}$

Суммарная формула $C_{25}H_{35}N_3O$. Молекулярная масса 393. Точка плавления 192– 194°. По внешнему виду витамицин А представляет собой оранжево-красные призматические кристаллы. Витамицин А хорошо растворим в органических растворителях, не растворим в воде.

Витамицин А является основным действующим началом препарата витамицина, применяемого для повышения продуктивности животных

и птиц.

ПДК в воздухе рабочей зоны 0,001 мг/м^3.

2.Методика определения витамицина А в воздухе методом тонкослойной хроматографии.

2.1.Общие положения

271.1. Принцип метода.

Метод основан на хроматографировании витамицина в тонком слое силикагеля в системе хлороформ-метанол / 9:1/ ,после экстракции с фильтров АФА-ХП-18 или АФА-ВП-10 этиловым спиртом, упаривании досуха и растворении в хлороформе.

Зоны локализации обнаруживаются визуально в виде розовых пятен.

2.1.2. Метрологическая характеристика опыта.

Диапазон определяемых концентраций от 0,2 мкг/м^3 до 3 мг/м^3.

Чувствительность определения - 0,01 мкг в пятне.

Среднее значение определения стандартных препаратов витамицина 85%. Стандартное отклонение - 8.5% Относительное стандартное отклонение - 2.6%

Вещества,входящие в состав препарата не мешают определению.

2.2. Реактивы и растворы.

Этиловый спирт ГОСТ 10749-64

Хлороформ х.ч. ГОСТ 3160-51

Метанол х.ч. ГОСТ 6995-67

Ацетон ГОСТ 2603-71

Стандартный раствор витамицина А с содержанием 40 мкг/мл : 0,0020 г. витамицина А растворяют в хлороформе в мерной колбе емкостью 50 мл.

Рабочий раствор витамицина А с содержанием 4 мкг /мл: готовится из стандартного раствора.

2.3. Приборы и посуда.

Воронки делительные ГОСТ 8613-64 на 50 мл

Микропипетки ГОСТ 1777-64

Колбы грушевидные емкостью 25 мл. ГОСТ 10394-63

Цилиндры мерные на 10 мл

Палочки стеклянные

Камера для хроматографирования ГОСТ 10565-63

Хроматографические пластинки Силуфол производства ЧССР

Весы аналитические тип АДВ-200 м

Испаритель ротационный ГОСТ 1911-59

Фильтры АФА-ХП-18, АФА-ВП-10

2.4.Ход анализа

2.4.1. Отбор проб воздуха.

Воздух протягивают со скоростью 10 л/мин. через фильтр АФА-ХП-18 или АФА-ВП-10. Для анализа необходимо 50 л. воздуха.

2.4.2. Экстракция витамицина с фильтров.

Фильтр переносят в делительную воронку на 25 мл.,заливают 5 мл этилового спирта и экстрагируют 10 минут. Экстракт сливают в грушевидную колбу для отгонки,отжимая фильтр стеклянной палочкой. Фильтр промывают еще раз 5 мл этилового спирта. Экстракты объединяют,упаривают на ротационном испарителе досуха. Сухой остаток растворяют в 0,5 - 1,0 мл хлороформа и проводят хроматографическое определение витамицина.

2.4.3. Условия хроматографирования.

Разрезанную пластинку "Силуфол",размером 70х50 мм помещают в камеру, насыщенную ацетоном и дают подняться растворителю до конца пластинки. Затем пластинку высушивают на воздухе.

На промытую ацетоном пластинку наносят стандартные растворы витамицина А в количестве 0,04; 0,08; 0,16 мкг / соответственно 10, 20, 40 мкл/ и растворанализируемого препарата 10-50 мкл.

Пластинку помещают в камеру для хроматографирования с подвижным растворителем / хлороформ: метанол 9:1 /. После подъема фронта растворителя на высоту 6 см хроматографирование прекращают. Затем пластинку вынимают и сушат на воздухе. Время разделения 10-15 мин. /Rf = 0,35 - 0,38 /. О наличии витамицина в пробе свидетельствует появление на хроматограмме двух розовых пятен. Содержание витамицина А определяют по нижнему пятну, площадь пятна определяют денситометрически.

2.4.4. Обработка результатов анализа.

Расчет витамицина производят по формуле:

$$X = \frac{C \cdot S_x}{S_o \cdot V_o}$$, где

X - содержание витамицина в пробе, в мг/м^3,

C - количество витамицина в стандарте, в мкг.,

S_x - площадь пятна пробы, мм^2

S_o - площадь пятна стандарта, мм^2.,

V_o - объем пропущенного через фильтр воздуха, приведенный к атмосферному давлению 760 мм.рт.ст. и 20°С.

или $X = \frac{A}{V}$, где

X - содержание витамицина в воздухе мг/м^3,

A - содержание в-ва в пробе в мкг,

V - объем воздуха, отобранный для анализа, в литрах.

3. Требования безопасности.

Соблюдаются требования безопасности, рекомендованные для работы с органическими растворителями и бактериальными препаратами.

4. Настоящие методические указания разработаны Е.Б.Кругляк, С.Т.Билуши /ВНИИбакпрепарат, Москва/, Н.М.Кузенко /ВНИИгинтокс, Киев/

gost.e-ecolog.ru