

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

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

Часть XI

Москва - 1981

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государствен-  
ного врача СССР

А.И.Заиченко

19 октября 1979г.

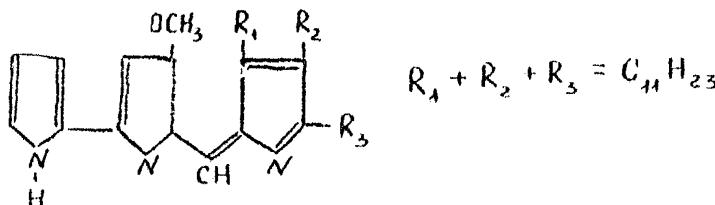
№ 2071-79

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.

Витамин А – соединение, образуемое актиномицетом оранжевой группы *Act. augeoverticillatus* относится к типу пирил-дилипирил метеновых соединений. Структурная формула / Хохлова и др. 1964 г./



Суммарная формула  $C_{25}H_{36}N_3O$ . Молекулярная масса 393. Точка плавления 192–194°. По внешнему виду витамин А представляет собой оранжево-красные призматические кристаллы. Витамин А хорошо растворяется в органических растворителях, не растворим в воде.

Витамин А является основным действующим началом препарата витамин А, применяемого для повышения продуктивности животных.

и птиц.

ПДК в воздухе рабочей зоны 0001 мг/м<sup>3</sup>.

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

### 2.1. Общие положения

#### 2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на хроматографировании витамицина в тонком слое силикагеля в системе хлороформ-метанол / 9:I / , после экстракции о 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<sup>3</sup> до 3 мкг/м<sup>3</sup>.

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 6395-67

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 пластиинки "Силуфол" производства ЧССР

Весы аналитические тип АДВ-200 м

Испаритель ротационный ГОСТ 1911-59

Фильтры АФА-ХЛ-18, АФА-ВП-10

## **2.4. Ход анализа**

### **2.4.1. Отбор проб воздуха.**

Воздух протягивают со скоростью 10 л/мин. через фильтр АФА-ХЛ-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. Экстракти 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 пластиинку "Силуфол", размером 70x50 мм помещают в кюверу, насыщенную ацетоном и дают подняться растворителю до конца пластиинки. Затем пластиинку высушивают на воздухе.

На промокшую ацетоном пластиинку наносят стандартные растворы витамицина А в количестве 0,04; 0,08; 0,16 мкг / соответственно 10, 20, 40 мкг/ и раствор чистилизированного препарата 10-50 мкг.

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.  $R_f = 0,55 - 0,58 /$ . 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:

$$X = \frac{C \cdot S_x}{S_0 \cdot V_0}, \text{ где}$$

$X$  - содержание витамицина в пробе, в  $\text{мг}/\text{м}^3$ ,

$C$  - количество витамицина в стандарте, в  $\text{мкг.}$ ,

$S_x$  - площадь пятна пробы,  $\text{мм}^2$

$S_0$  - площадь пятна стандарта,  $\text{мм}^2$ .

$V_0$  - объем пропущенного через фильтр воздуха, приведенный к атмосферному давлению 760  $\text{мм.рт.ст.}$  и  $20^\circ\text{C}$ .

$$\text{или } X = \frac{A}{V}, \text{ где}$$

$X$  - содержание витамицина в воздухе  $\text{мг}/\text{м}^3$ ,

$A$  - содержание в-ва в пробе в  $\text{мкг.}$ ,

$V$  - 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 /ВИИБактрепарат, Москва/, Н.М.Кузенко /ВИИГиптокс, Киев/