

**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

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государствен-
ного врача СССР

А.И. Заиченко

19 октября 1979г.

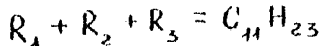
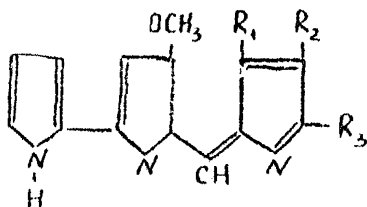
№ 2071-79

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВИТАМИНА А
В ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОИНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

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

I. Краткая характеристика препарата.

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



Суммарная формула $C_{25}H_{25}N_3O$. Молекулярная масса 396. Точка плавления 192–194°. По внешнему виду витамин А представляет собой оранжево-красные призматические кристаллы. Витамин А хорошо растворим в органических растворителях, не растворим в воде.

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

и птиц.

ЩДК в воздухе рабочей зоны 0,001 мг/м³.

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

2.1. Общие положения

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на хроматографировании витамина 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/м³ до 3 мг/м³.

Чувствительность определения - 0,01 мкг в пятне.

Среднее значение определения стандартных препаратов витамина 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 витамина А с содержанием 40 мкг/мл :
0,0020 г. витамина А растворяют в хлороформе в мерной колбе емкостью 50 мл.

Рабочий раствор витамина 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 витамина 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 витамина.

2.4.3. Условия хроматографирования.

Разреженную пластинку "Силуфол", размером 70x50 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 витамина А в количестве 0,04; 0,08; 0,16 мкг / соответственно 10, 20, 40 мкг/ и раствор анализируемого 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. /Rf = 0,35 - 0,38 /. О наличии витамина в пробе свидетельствует появление на хроматограмме двух розовых пятен. Содержание витамина А определяют по нижнему пятну, площадь пятна определяют денситометрически.

2.4.4. Обработка результатов анализа.

Расчет витамина производят по формуле:

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

X - содержание витамина в пробе, в мг/м³,

C - количество витамина в стандарте, в мкг.,

S_x - площадь пятна пробы, мм²

S₀ - площадь пятна стандарта, мм².,

V₀ - объем пропущенного через фильтр воздуха, приведенный к атмосферному давлению 760 мм.рт.ст. и 20°C.

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

X - содержание витамина в воздухе мг/м³,

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.В.Кругляк,

С.Т.Билуши /ВНИИОБХпрепарат, Москва/, Н.М.Кузенко /ВНИИриптикс, Киев/