

**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.**

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

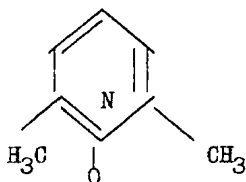
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ОПРЕДЕЛЕНИЮ ИВИНА И ЕГО МЕТАБОЛИТА 2,6-ЛУТИДИНА В ВОДЕ,
ОВОЩАХ (КАРТОФЕЛЬ, ОГУРЦЫ, ТОМАТЫ)

(Дополнение к "Методическим указаниям по хромото-
графическому 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 H NO
7 9

М.м. 123,18

Химически чистое вещество представляет собой бесцветную жид-
кость со слабым специфическим запахом с температурой кипения 240⁰С.
Легко растворяется в воде, спирте, хлороформе, ацетоне и других органи-
ческих растворителях.

Ивин - малотоксичное соединение (ЛД₅₀ для крыс составляет 1717 мг/кг,
для мышей - 1497 мг/кг).

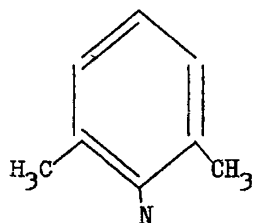
Препарат применяется в виде водных растворов для предпосевной
обработки семян овощных культур или клубней картофеля.

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 H N
7 9

М.м. 107,15

Химически чистое вещество представляет собой бесцветную жидкость с пиридиновым специфическим запахом. Температура кипения 144^oС.

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, хлорколиноклорида, морфола, морфонола, алара, гибберелина 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 В | Относительное стандартное отклонение Sr% |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Ивин | | | | | | |
| Вода | 0,02 | 0,02-0,1 | 98,4 | $\pm 2,78$ | $\pm 1,297$ | $\pm 2,82$ |
| Картофель | 0,08 | 0,08-0,1 | 94,0 | $\pm 3,08$ | $\pm 3,820$ | $\pm 3,00$ |
| Томаты | 0,08 | 0,08-0,1 | 93,0 | $\pm 2,25$ | $\pm 2,780$ | $\pm 2,42$ |
| Огурцы | 0,08 | 0,08-0,1 | 94,0 | $\pm 3,37$ | $\pm 4,170$ | $\pm 3,58$ |
| 2,6-лутидин | | | | | | |
| Вода | 0,04 | 0,04-0,1 | 97,0 | $\pm 2,69$ | $\pm 3,78$ | $\pm 2,76$ |
| Картофель | 0,08 | 0,08-0,1 | 85,0 | $\pm 1,69$ | $\pm 1,97$ | $\pm 1,88$ |
| Томаты | 0,08 | 0,08-0,1 | 81,0 | $\pm 2,83$ | $\pm 1,17$ | $\pm 3,49$ |
| Огурцы | 0,08 | 0,08-0,1 | 83,0 | $\pm 2,74$ | $\pm 1,13$ | $\pm 3,30$ |

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 серноокислый 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 15x15.

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.

Микрошплетки 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 (3x0,5 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 (рН 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, мм²;

S_2 - площадь пятна пробы, мм²;

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 безопасности, производственной санитарии, противэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях, отделах санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР (N 2455-81 от 20.10.81).