

СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ
МИКРОКОЛИЧЕСТВ
ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ
ПИТАНИЯ,
КОРМАХ
И ВНЕШНЕЙ
СРЕДЕ

Том 2

СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ
МИКРОКОЛИЧЕСТВ
ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ
ПИТАНИЯ,
КОРМАХ
И ВНЕШНЕЙ
СРЕДЕ

В ДВУХ ТОМАХ

Том 2



МОСКВА ВО «АГРОПРОМИЗДАТ» 1992

Утверждено 05.06.78 № 1872—78

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТРИХОТЕЦИНА В ВОЗДУХЕ*

Краткая характеристика препарата. Трихотецин — антибиотик фунгицидного действия, продуцируемый грибом *Trichotecium roseum*. Применяется для защиты огурца от поражения мучнистой росой. Представляет собой изокротиловый эфир кетоспирта трихотеколона. Брутто-формула $C_{19}H_{24}O_6$. Молекулярная масса 333,5. Т.пл. 118 °С. В воде практически не растворим, хорошо растворяется в спирте, ацетоне, диметилформамиде, хлороформе. Выпускается микробиологической промышленностью в форме 1%-ного дуста и 10%-ного смачивающегося порошка с наполнителем каолином. ОБУВ трихотецина в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м³.

Принцип метода. Метод основан на хроматографии трихотецина в тонком слое силикагеля. Подвижный растворитель — смесь дихлорэтана и ацетона в соотношении 9:1. Зона локализации антибиотика обнаруживается с помощью ультрахемископа.

Метрологическая характеристика метода. Нижний предел обнаружения 0,5 мкг в анализируемом объеме. Погрешность определения ±15%. Диапазон измеряемых концентраций 0,1—4,0 мг/м³. Определению мешают вещества, поглощающие УФ-свет при длине волны 254 нм.

Реактивы и материалы, приборы и посуда. Этиловый спирт. Ацетон. Дихлорэтан х.ч. Стандартный раствор трихотецина 1 мг/10 мл, приготовлен-

* Разработаны Е. Б. Кругляк, С. Г. Билуши (ВНИИбакпрепарат); Н. М. Кузенков (ВНИИГИНТОКС).

ный на хлороформе. Хлороформ х.ч. Весы аналитические. Воронки делительные. Испаритель ротационный. Колбы грушевидные на 25 мл. Камера для хроматографирования. Микропипетки. Пластинки «Силуфол» УФ₂₅₄. Палочки стеклянные. Ультрахемископ типа «Хроматоскоп» либо другой аналогичный. Цилиндры мерные.

Отбор проб воздуха. Пробу воздуха отбирают на фильтры АФА-ХП-18 с помощью электроасpirатора со скоростью 10 л/мин в течение 30 мин.

Ход анализа. Фильтры с отобранной пробой помещают в делительную воронку на 25 мл, заливают 5—10 мл этилового спирта и экстрагируют, встряхивая 1 мин. Экстракт сливают в грушевидную колбу на 25 мл для отгонки и проводят повторную экстракцию. Спиртовые экстракты объединяют и упаривают на ротационном испарителе при слабом разрежении до суха. Сухой остаток растворяют в 0,5—1,0 мл хлороформа (в зависимости от предполагаемого количества трихотецина) и проводят хроматографическое определение антибиотика.

На предварительно промытую ацетоном и высушенную на воздухе пластинку «Силуфол» УФ₂₅₄ размером 70×50 мм на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки и 1,0 см от вертикального края при помощи микропипетки наносят 3 пробы стандартных растворов одинакового объема. В промежутках между пятнами стандартных растворов наносят такой же объем исследуемой пробы. Размер пятна на линии старта (диаметр) 2—4 мм.

Пластинку помещают под углом в хроматографическую камеру с подвижной системой, состоящей из дихлорэтана с ацетоном в соотношении 9:1. Камеру предварительно выдерживают в течение 15—20 мин в закрытом состоянии для насыщения парами растворителей.

После развития хроматограммы пластинку вынимают из камеры, высушивают на воздухе и просматривают в УФ-свете с помощью ультрахемископа. Трихотецин обнаруживается на хроматограмме в виде малинового пятна (R_f 0,36±0,04).

Количественное определение проводят путем сравнения площади пятна пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по размеру к площади пробы. Площадь пятен измеряют планиметром.

Количество трихотецина в воздухе (X , мг/м³) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{CS_x}{S_0V_0},$$

где C — количество трихотецина в стандарте, мкг; S_x — площадь пятна пробы, мм²; S_0 — площадь пятна стандарта, мм²; V_0 — объем пропущенного воздуха, приведенный к атмосферному давлению 101,3 Па и температуре 20 °С, м³.

Требования безопасности. Соблюдаются меры безопасности, рекомендуемые для работы с химическими реактивами.