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 VIII

Москва - 1977 г.

gost.e-ecolog.ru

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

Утверждено
Министерством здравоохранения
СССР
1976 г.

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

Часть УIII

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

Москва - 1977 г.

ГАЗО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОЗАЛОНА И МИЛЬБЕКСА В БИОЛОГИЧЕСКОМ МАТЕРИАЛЕ ТЕПЛОКРОВНЫХ

КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПРЕПАРАТА

Фозалон / бензофосфат / - О, Одиэтил - S - / 6 хлорбензоксазолинон-2- ил -3 метил / дитиофосфат. Температура плавления 47-48°. Растворимость в воде 10 мг/л. хорошо растворим в органических растворителях.

Мильбекс - смесь 4-хлорфенил-2,4,5 - трихлорфенилазосульфида и 4,4 дихлордифенилметилкарбинола. Нерастворим в воде. Хорошо растворим в органических растворителях.

ПРИНЦИП МЕТОДА*

Метод основан на извлечении препаратов органическим растворителем и последующем определении способом газовой хроматографии.

Чувствительность определения - 0,5 мкг/мл пробы.

Среднее обнаружение - 75-80%.

Реактивы и растворы

Гексан, перегнанный

Ацетон, х.ч.

Кислота соляная, 0,5 н.

Натрий сульфат, б/в, прокаленный

Натрий сульфат 2% раствор

Натрий хлористый, 1% раствор

Диметилформамид

Носитель для колонки - хромотон N - A W, 80-100 меш

Неподвижная фаза - 5%SE-30

Стандартный раствор фозалона и мильбекса 5 и 1 мкг/мл.

---

* Разработан ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс. Авторы Д.Б.Гиренко, З.Златев, М.А.Клисенко, утвержден 20 декабря, № 1558-76.

Приборы и посуда

Колбы конические емк. 50 мл
Воронки химические
Воронки делительные емк. 50 мл, 150 мл
Прибор для отгонки растворителей
Цилиндры мерные
Ступка фарфоровая
Хроматограф с детектором по захвату электронов / Цвет-106, Цвет-5 и др. /
Баллон с азотом, содержание 0_2 не более 0,003%
Микрошприц на 10 мкл

Описание определения

Кровь - к 5 мл цельной крови прибавляют 2-3 мл 1% раствора NaCl , хорошо перемешивают и переносят количественно в делительную воронку.

Моча - к 5-10 мл мочи прибавляют 1-2 мл 0,5 н HCl , хорошо перемешивают и переносят пробу количественно в делительную воронку.

Препараты экстрагируют трижды по 10-15 мл гексана. Отделяют органический слой, сушат б/в сульфатом натрия и упаривают досуха на ротационном испарителе / прибор для отгонки растворителей /.

Печень, почки - 2-5 г ткани растирают в ступке с 1 г сульфата натрия 2-3 мин, смесь количественно переносят в коническую емкость 50 мл и заливают ~ 10 мл смеси ацетон-гексан / 1:1 /. Встряхивают периодически в течение 20 мин. Экстракцию повторяют дважды. Фильтруют раствор через слой сульфата натрия и упаривают до объема 3-5 мл.

Пробу количественно переносят в делительную воронку гексаном, приливают 5-7 мл диметилформамида, встряхивают 2-3 раза. После разделения фаз нижний слой диметилформамида / ДМФ / переносят в делительную воронку, содержащую 120-150 мл 2% раствора сульфата натрия и 20 мл гексана. Встряхивают 1-2 мин. При этом препараты переходят в гексан, а коэкстрактивные ве-

щества остаются в водном растворе. Водный слой экстрагируют свежими 20 мл гексана, объединяют фракции гексана, сушат б/в Na_2SO_4 , упаривают досуха.

Перед хроматографированием остаток растворяют в I мл гексана и аликвотную часть / 3-6 мкл / хроматографируют.

Условия хроматографирования

Хроматограф с детектором по захвату электронов
Шкала $2{,}5 \cdot 10^{-11}$а
Скорость движения ленты самописца 6 мм/мин
Колонка стеклянная, длина I м, диаметр 3 мм
Носитель - хромотон W -A W с 5% S E-30
Температура колонки - 195^{0}, испарителя -220^{0}, детектора-220^{0}
Скорость газа-носителя / азота / - 60 мл/мин.

При указанных выше условиях мильбекс дает 2 пика, соответствующих смеси компонентов и время удерживания составляет:

мильбекс - I пик - 4,8 мин; II пик - 6,I мин, фозалон - I2,8

Расчет ведут по общепринятым формулам. Среднее обнаружение составляет 75-80%. Чувствительность определения 0,5 мкг/мл/г/ пробы.

gost.e-ecolog.ru