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 XII

Москва -1982

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"

заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

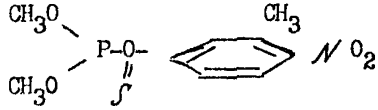
_____ А.И. Заиченко

I9 октября I979 г. № 2075-79

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МЕТАТИОНА В ОРГАНАХ И ТКАНЯХ ЖИВОТНЫХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

I. Характеристика анализируемого пестицида

Метатион-О,О-диметил-О(3-метил-4-нитрофенил)тиофосфат.



$C_9H_{I2}O_5P$ Мол. масса 227,24. Температура кипения-95°. Летучесть 0,82 мг/м^3 при 20°. Плотность I,308 г/см^3. Вязкость 20,8. В чистом виде светлая жидкость со слабым неприятным запахом. Хорошо растворима в большинстве органических растворителей.

Препарат используют как инсектоакарицид в плодоводстве, овощеводстве, для борьбы с вредителями декоративных и сельскохозяйственных культур, а также против членистоногих в животноводстве. Ряд зарубежных авторов относят метатион к малотоксичным соединениям для теплокровных животных. ПДК в воздухе рабочей зоны - 0,I мг/м^2 с пометкой "опасно при попадании на кожу". Опрыскивание садов, овощных и других культур необходимо прекращать за 20 дней до сбора урожая, хранилищ - за 7 дней до загрузки.

$ЛД_{50}$ для белых мышей составляет I943 мг/кг, белых крыс - 342-433 мг/кг.

2. Газохроматографический метод определения метатиона в органах и тканях животных

2.I. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на извлечении метатиона из исследуемого материала ацетоном, переэкстракции из водноацетонового слоя в гексан, упаривании и переведении остатка в ацетон с последующим определением на газовом хроматографе с термоионным детектором.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Предел обнаружения метатиона в органах и тканях животного происхождения 0,I мкг в пробе I0 г или 0,0I мг/кг. Среднее значение определения стандартных количеств пестицида для 5 концентраций (0,I; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 нг) составляет 86%±3,5 при P=0,95 и n =5. Определению метатиона не мешают другие пестициды, применяемые в животноводстве.

2.2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Ацетон C_3H_6O ЭП-2-ОСЧ 9-5 ТУ 6-09-35I3-75

Гексан C_6H_{I4} ТУ 6-09-3375-73

Натрий сернокислый безводный ч.д.а. Na_2SO_4 ГОСТ 4I66-66

Уксусная кислота CH_3CO_2H (I%-ный р-р)

Стандартный раствор метатиона в ацетоне (0,I; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 нг I мкг/мл).

Азот особой чистоты N_2 - 97,5; O_2 - 2,5 ГОСТ [illegible]93-74

Водород электролитический - системы газоснабжения ТИПА СГС-2 ТУ-6-09-I550-044-72

Воздух от компрессора с внутренним давлением ГСВ-0,6/I2 модели I55-265.

Спирт гидролизный ГОСТ 59-62-67.

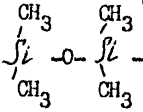
2.3. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Газовый хроматограф марки "Цвет-106" или аналогичный прибор, снабженный термионным детектором.

Компрессор КВ-10 ГОСТ 8318-57.

Хроматографическая стеклянная колонка длиной 900 мм, диаметром 3 мм, заполненная хроматоном N-A W 80-100 меш(93% SiO_2, 3,3% Al_2O_3, 0,04% Fe_2O_3, 0,02% TiO_2, 0,5% CaO+MgO, 3,4% Na_2O+K_2O).

Силоксановый каучук 5% SE-30



Вытяжной шкаф типа ЛФ-116/А

Микрошприц на 10мкл- МШ-10

Склянки с притертой пробкой на 100 мл.

Пипетки от 0,1 до 10 мл ГОСТ 20292-74

Делительные воронки на 250 мл.

Цилиндры на 50 и 100 мл. ГОСТ 20292-74

Делительные воронки на 250 мл.

Цилиндры на 50 и 100 мл. ГОСТ 50/2-73

Шкаф сушильный электрический 2В-151 ТУ 642121411276

Пробирки с притертой пробкой 5-20 мл-14/27

Фарфоровые чашки ГОСТ 9147-73

Колбы мерные от 10 до 100 мл ГОСТ 1770-64

Фильтры обеззоленные ТУ-6-09-1678-72

2.4. ПОДГОТОВКА К ОПРЕДЕЛЕНИЮ.

2.4.1. Подготовка колонки

Колонку стеклянную промывают трехкратно смесью ацетон-гексан

в соотношении (I:I), затем гидролизным спиртом. Сушат ее в термостате при T^{0}-200^{0}С; после этого заполняют фазой, продувают азотом в течение 24 часов при температуре в термостате колрнки 240^{0}С.

Градуировочная характеристика - для количественного определения метатиона получают градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика (в мм) от количества наносимого препарата метатиона с содержанием 0,00I до 0,8 мкг/мл интервалом между концентрациями 0,2 мкг/мл.

2.4.2. Условия хроматографирования

Хроматограф "Цвет-I06" с термоионным детектором (ДТИ), рабочая шкала электрометра $2xI0^{-I0}$А. Скорость протяжки ленты самописца I0 мм/мин. Температура: колонки 200^{0}, испарителя 230^{0}. Скорость газоносителя: азота - 24 мл/мин., Водорода - I8 мл/мин. и воздуха - 200 мл/мин. В испаритель вводят I-5 мкл анализируемого раствора. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,I до I нг. Минимальное детектированное количество 0,I нг. Время удерживания метатиона I,5 мин.

При вышеописанных условиях, метатион из стандартных растворов дает один пик.

2.5. ПРОВЕДЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

2.5.I. Экстракция

Пробу весом I0 г измельчают ножницами, помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона и 0,I мл I%-ного раствора уксусной кислоты, тщательно перемешивают смеси

и помещат в холодильник на 60 мин.

Затем сливают через бумажный фильтр в делительную воронку. Склянку ополаскивают 10 мл ацетона, смыв, сливают в эту же делительную воронку, затем добавляют 50 мл дистиллированной воды, в нее 50 мл н-гексана, тщательно встряхивают в течение 1 мин. Ставят в штатив для разделения слоев, нижний слой отбрасывают, а верхний сливают в фарфоровую чашку и выпаривают досуха в токе воздуха. Чашку ополаскивают 5 мл ацетона, сливают содержимое в градуированную пробирку с притертой пробкой, доводят объем до 5 мл, добавляют в нее 0,5 г сульфата натрия и хроматографируют.

2.6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Количественное определение метатиона проводят методом сопоставления высоты пика со стандартными. Вычисления проводят по формуле

$$C_{\text{метатиона}} \quad \frac{H_p \cdot C_{ст.} \cdot У}{H_{ст} \cdot У_a \cdot А} \text{ мг/л или мг/кг, где}$$

H_p – высота пика анализируемой пробы в мм

$H_{ст}$ – высота пика стандарта в мм

$C_{ст}$ – содержание метатиона в стандарте в мг

У – объем раствора, из которого отбирают аликвот для исследования

$У_a$ – аликвотная часть, которую вводят в испаритель в (2–5 мкл)

А – навеска анализируемого образца в г или в мл.

3. Техника безопасности

Соблюдаются правила по технике безопасности, рекомендуемые при работе с органическими растворителями.

Авторы: Королев Б.А. – с.н.с., канд.вет.наук, ВНИИВЭА, г.Тюмень
Домецкая М.Д. – с.н.с. ВНИИВЭА, г.Тюмень.

gost.e-ecolog.ru