

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

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

Часть VIII

Москва - 1977 г.

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 УІІІ

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 - 8 - / 6 хлорбензо-
эксазолинон-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 н - А w, 80-100 меш

Неподвижная фаза - 5%Э-30

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

* Разработан ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс. Авторы Д.Б.Гаренко, З.Златев, М.А.Клясеенко, 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 O_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 $NaCl$, хорошо перемешивают и переносят пробу количественно в делительную воронку.

Препараты экстрагируют трижды по 10–15 мл гексана. Отделяют органический слой, сумат 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 1 мл гексана и аликвотную часть / 3-6 мкл / хроматографируют.

Условия хроматографирования

Хроматограф с детектором по захвату электронов

Шкала $2,5 \cdot 10^{-11} \text{А}$

Скорость движения ленты самописца 6 мм/мин

Колонка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3 мм

Носитель - хромотон W-AW с 5% S E-30

Температура колонки - 195° , испарителя - 220° , детектора - 220°

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 - 6,1 мин, фозалон - 12,8

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