

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

заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

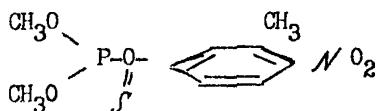
А.И. Заиченко

19 октября 1979 г. № 2075-79

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

I. Характеристика анализируемого пестицида

Метатион-0,0-диметил-0(3-метил-4-нитрофенил)тиофосфат.



$C_9H_{12}O_5P$ Мол. масса 227,24. Температура кипения -95° . Летучесть 0,82 мг/м³ при 20° . Плотность 1,308 г/см³. 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 ~ 0,1 мг/м³ с пометкой "опасно при попадании на кожу". Опрыскивание садов, винограда и других культур необходимо прекращать за 20 дней до сбора урожая, хранилищ - за 7 дней до загрузки.

ЛД₅₀ для белых мышей составляет 1943 мг/кг, белых крыс - 242-233 мг/кг.

2. Газохроматографический метод определения метатиона в органах и тканях животных

2.1. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

2.1.1. Принцип метода

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

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Предел обнаружения метатиона в органах и тканях животного происхождения 0,1 мкг в пробе 10 г или 0,01 мг/кг. Среднее значение определения стандартных количеств пестицида для 5 концентраций (0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 нг) составляет $86\% \pm 3,5$ 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 МЛ-2-00Ч 9-5 ТУ 6-09-3513-75

Гексан C_6H_{14} ТУ 6-09-3375-73

Натрий сернокислый безводный ч.л.с. Na_2SO_4 ГОСТ 4166-66

Уксусная кислота CH_3CO_2H (1%-ный р-р)

Стандартный раствор метатиона в ацетоне (0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 нг 1 мкг/мл).

Азот особой чистоты N_2 - 97,5; O_2 - 2,5 ГОСТ 4993-74

Водород электролитический - системы газоснабжения ТИША СГС-2 ТУ-6-09-1550-044-72

Воздух от компрессора с внутренним давлением ГСВ-0,6/12 модели 155-265,

Спирт гидролизный ГОСТ 59-62-67.

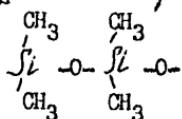
2.3. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Газовый хроматограф марки "Цвет-И06" или аналогичный прибор, снабженный термоческим детектором.

Компрессор КВ-10 ГОСТ 8318-57.

Хроматографическая стеклянная колонка длиной 900 мм, диаметром 3 мм, заполненная хроматоном №-АЧ 80-100 меш(93% Si O₂, 3,3% M₂O₃, 0,04% Fe₂O₃, 0,02% Ti O₂, 0,5% CaO+MgO, 3,4% Na₂O+K₂O).

Силоксановый каучук 5% f E-30



Вытяжной шкаф типа ЛФ-116/А
Микроприц на 10мл- 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-И4/27

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 $^{\circ}$ С; после этого заполняют фазой, продувают азотом в течение 24 часов при температуре в термостате колонки 240 $^{\circ}$ С.

Градуировочная характеристика - для количественного определения метатионина получают градуировочную характеристику, выражющую зависимость высоты пика (в мм) от количества наносимого препарата метатионина с содержанием 0,001 до 0,8 мкг/мл интервалом между концентрациями 0,2 мкг/мл.

2.4.2. Условия хроматографирования

Хроматограф "Цвет-106" с термоионным детектором (ДТИ), рабочая шкала электрометра 2×10^{-10} А. Скорость протяжки ленты самописца 10 мм/мин. Температура: колонки 200 $^{\circ}$, испарителя 230 $^{\circ}$. Скорость газоносителя: азота - 24 мл/мин., Водорода - 18 мл/мин. и воздуха - 200 мл/мин. В испаритель вводят 1-5 мкл анализируемого раствора. Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,1 до 1 нг. Минимальное детектирование количества 0,1 нг. Время удерживания метатионина 1,5 мин.

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

2.5. ПРОВЕДЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

2.5.1. Экстракция

Пробу весом 10 г измельчают ножницами, помещают в склянку с притертой пробкой, заливают 30 мл ацетона и 0,1 мл 1%ный раствор уксусной кислоты, тщательно перемешивают смеси

и помещают 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

$$C_{\text{метатиона}} = \frac{H_p \cdot C_{\text{ст}} \cdot Y}{H_{\text{ст}} \cdot Y \cdot A} \text{ мг/л или мг/кг, где}$$

H_p — высота пика анализируемой пробы в мм

$H_{\text{ст}}$ — высота пика стандарта в мм

$C_{\text{ст}}$ — содержание метатиона в стандарте в мг

Y — объем раствора, из которого отбирают аликовот для исследования

Y_a — аликовотная часть, которую вводят в испаритель в (2-5 мкл)

A — навеска анализируемого образца в г или в мл.

3. Техника безопасности

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

Авторы: Королев В.А. — с.н.с., канд.вет.наук, ВИИВЭА, г.Тюмень
Домецкая М.Д. — с.н.с. ВИИВЭА, г.Тюмень.