

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 Государст-  
венного санитарного врача СССР

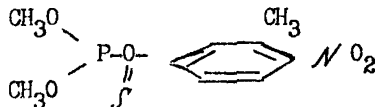
А.И. Заиченко

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.



$\text{C}_9\text{H}_{12}\text{O}_5\text{P}$  Мол. масса 227,24. Температура кипения-95°. Лету-  
честь 0,82 мг/м<sup>3</sup> при 20°. Плотность 1,308 г/см<sup>3</sup>. Вязкость 20,8.  
В чистом виде светлая жидкость со слабым неприятным запахом. Хо-  
рошо растворима в большинстве органических растворителей.

Препарат используют как инсектоакарицид в плодоводстве, ово-  
щеводстве, для борьбы с вредителями декоративных и сельскохозяйст-  
венных культур, а также против членистоногих в животноводстве.  
Ряд зарубежных авторов относят метатион к малотоксичным соедине-  
ниям для теплокровных животных. ПДК в воздухе рабочей зоны -  
0,1 мг/м<sup>2</sup> 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<sub>50</sub> для белых мышей составляет 1943 мг/кг, белых крыс -  
242-133 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, переэкстракции 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  $C_3H_6O$  ЛП-2-ОСЧ 9-5 ТУ 6-09-3513-75

Гексан  $C_6H_{14}$  ТУ 6-09-3375-73

Натрий серноокислый безводный ч.д.в.  $N/a_2S_2O_4$  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 9093-74

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

Воздух от компрессора с внутренним давлением ГСВ-0,6/12 модели 155-2ББ.

Синтет гидролизный ГОСТ 59-62-67.

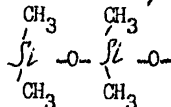
## 2.3. ПРИБОРЫ И ПОСУДА

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

Компрессор КВ-10 ГОСТ 8318-57.

Хроматографическая стеклянная колонка длиной 900 мм, диаметром 3 мм, заполненная хроматоном  $N-AW$  80-100 меш (93%  $SiO_2$ , 3,3%  $N_2O_3$ , 0,04%  $Fe_2O_3$ , 0,02%  $TiO_2$ , 0,5%  $CaO+MgO$ , 3,4%  $N_2O+K_2O$ ).

Силоксановый клаучук 5%  $E-30$



Вытяжной шкаф типа ЛФ-116/А

Микрошприц на 10 мкл- МШ-10

Слянки 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 промывает трехкратно смесью ацетон-гексан

в соотношении (1:1), затем гидролизным спиртом. Сушат ее в термостате при  $T^{\circ} - 200^{\circ}C$ ; после этого заполняют фазой, продувают азотом в течение 24 часов при температуре в термостате колорки  $240^{\circ}C$ .

Градуировочная характеристика - для количественного определения метатиона получают градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика ( в мм ) от количества наносимого препарата метатиона 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  $2 \times 10^{-10}$  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 детектированное количество 0,1 нг. Время удерживания метатиона 1,5 мин.

При вышеописанных условиях, метатион 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 помещат в холодильник на 60 мин.

Затем сливают через бумажный фильтр в делительную воронку. Слянку ополаскивают 10 мл ацетона, омыв, 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

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

$H_p$  - высота пика анализируемой пробы в мм

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

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

$U$  - объем раствора, из которого отбирают аликвот для исследования

$U_a$  - аликвотная часть, которую вводят в испаритель в (2-5 мл)

$A$  - навеска анализируемого образца в г или в мл.

### 3. Техника безопасности

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

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