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

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

Часть 17-я

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

Москва — 1988

gost.e-ecolog.ru

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

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

Часть 17-я

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

Москва - 1988г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Агропрома СССР и лабораторий других министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками Госагропрома СССР

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМШиТМ им.Марциновского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председатель), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, М.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

" УТВЕРЖДАЮ "
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАИЧЕНКО
" 2I " ноября I985 г.
№ 402I-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ДИМЕТИЛСУЛЬФАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$(CH_3O)_2SO_2$

М.м. I26,I3

Диметилсульфат - бесцветная жидкость, не имеющая запаха. Температура кипения I88,3-I88,6°С. Очень летуч. Летучесть при 20°С 3300 мг/м^3. Растворимость в воде 2,8% при 20°С. Хорошо растворим в этиловом спирте, диэтиловом эфире и других органических растворителях. Легко омыляется водой. Присутствие кислоты ускоряет гидролиз. При перегонке частично разлагается. В воздухе рабочей зоны может находиться в виде паров.

I.Характеристика метода

I. Определение основано на хроматографировании продукта взаимодействия диметилсульфата с п-нитрофенолятом натрия- п-нитроанизола в тонком слое силикагеля и последующем его обнаружении орто-толидином.

2.Отбор проб проводится с концентрированием (силикагель).

3.Предел измерения 5 мкг в анализируемом объеме.

4.Предел измерения в воздухе 0,05 мг/м^3(при отборе 60 л).

5.Диапазон измеряемых концентраций 0,05-0,25 мг/м^3.

6. Определению не мешают линурон, метиловый спирт, хлористый метилен 3,4-дихлорфенилизоцианат, которые могут находиться в воздухе рабочей зоны производства линурон.

7. Границы суммарной погрешности измерений ± 15%.

8. Предельно допустимая концентрация ДМС в воздухе 0,1 мг/м^3.

П. Реактивы, растворы и материалы

Ацетон, осч, ГОСТ 2603-79.

Гексан, чда, ТУ-6-09-3375-78, свежеперегнанный.

Силикагель КСК, фракция между ситом 0,5 и 0,25 мм. Силикагель помещают в круглодонную колбу, заливают ацетоном и пять раз промывают силикагель свежими порциями ацетона, каждый раз декантируя растворитель. Ацетона должно быть по объему в 1,5-2 раза больше объема силикагеля. Отмытый силикагель заливают свежей порцией ацетона и содержим е колбы кипятят с обратным холодильником на горячей водяной бане в течение 30 мин. После охлаждения колбы декантируют ацетон, колбу подсоединяют к ротационному вакуумному испарителю, и с его помощью полностью отгоняют ацетон. Силикагель переносят в фарфоровую чашку и досушивают силикагель на воздухе, после чего хранят в склянке с притертой пробкой.

Сульфат натрия, чда, безводный, ГОСТ 4166-76.

NaCl, хч, ГОСТ 4233-77.

Четыреххлористый углерод, хч, ГОСТ 20288-74.

NaOH , чда, ГОСТ 4328-77, 0,1 н раствор.

Бензол, чда, ГОСТ 5955-75.

п-Нитрофенолят натрия, ч, ТУ 6-09-11-1266-79.

Калий марганцевокислый, чда, ГОСТ 20490-75

Соляная кислота, чда, ГОСТ 3118-77, конц.

Уксусная кислота, чда, ГОСТ 61-75, ледяная

Иодид калия, чда, ГОСТ 4232-74

о-Толидин, чда,

Стекловолокно, промытое ацетоном, прокипяченное в том же раство-

рителе. После высушивания хранят в склянке с притертой пробкой.

Стандартные растворы ДМС в гексане с содержанием 100 мкг/мл (раствор 1) и 10 мкг/мл (раствор 2).

Стандартный раствор 1 готовят растворением 10 мг ДМС в гексане в мерной колбе на 100 мл. Для приготовления стандартного раствора 2 из раствора 1 пипеткой отбирают 10 мл, переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки гексаном. Стандартные растворы 1 и 2 стабильны при хранении в холодильнике в течение одного месяца.

Ш. Приборы и посуда

Аспирационное устройство, ТУ 64-1-862-77

Поглотительная трубка длиной 10 см, внутренним диаметром 1 см с оттянутым кончиком для подсоединения к аспирационному устройству.

Ротационный вакуумный испаритель с набором колб, ИР-1М, ТУ-25-11-917-76 или аналогичный.

Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол $УФ_{254}$", ЧССР, 150х150 мм.

Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75 или аналогичная.

Делительные воронки, ГОСТ 8613-75, на 100 мл.

Конические колбы, ГОСТ 9737-70, на 50, 100 и 250 мл.

Пипетки с делениями, ГОСТ 20292-74, на 1, 5 и 10 мл.

Мерные цилиндры, ГОСТ 1770-74, на 50 и 100 мл.

Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-74.

Круглодонные колбы, ГОСТ 9737-70, на 50 и 250 мл.

Пробирки градуированные с пришлифованными пробками, ГОСТ 10515-75, на 10 мл.

IУ. Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 2 л/мин аспирируют через поглотитель, содержащий тампон из стекловолокна и 1 г силикагеля. Для определения 1/2 ПДК ДМС достаточно отобрать 60 л воздуха. Анализ воздуха необходимо

проводить в день отбора проб.

У. Условия анализа

Силикагель из патрона пересыпают в круглодонную колбу, емкостью 50 мл. Туда же при помощи пинцета и стеклянной палочки переносят пробочку из стекловаты. Патрон несколько раз промывают ацетоном, общим объемом 25 мл. Ацетон после промывки патрона также переносят в круглодонную колбу. К колбе подсоединяют обратный холодильник, и ее содержимое кипятят на горячей водяной бане в течение одного часа. После охлаждения фильтруют содержимое колбы через пористый фильтр в круглодонную колбу на 50 мл. Силикагель на фильтре промывают ацетоном трижды, порциями по 5 мл. Полученный раствор концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 5–6 мл. Остаток переносят в делительную воронку на 100 мл. Стенки колбы три раза обмывают ацетоном, порциями по 1,5–2 мл. К объединенному ацетоновому раствору добавляют по объему 2 части воды и экстрагируют п-нитроанизол пять раз гексаном, порциями по 10 мл. Объединенный гексановый экстракт промывают в делительной воронке на 100 мл сначала 2-3 раза 0,1 н NaOH, порциями по 10 мл до получения бесцветного щелочного экстракта, а затем два раза - дистиллированной водой, порциями по 10 мл. Гексановый экстракт сушат над 10-12г безводного сульфата натрия, а затем порциями фильтруют в грушевидную колбочку емкостью 15–20 мл, и ее содержимое каждый раз концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 1-1,5 мл. Остаток на фильтре промывают гексаном (2 мл х3), и полученный раствор также переносят в грушевидную колбочку. Последнюю порцию гексана концентрируют до объема ~0,05 мл и остаток, с помощью стеклянного капилляра наносят на пластинку Силуфол.* Параллельно на пластинку на-

*При большом содержании ДМС в воздухе анализируют аликвотную часть раствора.

носят серию стандартов ДМС с содержанием 3, 4, 5 ... 15 мкг, подготовленную аналогично рабочей пробе. Для этого в серию круглодонных колб емкостью 50 мл приливают по 25 мл ацетона, в каждую колбочку последовательно вносят 0,3; 0,4; 0,5 ...1,5 мл стандартного раствора 2, добавляют по0,1г п-нитрофенолата натрия, и их содержимое кипятят с обратным холодильником в течение одного часа. Далее поступают так же, как рекомендовано для рабочей пробы, за исключением стадии отфильтровывания от силикагеля.

Пластинку помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 мин до начала хроматографирования налита подвижная фаза бензол: четыреххлористый углерод (1:1). После поднятия фронта подвижного растворителя на высоту 12-13 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе, а затем на 15 мин помещают в свежеприготовленную камеру для хлорирования. Для этого в камеру помещают чашечку Петри, содержащую 10 г. $KMnO_4$ и осторожно приливают 10 мл концентрированной соляной кислоты. После хлорирования пластинку вынимают из камеры и выдерживают на воздухе до полного удаления следов хлора, после чего обрабатывают о-толидиновым проявителем.(о-Толидиновый проявитель готовят следующим образом: 16г о-толидина растворяют в 30 мл ледяной уксусной кислоты, доводят до 500 мл дистиллированной воды и в смеси растворяют 1 г иодида калия. Реактив хранят в темном месте). п-Нитроанизол на пластинках проявляется в виде темных пятен на белом иногда светло-кремовом фоне с R_f 0,35±0,02. Пятна стабильны в течение длительного времени.

Количественное определение проводят путем сравнения интенсивности окраски и измерения площади пятна пробы и того стандарта, площадь и интенсивность окраски которого наиболее близка по величине пятну пробы.

Концентрацию ДМС (X) в воздухе мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{c \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}$$, где

C -количество диметилсульфата, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_I- общий объем пробы, мл;

V- хроматографируемый объем пробы, мл ;

V_{20}-объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

УI. Требования безопасности

Диметилсульфат очень ядовит, проникает в организм через кожу и органы дыхания. В случае попадания вещества на кожу и одежду немедленно смыть его водным раствором аммиака, а затем водой.

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического режима и личной гигиены при работе в лабораториях санитарно-эпидемиологических учреждений системы Минздрава СССР (№2455-81, 20.10.81 г.).

УП. Разработчики

Мальцер Ф.Р., Новикова К.Ф. (ВНИИ химических средств защиты растений с опытным заводом, г.Москва).

ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

I. Временные методические указания по определению актеллика и базудина в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии
22 мая 1985 г. №3888-85 3

2. Временные методические указания по определению актеллика в биологическом материале хроматографическими методами (дополнение к №2085-79)
2I ноября 1985 г. №4038-85 II

3. Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах растениеводства методом тонкослойной хроматографии (дополнение к №1350-75 от 22.09.75 г.)
22 мая 1985 г. №3886-85 I9

4. Методические указания по определению примицида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии
2I ноября 1985 г. №4028-85 24

5. Методические указания по определению сульфидофоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии
3 января 1985 г. №3198-85 33

6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорофоса в картофеле хроматоэнзимным методом (дополнение к №3185-85 от 03.01.85 г.)
22.05.85 г. №3895-85 39

стр.

Хлорорганические пестициды

7. Временные методические указания по определению блазера в воде, почве, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое
27 ноября 1984 г. №3156-84 43

8. Временные методические указания по определению дилора в меде методом тонкослойной хроматографии
22 мая 1985 г. №3884-85 51

9. Временные методические указания по хроматографическому определению ДД в воде
22 мая 1985 г. №3876-85 57

10. Временные методические указания по определению иодауна в воде и почве газожидкостной хроматографией
21 ноября 1985 г. №4030-85 60

11. Методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в воде хроматографическими методами
21 ноября 1985 г. №4035-85 64

12. Временные методические указания по определению триаллата методом газожидкостной хроматографии в воде, почве и зерне пшеницы
21 ноября 1985 г. №4032-85 73

13. Временные методические указания по определению методами ГЖХ и ТСХ аналога ювенильного гормона п-хлорфенилового эфира гераниола в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях
12 апреля 1985 г. №3254-85 81

стр.

I4. Временные методическиему указания по определению остаточных количеств фозилада в свекле методом газожидкостной хроматографии

22 мая I985 г. №3875-85 88

I5. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБФ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ

2I ноября I985 г. №403I-85 93

I6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХЦГ, γ-изомера ГХЦГ, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля I986 г. №4I20-86 99

Азотсодержащие пестициды

I7. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГЖХ и ТСХ

2I ноября I985 г. №4029-85 II3

I8. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии

2I ноября I985 г. №4033-85 I23

I9. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии

3I июля I984 г. №3072-84 I27

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 136

21. Методические указания по определению монурона и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 142

22. Временные методические указания по определению набу в воде, почве, капусте, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое 22 мая 1985 г. №3880-85 148

23. Временные методические указания по определению раундапа в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)
21 ноября 1985 г. №4034-85 156

24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами
3 января 1985 г. №3200-85 162

25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ТСХ 22 мая 1985 г. №3894-85 167

26. Временные методические указания по определению стомпа методом ТСХ в табаке
12 апреля 1985 г. №3252-85 171

27. Методические указания по определению тилта в растениях, почве, воде методом газожидкост-

ной хроматографии
3 января 1985 г. № 3190-85 179

28. Методические указания по определению триадимефона (байлетона) методом ТСХ в воде
22 мая 1985 г. № 3892-85 184

29. Методические указания по определению фенмедифама и десмедифама в воде природных водоемов ТСХ
21 ноября 1985 г. № 4036-85 189

Прочие пестициды

30. Временные методические указания по определению остаточных количеств арилона по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией
21 ноября 1985г. № 4037-85 196

31. Методические указания по определению гидразида малеиновой кислоты в табаке колориметрическим методом
12 апреля 1985г. №3251-85 204

32. Методические указания по определению диметилсульфоксида и его метаболита диметилсульфона методом газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, картофеле и зеленой массе
28 мая 1986 г. № 4119-86 211

33. Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата 320-К в зерне и воде тонкослойной хроматографией
22 мая 1985 г. № 3890-85 217

34. Временные методические указания по определению ДРХ-4189 (ГЛИН) в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии
22 мая 1985г. № 3885-85 225

стр.

Методические указания по определению пестицидов в воздухе

35. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетала и его продукта II-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4027-85 230

36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препаративной формы АМГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4025-85 235

37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4024-85 239

38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалерата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4026-85 243

39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2,4-Д в воздухе рабочей зоны I июля 1986 г. №4122-86 247

40. Временные методические указания по определению дактала в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом 22 мая 1985 г. №3882-85 254

41. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации диметилсульфата в воздухе рабочей зоны 21 ноября 1985 г. №4021-85 260

стр.

42. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дозанекса, 3-хлор-4-метоксианилида, 3-хлор-4-метоксинитробензола в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4017-85 266

43. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций ивина в воздухе рабочей зоны
I июля 1986 г. №4127-86 275

44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленацила в воздухе рабочей зоны
I июля 1986 г. №4125-86 279

45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций линурона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4020-85 284

46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций лонтрела в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4016-85 288

47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлорала в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298

48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций инкала в воздухе рабочей зоны
22 мая 1985 г. №3881-85 307

стр.

49. Временные методические указания по измерению концентрации в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами
22 мая 1985 г. №3887-85 315

50. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации пентахлорнитробензола в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4041-85 322

51. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ресина в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4126-86 327

52. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ромунида в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4018-85 331

53. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций триадимефона (байлетона) в воздухе рабочей зоны
22 мая 1985 г. №3893-85 335

54. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хостаквика в воздухе рабочей зоны 1 июля 1986 г. №4124-86 340

55. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации фозалона и полупродуктов его производства бензоксазолона и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

Стр.

56. Временные методические указания по фотометрическому измерению концентрации препарата **ЭБФ-5** в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. № 4023-85 350

57. Методические указания по определению **лепидоцида** на обработанных им растениях иммунофлюоресцентным методом
22 мая 1985 г. № 3891—85 355

Л-39603 от 12.02.88. Зак. 1327. Тир. 2000 экз. Объем 23 п. л.
[illegible]×84/16 Ротапринт

gost.e-ecolog.ru

Москва. Типография ВАСХНИЛ