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
"26" мая 1986 г.

№ 4119-86

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению диметилсульфоксида и его метаболита диметилсульфона методом газо-жидкостной хроматографии в сахарной свекле, картофеле и зеленой массе

I. Краткая характеристика веществ

I.I. Название по номенклатуре СЭВ, ИСО:

диметилсульфоксид (метилсульфоксид)

Химическое название: диметилсульфоксид
Структурная формула:
диметилсульфоксида $CH_3 - SO - CH_3$

Эмпирическая формула:
диметилсульфоксида C_2H_6SO

Молекулярная масса диметилсульфоксида 78
Синонимы: димексид

Физико-химические свойства. Диметилсульфоксид бесцветная жидкость или кристаллы с температурой плавления 18,5°С, температура кипения 189°С при 760 мм рт.ст. , 86°С при 18 мм рт.ст., $n_Д^{20}$ 1,4770, d_4^{20} 1,1014. Смешивается с водой, спиртом, бензолом. $ЛД_{50}$ орально 4-28 г/кг, внутривенно 2,4-4 г/кг. Токсичность диметилсульфоксида меньше, чем у растворов хлорида натрия, лишен тератогенной активности. МДУ в продуктах растительного происхождения (свекла, бобы, зерно и др.) 1-8 мг/кг. Применяется в качестве стимулятора роста в дозе 10 кг/га.

I.2. Химическое название: диметилсульфон

Структурная формула: $CH_3 - SO_2 - CH_3$

Эмпирическая формула: $C_2 - H_6 - S\ O_2$

Молекулярная масса 94

Физико-химические свойства: белое кристаллическое вещество с температурой плавления 238°С, растворим в воде, нитрометане, спирте. Является метаболитом диметилсульфоксида в окружающей среде.

2. Методика определения диметилсульфоксида и диметилсульфона в сахарной свекле, картофеле и зеленой массе методом газожидкостной хроматографии

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

Метод основан на экстракции диметилсульфоксида из анализируемых образцов хлороформом, а диметилсульфона нитрометаном, концентрировании экстрактов и газохроматографическом определении диметилсульфоксида и диметилсульфона с использованием пламенно-ионизационного детектора. Количественное определение проводят по методу абсолютной калибровки с помощью калибровочного графика.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Наименование показателей	диметилсульфоксид		Диметилсульфон
	свекла, картофель	листья	
I. Диапазон определяемых концентраций	2,0–50 мг/кг	2,0–50мг/кг	2,0–50 мг/кг
2. Предел обнаружения	0,02 мкг	0,02 мкг	0,02 мкг
3. Предел обнаружения в пробе	2,5 мг/кг	2,5 мг/кг	2,0мг/кг
4. Среднее значение определения стандартных количеств	89,5%	93,5%	93,5%
5. Число параллельных определений, n	I0	II	9
6. Стандартное отклонение, S	8,8	7,9	9,6
7. Доверительный интервал среднего при P=0,95 и n-I	89,5±5,9%	93,5±5,7%	93,5±7,4%

2.I.3. Избирательность метода

Определению не мешают гербициды, применяемые в посевах сахарной свеклы и картофеля (ленацил, 2,4-Д, метоксихлор, эптам и др.).

2.2. Реактивы и материалы

Диметилсульфоксид, хч, ТУ 6-09-3810-77
Диметилсульфон, ч, ТУ 6-09-4719-79
Нитрометан, ч, ТУ 6-09-II-876-77
Хлороформ, ГОСТ 215-74
Натрия сульфат безводный, хч, ГОСТ 4166-76
Натрия сульфит безводный, ГОСТ 195-77
Стационарная жидкая фаза: карбовакс 20М, нанесенный в количестве 5,0% на инертон AW (фр.0,20-0,25 мм).
Азот газообразный, ГОСТ 9293-74, в баллоне с редуктором
Водород, ГОСТ 3022-70, в баллоне с редуктором
Силикагель КСК (фр. 0,20-0,25 мм), ГОСТ 3956-76

2.3. Приборы, аппаратура, посуда.

Хроматограф серии "Цвет" с пламенно-ионизационным детектором
Колонка стеклянная длиной I,30 м и внутренним диаметром 3 мм
Колбы мерные, мензурки, цилиндры, ГОСТ I770-74
Колбы конические со шлифом емкостью I00 мл, ГОСТ I0394-72
Пипетки различной емкости, ГОСТ 20292-74
Воронки конусообразные d 56, ГОСТ 6613-75
Концентраторы или колбы для отгонки растворителя, ГОСТ I0394-72
Пробирки градуированные со шлифом, ГОСТ I05I5-75
Ступка с пестиком фарфоровые.

2.4. Подготовка к определению

2.4.I. Приготовление стандартных и калибровочных растворов.

Стандартный раствор диметилсульфоксида с концентрацией 5 мг/мл готовят растворением навески 0,0500 г в I0 мл хлороформа.

Стандартный раствор диметилсульфона с концентрацией 5 мг/мл готовят растворением навески 0,0500 г в I0 мл нитрометана.

Срок хранения растворов в холодильнике I месяц.

2.4.2. Построение калибровочных графиков

При построении калибровочных графиков для определения диметилсульфоксида и диметилсульфона готовят 2 набора искусственных смесей: в пробирки с притертыми пробками помещают 5; 10; 15; 20; 30; 40; 50 мкл стандартных растворов, что соответствует 25; 50; 75; 100; 150; 200; 250 мкг этих веществ. Стандартные количества диметилсульфоксида растворяют в 1 мл хлороформа и хроматографируют по 1 мкл каждый. Стандартные количества диметилсульфона растворяют в 1 мл нитрометана и хроматографируют по 1 мкл каждый. Хроматографирование каждого раствора проводят трижды. На хроматограммах измеряют высоту соответствующих пиков, вычисляют среднее арифметическое и строят графики зависимости высоты пика вещества от его количества.

2.4.3. Кондиционирование хроматографической колонки

Инертон с нанесенной на него стационарной жидкой фазой засыпают в хроматографическую колонку, устанавливают ее в термостат хроматографа и стабилизируют в токе азота в течение 8-10 час при температуре 150°С, не подключая к детектору.

2.5. Отбор проб

Отбор проводится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 21 августа 1979 г. № 2051-79.

2.6. Проведение определения

2.6.1. Определение диметилсульфоксида в свекле и картофеле.

В 10 г измельченной на терке пробы засыпают 13 г сульфита натрия безводного, заливают 15-20 мл хлороформа и встряхивают в течение часа. После чего растворитель сливают в отгонную колбу, экстракцию повторяют 10 мл свежего хлороформа. Экстракты объединяют и выпаривают в токе воздуха до объема 1 мл. Хроматографируют аликвоту 1-2 мкл.

2.6.2. Определение диметилсульфоксида в зеленой массе

10 г нарезанных или натертых листьев смешивают с 3 г силикагеля и 20 г безводного сульфата натрия и растирают в ступке до полного измельчения листьев.

Растертую массу переносят в коническую колбу, заливают 15-20 мл хлороформа и встряхивают в течение часа. Далее проводят обработку пробы, как описано в п.2.6.1.

2.6.3. Определение диметилсульфона в свекле, картофеле и зеленой массе.

10 г пробы измельчают и заливают 15 мл нитрометана, встряхивают пробу в течение часа и сливают растворитель в отгонную колбу. Остаток заливают еще 5 мл нитрометана и встряхивают 0,5 часа, после чего отфильтровывают экстракт в ту же отгонную колбу. Отгонную колбу помещают в стакан с теплой водой и экстракт концентрируют в токе воздуха до 1 мл. Хроматографируют 1-2 мкл.

Условия хроматографирования:

- рабочая шкала электрометра 100 х 10^{-12} ма;
- скорость протяжки картограммы 200 мм/ч;
- колонка стеклянная размером 130 х 0,3 см, заполненная инертоном AW с 5% карбовакса 20 М;
- температура термостата колонок для диметилсульфоксида (I) - 80°
  диметилсульфона (II) - 100°С

  испаритель для I - 100°С
  II - 150°С

- расход газа-носителя через колонку 40 мл/мин;
- расход водорода 60 мл/мин;
- расход воздуха 600 мл/мин;
- объем, вводимый в испаритель 1-2 мкл;
- линейность детектирования для I - 0,03-0,50 мкг
  II - 0,02-0,50 мкг.
- абсолютное время удерживания при данных условиях для

  I - 4 мин 12 с
  II - 8 мин.

Хроматографируют каждую пробу трижды, измеряют высоты пиков вычисляют среднее значение высоты и по калибровочному графику

для соответствующего вещества находят количество диметилсульфоксида или диметилсульфона в аликвоте экстракта.

2.7. Обработка результатов анализа

Содержание диметилсульфоксида (диметилсульфона) в пробе (X) в мг/кг вычисляют по формуле:

$$X = \frac{100 \cdot A \cdot V_2}{V_1 \cdot P \cdot R}$$

где: A – количество I (или II) в аликвоте, найденное по калибровочному графику, мкг;

V_1 – объем аликвоты, вводимой в хроматограф, мл;

V_2 – общий объем экстракта, мл;

P – навеска анализируемой пробы, г;

R – среднее значение определения стандартных количеств, найденное предварительно, %

3. Требования безопасности

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 (отделениях, отдела) санитарно-эпидемиологических учреждений системы МЗ СССР № 2455 от 20.10.1981 г.

4. Разработчики:

Пиленкова Инна Иосифовна
Фатьянова Анна Давыдовна

Всесоюзный научно-исследовательский технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений (ВНИТИГ), г.Уфа.

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