

**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**

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 ИМПитМ им.Маршановского Б.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

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

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

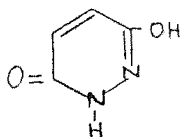
А.И.ЗАМЧЕНКО

"12" апреля 1985 г.
№3251-85

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ГИДРАЗИДА
МАЛЕИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ТАБАКЕ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ
МЕТОДОМ

I. Краткая характеристика препарата

Гидразид малеиновой кислоты (ГМК, малеингидразид, МН-30, МГ, регулокс) - 3-Оксипиридазон-6 - белое кристаллическое вещество.



3 -Оксипиридазон-6

Эмпирическая формула $C_4H_4O_2N_2$

Молекулярная масса 112,03

Температура плавления $296-298^{\circ}C$

Растворимость в воде при $25^{\circ}C$ 0,6%, в диметилформамиде 2,4%,

растворимость в 1 л воды: натриевой соли 200 г, калиевой соли 400 г, диэтиламиновой соли 700 г.

В СССР МДУ в табаке 8,0 мг/кг

В зависимости от концентрации применяется для борьбы с заразой и для пасынкования табака. Выпускается в виде натриевой, калиевой и диэтиламиновой соли ГМК.

2. Методика определения ГМК в табаке колориметрическим методом.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Методика основана на измерении оптической плотности продукта взаимодействия сернокислого гидразина с п-диметиламинобензальдегидом при длине волны 455 нм после восстановления малеинового гидразида до янтарного гидразида, который затем гидролизуется, отгонки освобожденного гидразина в раствор серной кислоты, очистки дистилята активированным углем и концентрирования.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Метод характеризуется среднеквадратичной ошибкой определения 3,18 - 5,14 мкг ($R=0,95$; $n=24$).

Минимально определяемое количество ГМК с вероятностью $R=0,95$ равно 3,48 мкг.

2.2. Реактивы и материалы.

Диметиламинобензальдегид-пара (п-ДМАБА), ТУ 6-09-3272-77, 1,5 %-ный раствор в 1 Н серной кислоте. Реактив устойчив в течение месяца при хранении в темноте, в противном случае его необходимо готовить ежедневно.

Предварительно п-ДМАБА очищают по следующей схеме:

20 г п-ДМАБА растворяют в 150 мл этанола, добавляют 4 г активированного угля, перемешивают в течение 5 мин. и фильтруют под вакуумом через воронку Бюхнера. К фильтрату постепенно при перемешивании добавляют 200 мл холодной (0°C) дистиллированной воды и выпавшие белые кристаллы отфильтровывают под вакуумом, промывают 50 мл холодной воды и сушат в вакуум-эксикаторе над концентрированной серной кислотой. Хранят реактив в темной склянке в защищенном от света месте.

Железо двухлористое хч, ГОСТ 4149-74

Цинк металлический хч, ГОСТ 989-72

Натр едкий хч, ГОСТ 4328-77, 50 %-ный раствор

Активированный уголь марки ОУ-А. Уголь предварительно очищают следующим образом: к 200 г активированного угля приливают 1 л водного раствора соляной кислоты (1:9), смесь нагревают до кипения и фильтруют под вакуумом через бумажный фильтр. Уголь на фильтре промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции по индикаторной бумаге и сушат в сушильном шкафу при 110°C в течение 5 часов при перемешивании.

Кристаллический гидразид малеиновой кислоты.

Для приготовления стандартных растворов ГМК в мерной колбе на 500 мл растворяют 100 мг ГМК в 50 мл воды, содержащей 0,4 г едкого натра. Раствор доводят до метки дистиллированной водой. В мерные колбы на 200 мл отбирают по 10, 20, 30, 40 мл этого раствора и доводят до метки водой. Эти растворы содержат соответственно 10, 20, 30, 40 мкг ГМК в 1 мл раствора.

Соляная кислота хч, ГОСТ 7118-77

Серная кислота хч, ГОСТ 4204-77, 1 Н раствор

Этиловый спирт ректификат, ТУ 6-09-1710-77

Ацетон хч, ТУ 6-09-3513-75

Универсальная индикаторная бумага, ТУ 6-09-1181-71

Калий азотнокислый ч, ГОСТ 4217-77

Натрий азотнокислый ч, ГОСТ 4432-77

Натрий азотистокислый ч, ГОСТ 4398-77

Солевая баня готовится из 7 % нитрата натрия, 40 % нитрата натрия, 53 % нитрата калия (температура плавления 142°C).

2.3. Приборы, аппаратура и посуда.

Спектрофотометр СФ-16 или другой марки, позволяющий проводить измерения в видимой области спектра.

Установка для перегонки с водяным паром

Колбы плоскодонные на 250, 500, 2000 мл, ГОСТ 10394-72

Стаканы химические на 250 мл, ГОСТ 10394-72

Термометр ртутный на 200°C, ГОСТ 16590-71

Мензурки на 100 мл, ГОСТ 1770-73

Цилиндр мерный на 100, 250, 1000 мл, ГОСТ 1770-74

Колбы мерные на 25, 50, 100, 200, и 500 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки на 10 мл, 1 мл, ГОСТ 20292-74

Колба Бунзена ГОСТ 6514-75

Воронка Бюхнера ГОСТ 9147-73

Воронки химические ϕ 35, 75 мм ГОСТ 8613-75

Электроплитки ПЭК-800/3, ТУ 92-208-74

Колбы длинногорлые круглодонные со шлифом на 500 мл, ГОСТ 10394-72

Насадка склянки для промывания газов СН₂-50 ГОСТ 10378-73

Ротационный вакуум-испаритель ИР-1М, ТУ 25-II-917-74

Фильтры бумажные с синей полосой, ТУ 6-60-1678-77

Колбы круглодонные со шлифом на 100 мл, ГОСТ 10394-72

Баня водяная ТУ 64-I-2450-76

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Построение калибровочного графика.

Способ построения калибровочного графика зависит от наличия необработанного (контрольного) образца табака. При отсутствии контрольного образца построение калибровочного графика проводится следующим образом: к 4-5 навескам табака, содержащего на основании предварительных определений наименьшее количество ГМК, приливают соответственно по 1 мл раствора содержащего 10, 20, 30,

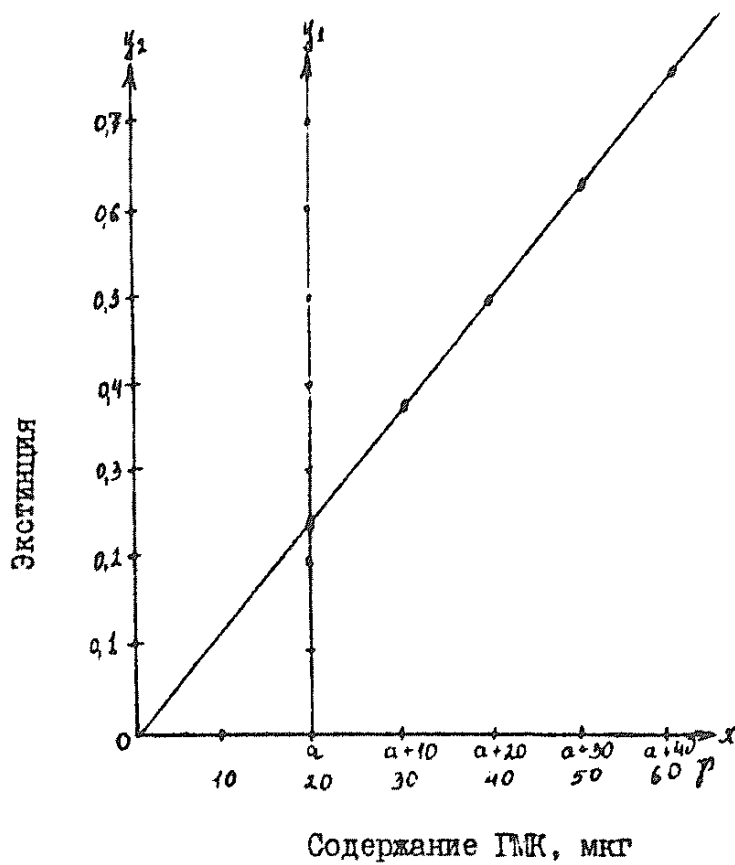


Рис. I. КАЛИБРОВОЧНЫЙ ГРАФИК ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ГМК

40 мкг ГМК. Навески табака с добавками ГМК, а также без добавки анализируют по методике описанной в п.2.5. На основании полученных данных в координатах Y_1 - aX строят экспериментальный калибровочный график. После экстраполяции его до пересечения с продолжением оси абсцисс получают рабочий график в координатах Y_2 - OX . Отрезок Oa разбивают в том же масштабе, что и ось aX . При наличии контрольного образца табака калибровочный график строят в координатах Y_2 - OX (рис.1)

2.4.2. Отбор, хранение и доставка пробы.

Отбор и хранение проб табака производят в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб ...", утвержденными заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР А.И.Зайченко за № 2051-79 от 21 августа 1979 г.

2.5. Проведение определения.

2.5.1. 1 г исследуемого образца помещают в дистилляционную колбу установки для перегонки с водяным паром, добавляют 50 мл раствора щелочи и погружают колбу в солевую баню, нагретую до 165°C . Содержимое колбы кипятят в течение 10-15 мин, охлаждают 5 мин, добавляют 0,5 г хлорида железа, 15 г цинковой стружки и присоединяют колбу к установке для перегонки с водяным паром. Отгонку ведут при температуре солевой бани 175°C . Приемником служит мензурка, содержащая 4 мл 1 Н серной кислоты. Подачу пара регулируют так, чтобы за 20 минут в приемнике собралось 100 мл дистиллята. К полученному дистилляту добавляют 2 г активированного угля, перемешивают одну минуту и фильтруют через складчатый фильтр. Осадок на фильтре промывают водой (5-10 мл), выпаривают фильтрат на ротационном вакуум испарителе или электроплитке до 6 мл. Охлажденный концентрат количественно переносят в 25 мл мерную колбу, добавляют 6 мл раствора п-ДМАБА, доводят водой до метки, тщательно перемешивают и оставляют в темноте на 20 мин.

Экстинцию раствора измеряют на спектрофотометре при 455 нм по отношению к раствору содержащему 6 мл раствора п-ДМАБА разбавленного водой до 25 мл. Количество ГМК определяют по калибровочному графику.

2.6. Обработка результатов анализа.

Содержание остаточных количеств ГМК в анализируемой пробе вычисляют как среднее из трех параллельных определений.

Результаты анализа рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{a \cdot 100}{N \cdot (100 - B)}, \quad \text{где:}$$

X - содержание остаточных количеств ГМК в пробе, мг/кг

a - количество ГМК определенное по калибровочному графику, мкг

N - навеска табака или вес сгоревшего табака, г

B - влажность табака, %.

3. Требования безопасности.

Необходимо соблюдать правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.

Необходимо регулярно проверять дистилляционные колбы, так как из-за использования концентрированного раствора щелочи срок их использования ограничен.

Каждый раз после окончания дистилляции необходимо выливать содержимое колбы с остатками цинковой стружки в отдельный резервуар, а колбу промыть трижды 30%-ным раствором азотной кислоты для полного удаления каустических и цинковых остатков, а затем трижды водой.

4. Методические указания разработаны:

Писковым В.П., Пережоговой Т.А., Тумасьян Г.И. - Всесоюзный научно-исследовательский институт табака и махорки им.А.И.Микояна (ВИТИМ), г.Краснодар.

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 хроматографи-
ческими методами (дополнение к №2085-79)
21 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 примипида
в растительном материале и в почве с помощью
тонкослойной и газожидкостной хроматографии
21 ноября 1985 г. №4028-85 24
5. Методические указания по определению сульфидифоса
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. №3684-85 51
9. Временные методические указания по хроматографическому определению III в воде
22 мая 1985 г. №3876-85 57
10. Временные методические указания по определению модауна 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 ГЖ 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 методические указания по определению остаточных количеств физзилада в свекле методом газожидкостной хроматографии
22 мая 1985 г. №3875-85 88
- I5. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБЭ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ
21 ноября 1985 г. №4031-85 93
- I6. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХП, γ-изомера ГХП, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии
1 июля 1986 г. №4120-86 99
- Азотсодержащие пестициды
- I7. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГХ и ТСХ
21 ноября 1985 г. №4029-85 113
- I8. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии
21 ноября 1985 г. №4033-85 123
- I9. Методические указания по определению карахол и его метаболита бензоилпропикислоты в почве методом газожидкостной хроматографии
31 июля 1984 г. №3072-84 127

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ
12.04.85 г. №3253-85 I36
21. Методические указания по определению монуро-на и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 I42
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 I48
23. Временные методические указания по определению раундапа в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)
21 ноября 1985 г. №4034-85 I56
24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами
3 января 1985 г. №3200-85 I62
25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ГХХ 22 мая 1985 г. №3894-85 I67
26. Временные методические указания по определению стомпа методом ГХХ в табаке
12 апреля 1985 г. №3252-85 I71
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 триадимифона (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. № 4057-85

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

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 АКГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4025-85 235
37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилциссеноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4024-85 239
38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалерлата 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
1 июля 1986 г. №4122-86 247
40. Временные методические указания по определению дакталя 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
1 июля 1986 г. №4127-86 275
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленапила в воздухе рабочей зоны
1 июля 1986 г. №4125-86 279
45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций динурона в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4020-85 284
46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций донтрежа в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4016-85 288
47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксифлора, анизола и хлораля в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций микала 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 ромупида 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 бензоксазолон и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон в воздухе рабочей зоны
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

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