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

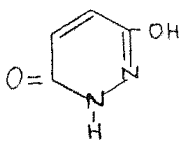
А.И.ЗЛИЧЕНКО

"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°С

Растворимость в воде при 25°С 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 зарази-хой и для пасынкования табака. Выпускается в виде натриевой, калиевой и диэтиламиновой соли ГМК.

2. Методика определения ГМК в табаке колориметрическим методом.

2.I. Основные положения.

2.I.I. 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 дистиллята активированным углем и концентрирования.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода.

Метод характеризуется среднеквадратичной ошибкой определения 3,I8 - 5,I4 мкг ($P=0,95$; $n = 24$).

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

2.2. Реактивы и материалы.

Диметиламинобензальдегид-пара (п-ДМАБА), ТУ 6-09-3272-77, I,5 %-ный раствор в I 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 I50 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 ($0^{o}C$) 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 скляпке 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°С 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 приготавливается из 7 % нитрата натрия, 40 % нитрита натрия, 53 % нитрата калия (температура плавления 142°С).

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°С, 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 ⌀ 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 25-11-917-74

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

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

Баня водяная ТУ 64-1-2850-76

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,

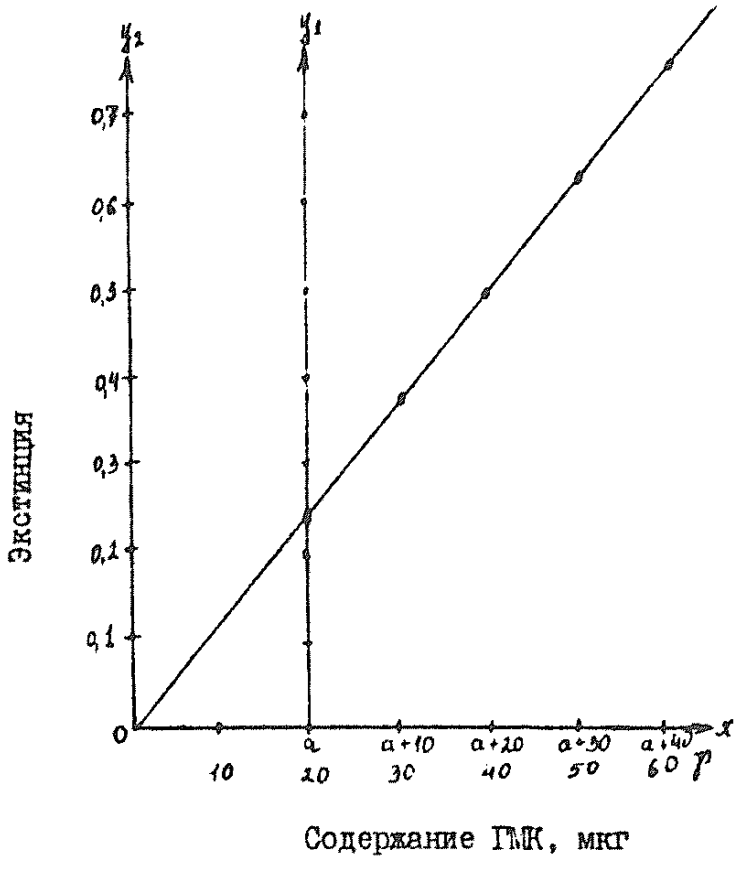


Рис.I. КАЛИБРОВОЧНЫЙ ГРАФИК ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ГМК

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 $У_I$аХ строят экспериментальный калибровочный график. После экстраполяции его до пересечения с продолжением оси абцисс получают рабочий график в координатах $У_2$0Х. Отрезок 0а разбивают в том же масштабе,что и ось аХ. При наличии контрольного образца табака калибровочный график строят в координатах $У_2$0Х (рис.I)

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.Заиченко за № 2051-79 от 21 августа 1979 г.

2.5. Проведение определения.

2.5.I. I 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 I65°С. Содержимое колбы кипятят в течение I0-I5 мин, охлаждают 5 мин, добавляют 0,5 г хлорида железа, I5 г цинковой стружки и присоединяют колбу к установке для перегонки с водяным паром. Отгонку ведут при температуре солевой бани I75°С. Приемником служит мензурка, содержащая 4 мл I Н серной кислоты. Подачу пара регулируют так, чтобы за 20 минут в приемнике собралось I00 мл дистиллята. К полученному дистилляту добавляют 2 г активированного угля, перемешивают одну минуту и фильтруют через складчатый фильтр. Осадок на фильтре промывают водой (5-I0мл), 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:

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

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

a - количество ГМК определенное по калибровочному графику, мкг

H - 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., Пережогиной 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 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