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 X

Москва - 1980

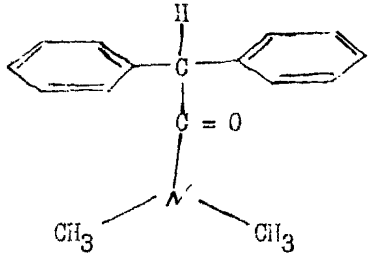
gost.e-ecolog.ru

У т в е р ж д а ю
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР **А.И.Заиченко**
"27" сентября 1978 г. № 1908

Методические указания по определению диплида в почве, табаке и табачном дыме методом газожидкостной хроматографии.

I. Краткая характеристика препарата.

Диплид -*N*,*N*- Диметил-2, 2-дифенилацетамид. Синонимы: дифенамид, эпид, дифен, дифенилацид.



$C_{16}H_{17}NO$

Химически чистый диплид - белое кристаллическое вещество с температурой плавления 134,5 - 135,5°С.

Молекулярная масса 239,32. Растворимость в 100 мл растворителя при 25°С: в воде 0,026 г., ацетоне 19,0 г., керосине 5,0 г., диметилформамиде 16 г. и в фенилцеллозольве 32,0. Выпускается в виде смачивающегося порошка, концентрированных эмульсий и гранул. DL_{50} для крыс 1050 мг/кг. Диплид активен против большого числа сорняков. Применяется в качестве почвенного гербицида для борьбы с сорными растениями в посевах томатов, перца, земляники, картофеля, табака и некоторых других культур.

2. Методика определения диплида в почве, табаке, табачном дыме.

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода. Метод основан на извлечении остатков гер-

цидов из исследуемой пробы органическими растворителями, очистке экстракта активированным углем, перераспределении между несмешивающимися растворителями и последующем определении на хроматографе с пламенно-ионизационным детектором.

2.2. Реактивы и растворы.

Смесь бензол-изопропиловый спирт (2 : I);
ацетонитрил, насыщенный гексаном;
гексан, насыщенный ацетонитрилом;
бензол, х.ч.;
гексан, х.ч.;
ацетонитрил, х.ч.;
ацетон;
раствор поваренной соли, 3%;
сульфат натрия, безводный;
активированный уголь марки АГ-5;
стандартный раствор димпда в ацетоне (0,47 мкг/мкл).

2.3. Приборы и посуда.

Весы аналитические;
ротационный вакуумный-испаритель ИР-IМ;
сушильный шкаф;
аппарат для встряхивания;
газовый хроматограф "Хром 4" снабженный пламенно-ионизационным детектором;
курительная машина;
микрошприц на I0 мкл;
колбы конические со шлифом на I00 и 500 мл;
колбы конические на 250, I00 мл;
колба Бунзена с воронкой Бюхнера;
цилиндры мерные на 50, I00 мл;
воронки делительные на 250, 500 мл;
воронки химические разные;
пипетки разные;
фильтры бумажные.

2.4. Ход анализа.

2.4.I. Экстракция. Почва. Измельченный почвенный образец (20г)

помещают в коническую колбу, емкостью 500 мл, экстрагируют 75 мл смеси бензол–изопропиловый спирт (2 : I), встряхивая в течение 30 минут. Отфильтрованный под вакуумом почвенный экстракт переносят в делительную воронку и дважды промывают порциями по 75 мл 3% раствором поваренной соли. Бензольный экстракт фильтруют через слой сульфата натрия к фильтрату добавляют 5 г активированного угля, встряхивают I0 мин и оставляют (для осаждения угля) на 5–I0 минут. Затем фильтруют через плотный бумажный фильтр, уголь на фильтре промывают бензолом. Экстракт упаривают досуха и количественно переносят 3–5 мл ацетона в градуированную пробирку. Аликвоту объемом 5–8 мкл вводят в газовый хроматограф.

Т А Б А К. I5 г измельченного (менее 0,25 мм) табака помещают в коническую колбу емкостью 500 мл, экстрагируют 80 мл бензола, встряхивая в течение 30 минут. Отфильтрованный под вакуумом табачный экстракт сушат безводным сульфатом натрия, выпаривают досуха, растворяют сухой остаток в 40 мл ацетонитрила, насыщенного гексаном и экстрагируют дважды 40 мл порциями гексана, насыщенного ацетонитрилом. Ацетонитриловый слой сливают и добавляют к нему 5 г активированного угля, встряхивают в течение I0 минут, фильтруют через плотный бумажный фильтр, упаривают досуха и растворяют в 3–5 мл ацетона Аликвоту полученного раствора объемом 5–8 мкл вводят в газовый хроматограф.

Табачный дым. Подготовку образцов и прокуривание сигарет проводят по методам КОРЕСТА. Конденсат дыма I0 сигарет собирают в электростатическую ловушку курительной машины, сливают 50 мл ацетонитрила. Ацетонитриловый раствор экстрагируют 50 мл гексана, для удаления восков и пигментов, встряхивая 2 мин. Гексановый слой отбрасывают, а к ацетонитриловому слою добавляют 5 г активированного угля, встряхивают I0 мин и оставляют стоять (до осаждения угля). Ацетонитрильный экстракт фильтруют через бумажный фильтр и упаривают досуха. Остаток растворяют в 3–5 мл ацетона и аликвоту полученного экстракта объемом 5–8 мкл вводят в газовый хроматограф.

2.4.2. Условия газохроматографического анализа.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором (Хром-4)
Колонка стеклянная, внутренний диаметр 3 мм, длина 1,2 м;
Твердый носитель – Газ-Хром Ø (80–I00 меш);

Неподвижная жидкая фаза - 5% ХЕ - 60;
Температура: испарителя - 230°С;
колонки - 200°С;
Чувствительность детектора $A = 11{,}3 \cdot 10^{-4}$ $\frac{а}{мг/сек}$;
Порог чувствительности $\lambda_{min} = 0{,}98 \cdot 10^{-7}$ мг/сек;
Газ-носитель азот, расход - 40 мл/мин;
расход водорода - 30 мл-мин;
расход воздуха - 350 мл/мин;
Положение ручки чувствительности I : 20 ;
Время удерживания дилида - 8 минут.

3. Количественный анализ.

Содержание дилида в анализируемой пробе (х) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \cdot H_x \cdot V_{ст} \cdot V_0 \cdot 100}{H_{ст} \cdot V_x \cdot G \cdot (100 - W)}$$ мг/кг, где

а - концентрация стандартного раствора дилида, мкг/мкл;
H_x - высота хроматографического пика стандартного р-ра, мм;
$H_{ст}$ высота хроматографического пика стандартного р-ра, мм;
$V_{ст}$ объем стандартного р-ра, введенный в хроматограф, мкл;
V_x - объем пробы, введенный в хроматограф, мкл;
V_0 - общий объем исследуемого раствора, мл;
G - навеска исследуемого образца, кг;
W - влажность анализируемой пробы, %.

4. Настоящие методические указания разработаны Тумасьян Г.И., ВНИИИ, г. Краснодар

5. Требования безопасности.

Соблюдаются требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с химическими растворителями.

СОДЕРЖАНИЕ

Хлорсодержащие пестициды стр.

I. Методические указания по определению хлорорганических пестицидов (гексахлорциклогексана, гептахлора, альдрина, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в растительных маслах и животных жирах, фосфатидных концентратах, лузге, жмыхе и шроте методом газожидкостной хроматографии. I

2. Методические указания по определению гексахлорбутадиена в почве газохроматографическим методом 7

3. Методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в растительном материале и почве хроматографическими методами. I0

4. Спектрофотометрический метод определения остаточных количеств афоса в зерне и полове пшеницы.....I7

Фосфорсодержащие пестициды

5. Методические указания по определению базудина и оксибазудина в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией..... 23

6. Методические указания по определению гардоны и его продуктов превращения в растительном материале и почве хроматографическими методами..... 3I

7. Методические указания погазохроматографическому определению 0,0,5-триметилтиофосфата в растительном материале..... 40

8. Методические указания по определению фталофоса в почве и смывах методом тонкослойной хроматографии..... 44

9. Методические указания по определению остаточных количеств этафоса в воде, почве и растительном материале методом газожидкостной хроматографии..... 47

I0. Методические указания по определению остаточных количеств этрела и его производных (гидрела, дигидрела) в яблоках, огурцах, томатах, семенах хлопка и хлопковом масле газожидкостной хроматографией.....5I

Азотсодержащие пестициды стр.

II. Методические указания по определению остаточных количеств анилата в растительных пробах пшеницы..... 63

I2. Методические указания по определению базаграна в воде методом газо-жидкостной хроматографии..... 66

I3. Методические указания по определению остаточных количеств БМК и бенлата по БМК в растительных объектах, почве и воде тонкослойной хроматографией..... 70

I4. Методические указания по определению остаточных количеств N',N'- -диметилгидразина янтарной кислоты в тканях растений фотометрическим методом..... 77

I5. Методические указания по определению димила в почве,табаке и табачном дыме методом газожидкостной хроматографии..... 8I

I6. Методические указания по определению которана и диур на в эфирных маслах и в маслосодержащем сырье методом газо-жидкостной хроматографии..... 85

I7. Методические указания по определению которана в воде и почве методом хроматографии в тонком слое..... 90

I8. Методические указания по спектрофотометрическому определению остаточных количеств- N',N,N',N'-тетраметил-4,4 -диаминолифенилметана ("основание Арнольда"), входящего в состав препарата КЭМ в качестве ингибитора фотохимического окисления..... 94

I9. Методические указания по определению пиклорама в воде и почве методом газожидкостной хроматографии..... 99

20. Методические указания по определению тербацила в продуктах растительного происхождения,вине,виноградном соке,почве,воде,хроматографическими методами..... I07

2I. Методические указания по определению гербицидов производных тиокарбаминовой кислоты (вернам,ронит, сутан,тиллам,эптам,ялан) в воде,почве,растительном материале,биосубстратах и воздухе газо-хроматографическим методом..... II7

стр.

22. Методические указания по определению остаточных количеств трилана в картофеле, тонкослойной хроматографией 128

23. Методические указания по определению фенотиазина в меде методом тонкослойной хроматографии..... 133

Прочие пестициды

24. Методические указания по определению остаточных количеств формальдегида в почве, воде, продуктах и отходах сахарного производства..... 136

25. Методические указания по определению хлорхолинхлорида в растительной продукции, воде и почве методом тонкослойной ионообменной хроматографии.....141

Бактериальные пестициды

26. Методические указания на метод определения трихотецина в воздухе.....154

27. Методические указания на микробиологический метод определения гризина в воздухе.....157

28. Методические указания по определению полиэдров вируса ядерного полиэдроза непарного шелкопряда в воде, почве, на растительных объектах и в воздухе иммунофлюоресцентным методом..... 161

gost.e-ecolog.ru