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

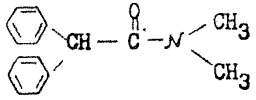
Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калинина (зам.председатель), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, М.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР
А.И.Заиченко
"21" ноября [illegible] № 4033-[illegible]

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ДИФЕНАМИДА В ВОДЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

I. Характеристика анализируемого пестицида.

Активное вещество дифенамида (синонимы: димид, зарур, ридеон, энид) - N,N-диметил-2,2-дифенилацетамид:



$C_{16}H_{17}NO$

Молекулярная масса дифенамида - 239,26

Дифенамид - белое кристаллическое вещество с темп.пл.134,5-135,5°С. Растворимость при 25°С (г/л): в ацетоне 190, в ксилоле 50, диметилформамиде 160, в воде 0,26.

Используется в виде 80%-ного с.п. $ЛД_{50}$ для белых крыс 2500 мг/кг, для мышей 700 мг/кг, ПДК в воде 1,2 мг/л.

Дифенамид активен против большого числа сорняков. Применяется в качестве почвенного гербицида для борьбы с сорняками в посевах томатов, перца, земляники, картофеля, табака и некоторых других культур.

2. Методика определения дифенамида в воде.

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Метод основан на экстракции пестицида из воды хлороформом, концентрировании экстракта и хроматографировании его в тонком

слое адсорбента.

Подвижным растворителем служит смесь н-гексана, ацетона и аммиака в соотношении 10:5:0,8.

Проявление хроматограмм осуществляют 1%-ным раствором фосфорномолибденовой кислоты в этаноле с последующим облучением УФ-светом.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций -1-10 мкг.

Предел обнаружения - 1 мкг, для воды - 0,05 мг/л.

Размах варьирования - 15 %.

Среднее значение определения стандартных количеств пестицида - 74,5%.

Стандартное отклонение - 9,1%.

Доверительный интервал среднего при $\alpha=0,95$, $n=5$, $c=74,5 \pm 6,4$.

Определению дифенамида могут мешать соединения, содержащие аминогруппу и имеющие близкое значение величины R_f.

2.2. Реактивы и растворы.

Аммиак, 25%-ный, ГОСТ 3760-64

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

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

Спирт этиловый ректификат, 96%-ный, ТУ -6-09-1710-77

Стандартный раствор дифенамида (концентрация 500 мкг/мл). Растворяют 0,025 г х.ч. пестицида в 50 мл ацетона. Раствор устойчив в течение 1 месяца.

Пластинки "Силуфол" (ЧССР), размер 140х140 мм

Фосфорномолибденовая кислота, х.ч., ТУ 6-09-3540-78. Готовят 1%-ный раствор в этиловом спирте. Расход реактива - 1 мл на 1 пластинку.

Хлороформ, ч.д.а., ГОСТ 200-15-74

2.3. Посуда и приборы.

Баня водяная ТУ 64-1-2850-76

Воронка делительная, емк. 250, 500 мл, ГОСТ 10054-75

Испаритель вакуумный ротационный, ИР-1М, ТУ 25-11-917-74

Камера для опрыскивания пластинок, ТУ 25-11-430-70

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75

Колбы круглодонные для отгонки растворителя, ГОСТ 10394-72
Колбы мерные, емк. 50-100 мл, ГОСТ 1770-74
Лампа кварцевая ПРК-4, ПРК-7, ТУ 16-535-280-74
Микропипетка на 0,1 мл с ценой деления 0,01 мл, ГОСТ 1770-74
Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74
Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емк. 10, 25, 50, 250 мл.

2.4. Проведение определения.

2.4.1. Экстракция. 200 мл воды (pH=7,5) помещают в делительную воронку и трижды экстрагируют хлороформом порциями по 50 мл в течение 5 мин. каждый раз. Экстракты объединяют, пропускают через химическую воронку, заполненную безводным сернокислым натрием, упаривают на ротационном испарителе до 0,05-0,1 мл и количественно наносят на пластинку "Силуфол".

2.4.2. Хроматографирование.

Экстракты с помощью пипетки наносят на пластинку для хроматографирования, рядом (на расстоянии 2 см) с пробами наносят стандартный раствор дифенамида в количестве 3, 5, 10 мкг, что соответствует 6, 10, 20 мкл. Производят хроматографирование в смеси растворителей н-гексан, ацетон, аммиак=10:5:0,8. Когда растворитель поднимется на высоту 10 см, пластинку вынимают, сушат и опрыскивают 1%-ным раствором фосфорномолибденовой кислоты так, чтобы фон пластинки был светло-зеленый. Тщательно сушат пластинку и обдучают УФ-светом 5-10 мин. При наличии дифенамида в анализируемой пробе появляется пятно синего цвета, величина R_f которого равняется 0,35-0,37.

2.4.3. Обработка результатов анализа.

Количественное определение производится путем сравнения площади пятна пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по величине к площади пятна пробы. Измерение площадей осуществляется с помощью промасленной миллиметровой бумаги. Пропорциональная зависимость между площадью пятна и концентрацией препарата наблюдается в пределах от 1,0 до 10 мкг. При большем содержании препарата на пластинку наносят часть экстракта.

Содержание препарата в анализируемой пробе в мг/л (X) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot S_2}{P \cdot S_I}$$

где A – количество мкг стандартного раствора препарата,
S_I – площадь пятна стандартного раствора, $мм^2$,
S_2 – площадь пятна пробы, $мм^2$
P – количество мл воды, взятой на анализ.

3. Требования техники безопасности.

Соблюдать требования техники безопасности, обычно рекомендуемые для работы с органическими растворителями, УФ-светом.

4. Разработчики:

д.б.н. М.А. Клисенко, к.х.н. Н.И. Киселева, С.И. Гнед. (ВНИИГИНТОКС).

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