ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ
ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть XV-я

Москва — 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

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

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

Москва - 1984 г

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза 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 при МСХ СССР (председатель Группы экспертов д.б.н. М.А.Клисенко).

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы НИИиТМ им.Марциновского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ
Л.Г.Александрова, Д.Е.Тиренко, С.В.Лопатко (секретарь),
М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук,
М.В.Письменная (зам.председателя), Г.А.Хохолькова.

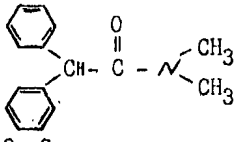
"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
_____А.И. Заиченко
"12" мая 1983 г.
№2806-83

Временные методические указания
по определению остаточных количеств дифенамида в почве, растениях и эфирных маслах газожидкостной хроматографией

I. Краткая характеристика препарата

I.I. Химическое название. Дифенамид- гербицид для борьбы с сорняками в посевах овощей, табака, лаванды, мяты, шалфея. Действующее начало препарата *N*, *N* - диметил-2, 2-дифенилацетамид.

Структурная формула



$C_{16}H_{17}NO$
Мол. м. 239,32

I.2. Синонимы: димид, зарур, дифен, дифениламид, Л-34413, энид.

I.3. В чистом виде - белое кристаллическое вещество, температура плавления I34,5-I35,5°С. Растворимость в I00 мл растворителя при 25°С: в воде 0,25 г; ацетоне - I9 г; ксилоле 5,0 г; диметилформамиде I6 г. Выпускается в форме смачивающегося порошка, концентрированных эмульсии и гранул. $ЛД_{50}$ для крыс I050 мг/кг. ДОК дифенамида в эфиромасличных растениях и эфирных маслах не установлена. ПДК дифенамида в почве также не установлена.

2. Методика определения дифенамида

2.I. Основные положения.

2.I.I. Принцип метода.

Метод основан на извлечении дифенамида из почвы и растений ацетоном, очистке экстрактов перераспределением в системе двух

несмешивающихся жидкостей, дополнительной очистке растительных экстрактов на колонке с окисью алюминия и газохроматографическом определении с помощью термоионного детектора. Из эфирных масел дифенамид извлекают диметилсульфоксидом, промывают н-гексаном и определяют газожидкостной хроматографией.

2.I.2. Метрологическая характеристика метода.

Минимальное детектируемое количество дифенамида - 0,5 нг.

Нижний предел определения, мг/кг

почва - 0,0I

эфиромасличные растения - 0,02

эфирные масла - 0,0I.

Среднее значение процента определения $\bar{c}$ при п = 9, %

почва - 90,4

эфиромасличные растения - 75,3

эфирные масла - 90,4

Стандартное отклонение S_x, %

почва - 7,4

эфиромасличные растения - 8,I

эфирные масла - I0,5

Доверительный интервал среднего при р = 0,95 и п = 9, 0, %

почва - 6,I

эфиромасличные растения - 6,6

эфирные масла - 8,6

Размах варьирования R, %

почва - 76-I0I

эфиромасличные растения - 62-86

эфирные масла - 72-I0I

2.I.3. Избирательность метода

Метод селективен. Прочие пестициды, используемые на плантациях шалфея, лаванды и мяты определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы.

Диметилсульфоксид

Ацетон, ГОСТ 2603-79, ос. ч.

н-Гексан, ТУ-6-09-3375-78, хч, свежеперегнанный

Ацетонитрил

Окись алюминия для хроматографии - ТУ 6-09-3916-75, II ст. активности.

Сульфат натрия безводный, ГОСТ 4166-76, х.ч.
Диэтиловый эфир (для наркоза) - фармакопея СССР
Хроматон -N - AW - ДМСS (0,20-0,25 мм) с 5% ХЕ-60,
Хроматон -N - AW - ДМСS (0,20-0,25 мм) с 5 % SE-30,

Стандартные растворы дифенамида в ацетоне с содержанием 100 мкг/мл, 10 мкг/мл. Для приготовления стандартного раствора берут на аналитических весах навеску дифенамида 10 мг ± 0,0002 г, помещают ее в мерную колбу емкостью 100 мл. Навеску растворяют в 10-15 мл ацетона и доводят до метки тем же растворителем. Раствор содержит 100 мкг/мл дифенамида. Из раствора пипеткой переносят в мерную колбу на 100 мл 10 мл раствора и доводят до метки ацетоном. Раствор содержит 10 мкг/мл дифенамида. Растворы дифенамида стабильны при хранении в холодильнике в течение 6 месяцев.

2.3. Приборы и посуда.

Хроматограф "Цвет-106" с термоионным детектором, ТУ-I.550.003
Аппарат для встряхивания ТЕ-Ш, ЧССР
Ротационный вакуумный испаритель, ИР-1М,ТУ 25-11-917-74
Делительные воронки на 250 мл, 500 мл, ГОСТ 100054-75
Колбы плоскодонные, конические на 250 мл, ГОСТ 10394-72
Колбы круглодонные на 100 мл, ГОСТ 10394-72
Мерные цилиндры на 100 мл, ГОСТ 1770-74
Микрошприцы на 1 мкл (МШ-1) и 10 мкл (МШ-10)
Пипетки на 1 и 10 мл, ГОСТ 1770-74
Мерные колбы на 100 мл, ГОСТ 1770-74
Колонки для хроматографии 100 х 15 мм.

2,4. Подготовка к определению.

Органические растворители (ацетон, н-гексан) перед началом работы необходимо перегнать, сульфат натрия прокалить при температуре 300-400°С. Хроматографическую колонку и детектор кондиционируют в режимных условиях в течение 2-х часов. Отбор проб для анализа проводят 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 № 2051-79, от 21.08.79 г. Для анализа отбирают среднюю пробу почвы - 100 г, растений эфиромасличных культур - 50 г, эфирного масла - 10 г.

2,5. Проведение определения.

2.5.I. Почва

I00 г измельченной и просеянной через сито почвы помещают в плоскодонную колбу на 250 мл, заливают I50 мл ацетона и экстрагируют I час с помощью механического встряхивателя, оставляют на ночь. Экстракты фильтруют через бумажный фильтр в плоскодонную колбу на 250 мл. Остаток на фильтре промывают ацетоном 2 х 30 мл. Фильтрат упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани 50°С до I0 мл. Остаток количественно переносят в делительную воронку емкостью 500 мл, прибавляют 200 мл дистиллированной воды и реэкстрагируют дифенамид н-гексаном, 3 х 30 мл. Объединенный гексановый экстракт сушат, пропуская через 35 г безводного сульфата натрия и концентрируют на ротационном испарителе досуха. К сухому остатку по стенкам колбы прибавляют I мл ацетона, закрывают и вращают колбу. В испаритель хроматографа вводят 2 мкл раствора.

2,5.2. Эфиромасличные растения.

50 г свежесрезанных растений гомогенизируют с I50 мл ацетона в течение I5-20 мин. со скоростью 8000 об/мин, встряживают 30-40 мин. Экстракты фильтруют через бумажный фильтр, в колбу емкостью 250 мл. Стакан гомогенизатора промывают 3 х 20 мл ацетоном и через фильтр присоединяют смыв к основному фильтрату. Упаривают ацетон на ротационном испарителе до I0 мл при температуре бани 50°С. Остаток количественно с 50 мл ацетонитрила переносят в делительную воронку емкостью 250 мл с 50 мл н-гексана. Встряхивают I-2 мин и отделяют верхний слой. Операцию повторяют еще дважды. Нижний слой переносят на делительную воронку емкостью 500 мл с 250 мл I0 % Na_2SO_4 и реэкстрагируют дифенамид 3 х 50 мл н-гексаном. Собирают верхний слой, объединяют, высушивают, пропуская через безводного сульфата натрия и упаривают до 5 мл на ротационном испарителе. Остаток переносят на колонку с 6 г окиси алюминия, промытую I2 мл смеси н-гексан-ацетон (9:I). После того как раствор полностью впитается в слой сорбента, отгонную колбу смывают 5 мл смеси гексан-ацетон (9:I) и переносят на колонку, операцию повторяют 3 раза. Дифенамид элюируют I00 мл смеси н-гексан-ацетон (9:I). Элюат упаривают на ротационном испарителе досуха. Остаток растворяют в I мл ацетона и 2 мкл вводят в испаритель хроматографа.

2.5.3. Эфирные масла.

Навеску 10 г эфирного масла мяты, лаванды, шалфея помещают в делительную воронку емкостью 250 мл с 50 мл диметилсульфоксида, выдерживают 20 мин. для растворения.

Прибавляют 50 мл н-гексана, встряхивают 2 мин. и отделяют верхний слой. Операцию повторяют еще дважды. Оставшийся раствор переносят в делительную воронку емкостью 500 мл с 200 мл 10 % Na_2SO_4, предварительно насыщенного 15 мл серного эфира, и реэкстрагируют дифенамид серным эфиром 3 х 30 мл. Объединенные экстракты собирают, сушат, пропуская через безводный сульфат натрия и концентрируют досуха на ротационном испарителе при температуре водяной бани 30°С. К сухому остатку прибавляют 1 мл ацетона, встряхивают и 2 мкл вводят в испаритель хроматографа.

Условия хроматографирования

	:5% SE-30	: 5% XE-60
Размер колонки, мм	1000 х 3	1000 х3
Материал колонки	стекло	стекло
Форма колонки	спираль	спираль
Расход газа-носителя, мл/мин	40	40
Расход водорода, мл/мин	16	16
Расход воздуха, мл/мин	400	400
Температура испарителя, °С	230	230
Температура термостата колонок, °С	190	190
Хроматографируемый объем, мкл	2	2
Время удерживания дифенамида, мин	9	12
Число теоретических тарелок	207	256
В Э Т Т	4,8	3,9
Линейный динамический диапазон, нг	0,5-500	0,5-500
Рабочая шкала электрометра	100×10^{-12} А	100×10^{-12} А

2.6. Обработка результатов анализа.

Количественный расчет препарата в анализируемой пробе проводят по следующей формуле

$$X = \frac{H \cdot V_I}{K \cdot V_2} \cdot A, \text{ где:}$$

X - количество дифенамида в пробе, мг/кг;

H- высота пика препарата в анализируемой пробе, мм;

V_I-объем анализируемой пробы, мл;

V_2-объем инъектируемой пробы, мкл;

A - навеска в г;

K - калибровочный коэффициент, который определяется по следующей формуле

$$K = \frac{I}{П}\left[\frac{H_I}{C_I V_I} + \frac{H_2}{C_I V_2} + \ldots + \frac{H_п}{C_I V_п}\right], \quad \text{где:}$$

$H_I, H_2, H_п$ - высота пиков стандартного раствора дифенамида, мм;

$V_I, V_2, V_п$ - объемы стандартного раствора дифенамида, вводимые в хроматограф, мкл;

C - концентрация стандартного раствора, 10 мг/мл.

Содержание микроколичеств дифенамида в пробах вычисляют как среднее из трех параллельных определений.

3. Требования безопасности.

При выполнении операций по определению дифенамида следует руководствоваться требованиями безопасности при работе с соединениями 3-го класса токсичности (дифенамид), а также с легколетучими растворителями.

4. Разработчики

Баранов Ю.С, Хилик Л.А, Брынза Е.А ,ВНИИЭМК,г.Симферополь

СОДЕРЖАНИЕ

ГАЛОИДОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

стр

1. Временные методические указания по газохроматографическому определению альфа-3 в почве, воде и растительном материале I
2. Временные методические указания по определению даконила в растительной продукции, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией 8
3. Временные методические указания по определению дактала в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии I4
4. Методические указания по определению остаточных количеств далапона в воде, почве, моркови, винограде и в хлопковых семенах методом тонкослойной хроматографией I9
5. Методические указания по определению ДД и ДДЭ в почве методом газожидкостной хроматографии 27
6. Временные методические указания по фотоэлектроколориметрическому определению глифтора в органах и тканях животных 35
7. Методические указания по определению пентацина методом газожидкостной хроматографии в семенах и зеленой массе люпина желтого. 43
8. Временные методические указания по определению сумицидина в корнеклубнеплодах, молоке, растениях, почве методом газожидкостной хроматографии. 52
9. Временные методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в мясе, органах и тканях животных хроматографическими методами 58
10. Методические указания по определению тиодана в растительных маслах методом газожидкостной хроматографии 65
11. Временные методические указания по определению остаточных количеств тотрила в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии 69

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (дифос,ДДВФ,хостаквик,цианокс,циодрин) в почве хроматоэнзимным методом 74

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению бутилкантакса в почве,воде и растительном материале методом газожидкостной хроматографии 83
2. Временные методические указания по определению остаточных количеств дифенамида в почве, растениях и эфирных маслах методом газожидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефолианта дроппа методом хроматографии в тонком слое в волокнах, листьях,семенах хлопчатника и в почве 96
4. Временные методические указания по определению остаточных количеств картоцида (фитона) в картофеле,огурцах,томатах луке,свекле и воде методом тонкослойной хроматографии. 102
5. Временные методические указания по определению КН-77 в воде методом тонкослойной хроматографии 107
6. Временные методические указания по определению линурона и дипрониона в луке зеленом,репчатом методом тонкослойной хроматографии 113
7. Временные методические указания по определению метирама в растительных образцах (яблоках,огурцах, томатах) газохроматографическим методом 121
8. Временные методические указания по определению митака в растительном материале, почве, воде, органах, тканях и молоке животных методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 129
9. Временные методические указания по определению нимрода в почве,воде,огурцах методом тонкослойной хроматографии 136

10. Временные методические указания по определению роданида натрия в семенах подсолнечника и воде методом тонкослойной хроматографии. 144
11. Временные методические указания по определению рубигана в яблоках и огурцах хроматографическим методом 149
12. Временные методические указания по определению остаточных количеств сангора в воде,почве и в растительных объектах методом газожидкостной хроматографии 155
13. Временные методические указания по определению стомпа в воде,почве и растительных соъектах методами газожидкостной,тонкослойной хроматографии и УФ-спектрофотометрии 167
14. Временные методические указания по определению сумилекса в воде,почве,семенах подсолнечника и биосредах методом тонкослойной хроматографии 183
15. Временные методические указания по определению остаточных количеств суффикса в почве хроматографическими методами 193
16. Временные методические указания по определению ТИ-78 в клубнях картофеля и воде 199
17. Методические указания по определению остаточных количеств тачигарена в почве тонкослойной хроматографией 205
18. Временные методические указания по определению томилона в воде,почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 211
19. Временные методические указания по определению ФДН / N,N -диметил-N-(3-хлорфенил)-гуанидина / в почве методом тонкослойной хроматографии 218
20. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурон,которан,монурон,диурон,арезин, линурон,паторан,малоран) в почве, растительном материале и овощах методом газожидкостной хроматографии 225
21. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурона,которана,монурона,диурона,дикурана,дозанекса,тенорана,фалорана,арезина,линурона,паторана,малорана) в воде, почве,растительной массе,овощах методом тонкослойной хроматографии 254
22. Методические указания по хроматографическому определению фенмедифама (бетанала) в воде,почве,сахарной свекле и биологических средах 244

ОЛОВООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению перопала в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата пликтран и его метаболитов (окись дициклогексилолова, циклогексилоловянная кислота) в воде, почве и растительном материале хроматографическим методом и неорганического олова в тех же средах спектрофотометрическим методом 263

РАЗНОЕ

I. Методические указания . Общие требования к методикам измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны 273

Л - 64298 от 200385, Тираж 2000 экз., Заказ № 1929

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru