

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 I

Москва - 1980

У т в е р ж д а ю

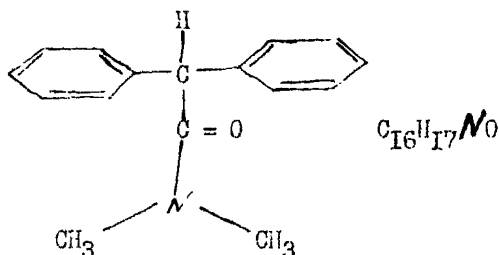
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР А.И. Заиченко

" 27 " сентября 1978 г. № 1908

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

1. Краткая характеристика препарата.

Димид - *N,N*-Диметил-2, 2-дифенилацетамид. Синонимы: диме -
намид, энид, дифен, дифениламид.



Химически чистый димид - белое кристаллическое вещество с
температурой плавления 134,5 - 136,5°C.

Молекулярная масса 239,32. Растворимость в 100 мл растворите-
ля при 25°C: в воде 0,026 г., ацетоне 19,0 г., ксилоле 5,0 г., диме-
тилформамиде 16 г. и в фенилцеллозольве 32,0. Выпускается в форме
слабощелочного порошка, концентрированных эмульсий и гранул. ДД50
для крыс 1050 мг/кг. Димид активен против большого числа сорняков.
Применяется в качестве почвенного гербицида для борьбы с сорными
растениями в посевах томатов, перца, земляники, картофеля, табака и
в некоторых других культур.

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

2.1. Основные положения

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

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

2.2. Реактивы и растворы.

Смесь бензол-изопропиловый спирт (2 : 1);
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 диметила в ацетоне (0,47 мкг/мл).

2.3. Приборы и посуда.

Весы аналитические;
ротационный вакуумный-испаритель ИР-1М;
сушильный шкаф;
аппарат для встряхивания;
газовый хроматограф "Хром 4" снабженный пламенно-ионизационным детектором;
курительная машина;
микрошприц на 10 мкл;
колбы конические со шлифом на 100 и 500 мл;
колбы конические на 250, 100 мл;
колба Бунзена с воронкой Вюхнера;
цилиндры мерные на 50, 100 мл;
воронки делительные на 250, 500 мл;
воронки химические разные;
пипетки разные;
фильтры бумажные.

2.4. Ход анализа.

2.4.1. Экстракция. Почва. Измельченный почвенный образец (20г)

помещают в коническую колбу, емкостью 500 мл, экстрагируют 75 мл смеси бензол-изопропиловый спирт (2 : 1), 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 10 мин и оставляют (для осаждения угля) на 5-10 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.

ТАБАК. 15 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 10 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 10 сигарет собирают в электростатическую ловушку курительной машины, сливают 50 мл ацетонитрила. Ацетонитрильный раствор экстрагируют 50 мл гексана, для удаления восков и пигментов, встряхивая 2 мин. Гексановый слой отсепаривают, а к ацетонитриловому слою добавляют 5 г активированного угля, встряхивают 10 мин и оставляют стоять (до осаждения угля). Бензольный экстракт фильтруют через бумажный фильтр и упаривают досуха. Остаток растворяют в 3-5 мл ацетона и аликвоту полученного раствора объемом 5-8 мкл вводят в газовый хроматограф.

2.4.2. Улучшение газохроматографического анализа.

Хроматограф с пламенно-ионизационным детектором (Хром-4)
Колонка стеклянная, внутренний диаметр 3 мм, длина 1,2 м;
Твердый носитель - Газ-Хром Ø (80-100 меш);

Неподвижная жидкая фаза - 5% ХЕ - 60;

Температура: испарители - 230°C;

колонок - 200°C;

Чувствительность детектора $A = 11,3 \cdot 10^{-4} \frac{a}{\text{мл/сек}}$;

Порог чувствительности $\lambda_{\text{min}} = 0,98 \cdot 10^{-7} \text{ мг/сек}$;

Газ-носитель азот, расход - 40 мл/мин;

расход водорода - 30 мл/мин;

расход воздуха - 350 мл/мин;

Положение ручки чувствительности I : 20 ;

Время удерживания димеда - 8 минут.

3. Количественный анализ.

Содержание димеда в анализируемой пробе (x) вычисляют по

формуле:

$$x = \frac{a \cdot H_x \cdot V_{\text{ст}} \cdot V_o \cdot 100}{H_{\text{ст}} \cdot V_x \cdot G \cdot (100 - \psi)} \quad \text{мг/кг, где}$$

a - концентрация стандартного раствора димеда, мкг/мл;

H_x - высота хроматографического пика стандартного р-ра, мм;

$H_{\text{ст}}$ - высота хроматографического пика стандартного р-ра, мм;

$V_{\text{ст}}$ - объем стандартного р-ра, введенный в хроматограф, мл;

V_x - объем пробы, введенный в хроматограф, мл;

V_o - общий объем исследуемого раствора, мл;

G - навеска исследуемого образца, кг;

ψ - влажность анализируемой пробы, %.

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

5. Требования безопасности.

Соблюдаются требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с химическими растворителями.

СОДЕРЖАНИЕ

<u>Хлорсодержащие пестициды</u>	стр.
1. 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.	10
4. Спектрофотометрический метод определения остаточных количеств афоса в зерне и соломе пшеницы.....	17
 <u>Фосфорсодержащие пестициды</u>	
5. Методические указания по определению базудина и оксизазудина 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.....	31
7. Методические указания по газохроматографическому определению 0,0,5-триметилтиофосфата в растительном материале.....	40
8. Методические указания по определению фталфоса 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
10. Методические указания по определению остаточных количеств атрела и его производных (гидрела, дигидрела) в яблоках, огурцах, томатах, семенах хлопка и хлопковом масле газожидкостной хроматографией.....	51

<u>Азотсодержащие пестициды</u>	стр.
11. Методические указания по определению остаточных количеств анилата в растительных пробах пшеницы.....	63
12. Методические указания по определению базаграна в воде методом газо-жидкостной хроматографии.....	66
13. Методические указания по определению остаточных количеств БМК и бенлата по БМК в растительных объектах, почве и воде тонкослойной хроматографией.....	70
14. Методические указания по определению остаточных количеств N', N' -диметилгидразина янтарной кислоты в тканях растений фотометрическим методом.....	77
15. Методические указания по определению димифа в почве, табаке и табачном дыме методом газожидкостной хроматографии.....	81
16. Методические указания по определению которана и диуф на в эфирных маслах и в маслосодержащем сырье методом газо-жидкостной хроматографии.....	85
17. Методические указания по определению которана в воде и почве методом хроматографии в тонком слое.....	90
18. 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
19. 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.....	107
21. Методические указания по определению гербицидов производных тиокарбаминовой кислоты (варнам, ронит, сутан, тиллам, оптам, яман) в воде, почве, растительном материале, биосубстратах и воздухе газо-хроматографическим методом.....	117

стр.

22. Методические указания по определению остаточных количеств трипана 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 трихостина в воздухе..... 154

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

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