

**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

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 ИГиЛТМ им.Маршановского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

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

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

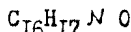
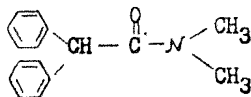
А.И. Заиченко

"21" ноября 1977 № 4033 - 26

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:



Молекулярная масса дифенамида - 239,26

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

Используется в виде 80%-ного с.п. ЛД<sub>50</sub> 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.

2.1. Основные положения.

2.1.1. 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  $\alpha=0,95$ ,  $n=5$ ,  
 $s=74,5 \pm 6,4$ .

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 140x140 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 16-535-2<sup>о</sup>С-74

Микропипетка на 0,1 мл с ценой деления 0,01 мл, ГОСТ 1770-74

Пулверизатор 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 (рН=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 облучают 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:

$$X = \frac{A \cdot S_2}{P \cdot S_1}$$

где A - количество мкг стандартного раствора препарата,  
 $S_1$  - площадь пятна стандартного раствора, мм<sup>2</sup>,  
 $S_2$  - площадь пятна пробы, мм<sup>2</sup>  
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 <u>актеллика</u> и <u>базудина</u> 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)                   | 21 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 примипида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии                   | 21 ноября 1985 г. №4028-85 | 24 |
| 5. | Методические указания по определению сульфидифоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии  | 3 января 1985 г. №3198-85  | 33 |
| 6. | Методические указания по определению остаточных количеств <u>хлорофоса</u> 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. №3684-85 51
9. Временные методические указания по хроматографическому определению ДЦ в воде  
22 мая 1985 г. №3876-85 57
10. Временные методические указания по определению модауна в воде и почве газофазной 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 газофазной хроматографии в воде, почве и зерне пшеницы  
21 ноября 1985 г. №4032-85 73
13. Временные методические указания по определению методами ГЖ 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.
14. Временные методические указания по определению остаточных количеств физалида в свекле методом газожидкостной хроматографии  
22 мая 1985 г. №3875-85 88
15. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБЭ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ  
21 ноября 1985 г. №4031-85 93
16. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХЦП, γ-изомера ГХЦП, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля 1986 г. №4120-86 99
- Азотсодержащие пестициды
17. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГХ и ТСХ  
21 ноября 1985 г. №4029-85 II3
18. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии  
21 ноября 1985 г. №4033-85 I23
19. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии  
31 июля 1984 г. №3072-84 I27

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграма в растительной продукции, почве и воде ТСХ  
12.04.85 г. №3253-85 I36
21. Методические указания по определению монуро-на и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 I42
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 I48
23. Временные методические указания по определению раундапа в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)  
21 ноября 1985 г. №4034-85 I56
24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами  
3 января 1985 г. №3200-85 I62
25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ГЖХ 22 мая 1985 г. №3894-85 I67
26. Временные методические указания по определению стомпа методом ГЖХ в табаке  
12 апреля 1985 г. №3252-85 I71
27. Методические указания по определению тилга в растениях, почве, воде методом газожидкост-

- ной хроматографии  
3 января 1985 г. № 3190-85 179
28. Методические указания по определению триадимифона (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. № 4057-85 196
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

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 АКГ-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 геранилизовалерлата 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  
1 июля 1986 г. №4122-86 247
40. Временные методические указания по определению дакталя 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  
1 июля 1986 г. №4127-86 275
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленапила в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4125-86 279
45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций динурона в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4020-85 284
46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций донтрежа 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 микала 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 ромулида 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

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