

**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.**

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

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, **С.В.Донатко** (секретарь),  
М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук,  
М.В.Письменная (зам.председателя), Г.А.Хохолькова.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государст-  
венного санитарного врача СССР

А.И. Заиченко

"12" мая 1983 г.

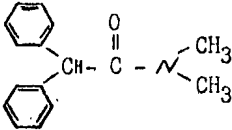
№ 2806-83

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

## 1. Краткая характеристика препарата

1.1. Химическое название. Дифенамид - гербицид для борьбы с сорня-  
ками 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

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

1.3. В чистом виде - белое кристаллическое вещество, температура  
плавления 134,5-135,5°C. Растворимость в 100 мл растворителя при  
25°C: в воде 0,25 г; ацетоне - 19 г; ксилоле 5,0 г; диметилформа-  
миде 16 г. Выпускается в форме смачивающегося порошка, концентри-  
рованных эмульсии и гранул. ЛД<sub>50</sub> для крыс 1050 мг/кг. ДОК дифена-  
мида в эфиромасличных растениях и эфирных маслах не установлена.  
ДОК дифенамида в почве также не установлена.

## 2. Методика определения дифенамида

2.1. Основные положения.

2.1.1. 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.

### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Минимальное детектируемое количество дифенамида - 0,5 нг.

Нижний предел определения, мг/кг

почва - 0,01

эфиромасличные растения - 0,02

эфирные масла - 0,01.

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

почва - 90,4

эфиромасличные растения - 75,3

эфирные масла - 90,4

Стандартное отклонение  $S_x$ , %

почва - 7,4

эфиромасличные растения - 8,1

эфирные масла - 10,5

Доверительный интервал среднего при  $p = 0,95$

и  $n = 9$ , 0, %

почва - 6,1

эфиромасличные растения - 6,6

эфирные масла - 8,6

Размах варьирования  $R$ , %

почва - 76-101

эфиромасличные растения - 62-86

эфирные масла - 72-101

### 2.1.3. Избирательность метода

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

### 2.2. Реактивы и растворы.

Диметилсульфоксид

Ацетон, ГОСТ 2603-74, ос. ч.

н-Гексан, ТУ-6-09-3075-78, хч, смежеперегнанный

Ацетонитрил

Оксид алюминия для хроматографии - ТУ 6-09-3916-75,

II ст. активности.

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

Диэтиловый эфир (для наркоза) - фармакопей СССР

Хроматон -N - АW - ДМСС (0,20-0,25 мм) с 5% XE-60,

Хроматон -N - АW - ДМСС (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  $\pm$  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-1.550.003

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 x 15 мм.

### 2.4. Подготовка к определению.

Органические растворители (ацетон, н-гексан) перед началом работы необходимо перегнать, сульфат натрия прокалить при температуре 300-400°C. 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.

### 2.5.1. Почва

100 г измельченной и просеянной через сито почвы помещают в плоскодонную колбу на 250 мл, заливают 150 мл ацетона и экстрагируют 1 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 x 30 мл. Фильтрат упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани 50°C до 10 мл. Остаток количественно переносят в делительную воронку емкостью 500 мл, прибавляют 200 мл дистиллированной воды и реэкстрагируют дифенамид n-гексаном, 3 x 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 1 мл ацетона, закрывают и вращают колбу. В испаритель хроматографа вводят 2 мкл раствора.

### 2.5.2. Эфиромасличные растения.

50 г свежесрезанных растений гомогенизируют с 150 мл ацетона в течение 15-20 мин. со скоростью 8000 об/мин, встряхивают 30-40 мин. Экстракты фильтруют через бумажный фильтр, в колбу емкостью 250 мл. Стакан гомогенизатора промывают 3 x 20 мл ацетоном и через фильтр присоединяют смыв к основному фильтрату. Упаривают ацетон на ротационном испарителе до 10 мл при температуре бани 50°C. Остаток количественно с 50 мл ацетонитрила переносят в делительную воронку емкостью 250 мл с 50 мл n-гексана. Встряхивают 1-2 мин и отделяют верхний слой. Операцию повторяют еще дважды. Нижний слой переносят на делительную воронку емкостью 500 мл с 250 мл 10%  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$  и реэкстрагируют дифенамид 3 x 50 мл n-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, промывают 12 мл смеси n-гексан-ацетон (9:1). После того как раствор полностью впитается в слой сорбента, отгонную колбу смывают 5 мл смеси гексан-ацетон (9:1) и переносят на колонку, операцию повторяют 3 раза. Дифенамид элюируют 100 мл смеси n-гексан-ацетон (9:1). Элюат упаривают на ротационном испарителе досуха. Остаток растворяют в 1 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 %

$\text{MgSO}_4$ , предварительно насыщенного 15 мл серного эфира, и рекстрагируют дифенамид серным эфиром 3 x 30 мл. Объединенные экстракты собирают, сушат, пропуская через безводный сульфат натрия и концентрируют досуха на ротационном испарителе при температуре водяной бани 30°C. 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 x 3	1000 x 3
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, °C	230	230
Температура термостата колонок, °C	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	100x10 <sup>-12</sup> А	100x10 <sup>-12</sup> А

### 2.6. Обработка результатов анализа.

Количественный расчет препарата в анализируемой пробе проводят по следующей формуле



$$X = \frac{H \cdot V_1}{K \cdot V_2} \cdot A, \text{ где:}$$

X - количество дифенамида в пробе, мг/кг;

H- высота пика препарата в анализируемой пробе, мм;

$V_1$ -объем анализируемой пробы, мл;

$V_2$ -объем инъегируемой пробы, мкл;

A - навеска в г;

K - калибровочный коэффициент, который определяется по следующей формуле

$$K = \frac{I}{\Pi} \left[ \frac{H_1}{C_1 V_1} + \frac{H_2}{C_1 V_2} + \dots + \frac{H_n}{C_1 V_n} \right], \text{ где:}$$

$H_1, H_2, H_n$  - высота пиков стандартного раствора дифенамида, мм;

$V_1, V_2, V_n$  - 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, Брызна Е.А, ВНИИЭМК, г.Симферополь

## СОДЕРЖАНИЕ

## ГАМОИДОРГАНИЧЕСКИЕ 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	14
4. Методические указания по определению остаточных количеств далафона в воде, почве, моркови, винограде и в хлопковых семенах тонкослойной хроматографией	19
5. Методические указания по определению ДД и ДДБ 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 пентадина методом газожидкостной хроматографии в семенах и зеленой массе люпина <del>и люпина</del> .	43
8. Временные методические указания по определению сумицидина в корневых клубнеплодах, 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

## ФОСФОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (дифос, ДДВФ, хостаквик, цианокс, циодрин) в почве хромато-энзимным методом 74

## АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Временные методические указания по определению бутылкап-такса 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 <sup>ДР 40 ДРС</sup> газожидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефолианта дронпа 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 лигурона и лирониона 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 моче 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 рубигина 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 объектах 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 томилола в воде, почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 211
19. Временные методические указания по определению ФДН / КI, КI -диметил-КI-(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 перофала в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата пликтран и его метаболитов (окись дихлоргексилолова, циклогексилолованная 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 № 1020

---

Типография ВАСХНИЛ