

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСК СССР

М Е Т О Д Ы
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

~~Часть 5~~

М о с к в а, 1971 г.

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С
ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ
ПРИ МСХ СССР

Утверждено

Заместителем Главного санитарного
врача Союза ССР

Д.Н.Лоранским

1971 г.

М Е Т О Д Ы
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ
СРЕДЕ

Часть У.

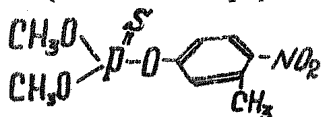
Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных группой экспертов при
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с
вредителями, болезнями растений и сорняками
при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТИЛНИТРОФОСА В РАСТИТЕЛЬНОЙ ПРОБЕ И ПОЧВЕ ^{x)}

Характеристика препарата

Метилнитрофос (метатион, сумитион, фолитион, фенилтион),
0,0-диметил-0-(3-метил-6-нитрофенил)-тиофосфат (I),



Мол. вес 277,24

Технический продукт метилнитрофоса содержит в качестве примеси нетоксичный изомер 0,0-диметил-0-(3-метил-6-нитрофенил)-тиофосфат (II), который является синергистом для I изомера. В чистом виде метилнитрофос представляет собой жидкость светложелтого цвета с температурой кипения 145-147°C при 0,15 мм рт. ст., $n_D^{20}=1,5475$, $d_4^{20}=1,3060$. Метилнитрофос нерастворим в воде, растворим в ацетоне, бензоле, метаноле, петролейном эфире. Для сельского хозяйства выпускается 30%-ный концентрат эмульсии.

Принцип метода

Метод основан на извлечении метилнитрофоса из растительной пробы и почвы петролейным эфиром, очистке экстракта и последующем полярографировании на фоне, состоящем из 50% этилового спирта, 50% ацетатного буфера Уольполя с pH = 4,0 и 0,02% желатина. Чувствительность метода 15 мкг препарата в анализируемой пробе.

Реактивы и растворы

Петролейный эфир (темп. кип. 40-70°C), очищенный серной кислотой.

Этиловый спирт.

Водород электролитический.

0,5%-ный раствор желатина в воде.

Буфер Уольполя с pH = 4,0. Изготавливают смешением 82 мл 0,2 М раствора CH_3COOH и 18 мл 0,2 М раствора CH_3COONa . В полученном растворе растворяют 0,75 г KCl .

^{x)} Газрабстан Д.М.Патрашкы и Л.Б.Сарваншой (НИИ Биологического метода защиты растений).

Стандартный раствор метилнитрофоса — 10^{-3} М раствор в этиловом спирте.

Приборы и посуда

Полярограф ПЭ-312.
Полярографическая ячейка с пористой перегородкой и висмутным каломельным электродом сравнения.
Колбы конические на 500 и 1000 мл.
Аппарат Сохслета.
Воронки химические диаметром 4 см.
Прибор для отгонки растворителя с набором колб на шлифах на 100 и 250 мл.
Пипетки на 0,2, 1, 2, 5 мл.
Аппарат для микросублимации в вакууме.
Цитичары на 100 и 1000 мл.
Водяная баня.

ОПИСАНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Экстракция метилнитрофоса из пробы и очистка экстрактов

Для экстракции метилнитрофоса из растительной пробы и почвы используют петролейный эфир. 100 г воздушно-сухой почвы смешивают с 30 г 4/п Na_2SO_4 и экстрагируют в аппарате Сохслета в течение 2-х часов. Ветки (600-1000 см^2 соковой поверхности), листья (около 1500 см^2) и плоды (500-1000 г) яблоки, зерно (75 г) и колосковую чешую (15 г) пшеницы экстрагируют на холоду в течение 16-18 часов.

Перед экстракцией измеряют площадь листьев по шаблону. Боковую поверхность веток определяют по формуле $S = 3,55 \cdot \sqrt{V \cdot l}$, где V — объем веток (определяют по объему вытесненной воды после экстракции); l — длина веток. Экстракты готовят из представительной пробы, в анализ берут аликвот экстракта, соответствующий 250 см^2 поверхности листьев и веток и 100 г плодов.

Для очистки экстрактов применяют микросублимацию в вакууме. Упаренный до небольшого объема экстракт метилнитрофоса из растительной пробы и почвы переносят в патрон аппарата для микросублимации и отгоняют органический растворитель досуха. Метилнитрофос возгоняют в вакууме при 2 мм рт. ст. и температуре 130-135 $^{\circ}\text{C}$ в течение 30 минут. Сконденсировавшийся на "хл.

лодном пальце" метилнитрофос смывают 20-30 мл петролейного эфира (лучше слегка подогретого).

Полярно графирование

Очищенный экстракт упаривают досуха, а сухой остаток вновь растворяют в 2,5 мл этилового спирта. К этому раствору добавляют 2,5 мл буфера Уольполя и 0,2 мл раствора желатина и тщательно хорошо перемешивают. Раствор отфильтровывают от выпавших в осадок восков через бумажный фильтр в электролитическую ячейку. Ячейку вставляют в электрод оравнения и закрывают пробкой с капилляром для ртути, продувают водород в продолжении 20 минут и снимают полярнограмму в интервале напряжений от $-0,2$ в до $-1,2$ в и диапазоне тока (чувствительности) $I_{\text{раб}}$ на 100 делений шкалы. Высоту волны сравнивают с калибровочным графиком, построенным на данном материале, и определяют содержание метилнитрофоса в анализируемой пробе.

Построение калибровочных графиков

Для построения калибровочного графика на чистом препарате наливают в полярнографическую ячейку 2,5 мл этилового спирта, 2,5 мл буфера и 0,2 мл раствора желатина, и содержимое хорошо перемешивают. Удаляют кислород продуванием водорода в течение 20 минут и снимают фон в указанных выше условиях. Затем в ячейку добавляют 0,05 мл стандартного раствора, соответствующие 13,8 мкг метилнитрофоса, продувают водород в течение 5 минут и полярнографируют. После этого в ячейку прибавляют 0,075 мл стандартного раствора (суммарное содержание метилнитрофоса равно 34,6 мкг), 5 минут продувают водород и полярнографируют. Добавление стандартного раствора по 0,075 мл и полярнографирование повторяют еще 6 раз (концентрация метилнитрофоса равна 159,4 мкг). Измеряют высоту волны для каждой концентрации метилнитрофоса и строят калибровочный график в координатах высота волны (мм) - концентрация метилнитрофоса (мкг).

Калибровочные графики на экстрактах растительных проб и почвы строят следующим образом. В готовый экстракт задают aliquотные части стандартного раствора, содержащие от 15 до 180 мкг метилнитрофоса. Экстракт подвергают упариванию и очистке, как описано выше. Затем отгоняют петролейный эфир

досуха, а сухой остаток вновь растворяют в 2,5 мл спирта, добавляют 2,5 мл буфера, 0,2 мл раствора желатина и полярографируют после удаления кислорода как обычно. График строят, как в случае чистого препарата.

Расчет анализа

Количество препарата в мг/кг для почвы и растительных материалов, образцы которых взвешивают, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{P},$$

где

G – количество препарата, найденное по калибровочному графику, мкг;

P – навеска образца, г.

Количество препарата в мг/м² для растительных материалов, образцы которых измеряют по занимаемой площади (например, листья), вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{P} \cdot 10,$$

где

G – количество препарата, найденное по калибровочному графику, мкг;

P – площадь образца, см².

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
Методические указания по разработке газо-хроматографических методов анализа остаточных количеств пестицидов составлено Пивоваровым Г.А.	I
ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПРЕПАРАТЫ	
Определение хлорорганических ядохимикатов (алдрина, гексахлорана, гептахлора, ДДТ, ДДД, ДДЭ и др.) в воде, овощах, фруктах и биологических средах методом газовой хроматографии- авторы: Гиренко Д.Б., Клисенко М.А.	II
Определение ДДТ, ДДЭ, ДДД, линдана и ТХМ-3 в молоке и молочных продуктах методом газовой хроматографии авторы: Молочников В.В., Мочалов В.И., Моргунова А.П.	18
Колориметрический метод определения ДДТ в молоке и молочных продуктах авторы: Молочников В.В., Мочалов В.И.	23
Определение остаточных количеств гексахлорбутадиена в вине, соке и воде методом газо-жидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов авторы: Пивоваров Г.А., Гар К.А., Алексеева Е.М., Тимофеева О.Н., Шварцман Г.А.	27
Спектрофотометрическое определение гексахлорбутадиена (ГХБД) в воздухе авторы: Гулько А.Г., Драновская Л.М.	33
Определение в растительных маслах ДДТ, Гамма-ГХЦГ и др. хлорорганических пестицидов авторы: Клисенко М.А., Бркова Э.Ф.,	36
Определение ДДТ, ГХЦГ, алдрина и гексахлорбензола в хлопковых вратах, обогащенных и необогащенных липидами авторы: Белова А.Б., Новикова Л.В.	38
Определение ДДТ, ГПХ и γ -ГХЦГ в почве, сахарной свекле и картофеле методом тонкослойной хроматографии авторы: Косматый Е.С., Грицаенко Н.Н.,	47

Колориметрический экспресс-метод определения ДДТ в
корне- и клубнеплодах 49
автор: Степиковская Л.А.

Определение полихлорпинена в воде, почве, картофеле
свекле, ее ботве, масле в присутствии ДДТ и других 58
хлорорганических пестицидов и полихлорнафта в почве
авторы: Клисенко М.А., Верблюдова Н.И., Косматый Е.С.,
Грицаенко Н.И.

Определение остатков ПХ в растениях методом тонко- 68
слойной хроматографии
авторы: Косматый Е.С., Половская Ф.И., Тверская Б.М.

Определение кельтана в огурцах методом тонкослойной 66
хроматографии
авторы: Фомичева Л.Г., Ефимова Л.И.

Определение эфирсульфоната в винограде, сое, воде 71
вишне методом ТСХ
авторы: Гослубев Т.И., Владимирова Л.Г., Колобродова Ю.М.

Фосфорорганические соединения

Определение акрекса и каратана в растительных продуктах 74
и воде
авторы: Клисенко М.А., Шлигидина А.М.

Определение бутифоса в продуктах промышленной перера- 80
ботки хлопка-сырца и семян хлопчатника методом тонко-
слойной хроматографии
авторы: Талипов Ш.Т., Джианбаева Р.Х., Халимова У.Х.,
Шейкина Р.И., Белобородова Н.Ф.

Психрографический метод определения метилнитрофоса 86
в растительной пробе и почве
авторы: Патрашук Ф.И., Сорокская Л.Б.

Булачно-хроматографический качественный и колориметрический 90
количественный методы определения метилнитрофоса в расти-
тельной пробе и почве
автор: Патрашук Ф.И.

Определение трихлорметафоса-3 в молоке и молочных продуктах с помощью тонкослойной хроматографии авторы: Молочников В.В., Серебряникова В.А., Мочалов В.И.	96
Определение фосфамида, антио и карбофоса в воздухе методом газо-жидкостной хроматографии авторы: Клисенко М.А., Гиренко Д.Б.	103
Определение сайфоса в воде, продуктах питания растительного происхождения, почве :: Биологическом материале авторы: Клисенко М.А., Письменная М.В.	107
Определение сайфоса в воздухе методом хроматографии в тонком слое авторы: Клисенко М.А., Письменная М.В.	114
Определение остаточных количеств фталофоса и фозалона в растительном материале, почве и воде авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р.	120
Качественный и количественный методы определения фозалона в яблоках, яблоневых листьях, почве и воде автор: Вылегжанина Г.Ф.	128
Определение фталофоса в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии авторы: Заболотный К.Ф., Метелица В.К., Непоклонов А.А.	133
Количественное колориметрическое определение хлорофоса в молоке автор: Степиковская Л.А.	137
Определение амидофоса в молоке и мясе авторы: Непоклонов А.А., Метелица В.К.	143
Определение байтекса в молоке и мясе авторы: Родэ А.П., Непоклонов А.А.	150

Биаметрический агар-диффузный метод определения фосфорорганических инсектицидов в продуктах животного происхождения 156
авторы: Непоклонов А.А., Метелица В.К.

Производные карбаматов

Колориметрический метод определения купрациана-I, купрациана-II, Манеба, Марцина, ТМТД в воздухе, продуктах питания растительного происхождения и биологических средах 162
авторы: Клисенко М.А., Векштейн Я.Ш.,

Экспрессное определение тетраэтилтиурамдисульфида (ТМТД) в зерне и зернопродуктах 164
автор: Николаев А.В.

Определение остаточных количеств дикрезила в биологических средах методом тонкослойной хроматографии 167
автор: Сивохин П.А.

Прочие соединения

Определение 2-метокси-3,6-дихлорбензойной кислоты методом газо-жидкостной хроматографии 172
авторы: Рыжков А.А., Гейд Ю.П., Бабин Е.П., Свириденко А.С., Чекавская Я.А.

Количественное определение дикамбы (дианата, банвена-Д) в растениях и в почве методом хроматографии в тонком слое 179
авторы: Березовский М.Н., Самосват Л.С., Никитин В.В.

Определение диурона, ливурона, монурона, пропанида, солана, фалорана в воде, почве, овощах методом хроматографии в тонком слое 184
автор: Самосват Л.С.

Колориметрический метод определения которана (пахтарона) в хлопковом масле 186
авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р., Алдошьян Т.В.

Качественное и количественное определение каптана и фталана в вине, виноградном соке, листьях и ягодах винограда, в почве и воде авторы: Вайнтрауб Ф.П., Дронь Л.П.	193
Определение мельпрекса в воздухе авторы: Сорокина Л.В., Клисенго М.А.	199
Определение прометрина в почве, воде и растительном материале методом хроматографии в тонком слое автор: Дроздова О.А.	203
Определение феназона в свекле, почве и воде авторы: Эгерт В.Э., Лиелгалве А.А.	207
Определение хлората магния в препарате-дефолианте, хлопковом масле, шроте, жмыхе, семенах, ядрах семян и волокне хлопчатника авторы: Талилов Ш.Т., Жиянбаева Р.Х., Халимова У.Х., Белобородова Н.Ф.	213