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 XI

Москва - 1981

gost.e-ecolog.ru

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы
вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

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

Часть XI-я

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 - 1981

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.

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 М.А.Клисенко).

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

"Утверждаю"
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
___ . . . . . А.И.Заиченко
19 октября 1979г. № 2087-79г.

Методические указания по определению остаточных количеств хлората магния полярографическим методом

I.Характеристика анализируемого препарата.

Хлорат магния (ХМД-58) -отечественный препарат дефолиант,десикант.Применяется для дефолиации и десикации хлопчатника,для десикации риса, подсолнечника,пшеницы,картофеля,клещевины,сои,семенников сахарной свеклы,зеленцовой конопли,семенной конопли,для дефолиации винограда (против серой гнили),для десикации семенников редиса.

Препаративная форма: 60%-ный чешуированный водорастворимый продукт.Применяется в виде водного раствора.Действующее вещество-гексагидрат хлората магния - $Mg(ClO_3)_2 \cdot 6H_2O$,м.м.299,307. Содержит до 40% хлоридов магния и натрия.

Химически чистый хлорат магния имеет т.плавления 35°С,высоко гигроскопичен,хорошо растворим в воде (56% при 18°С и 60% при 29°С). Не взрывается и безопасен в пожарном отношении. Малотоксичен для человека и теплокровных животных.

2.Методика определения остаточных количеств хлората магния в почве и воде полярографическим методом.

2.I Принцип метода

Метод основан на извлечении хлората магния водой,упаривании раствора,мокром сжигании органических веществ перекисью водорода и получении полярографической каталитической волны иона ClO_3^-, возникающей в присутствии оксалатного комплекса титана(IУ).В растворе с концентрацией титана(IУ) 10^{-3}М, щавелевой кислоты 0,4М и серной кислоты 0,4М наблюдается прямолинейная зависимость высоты каталитической волны от содержания ионов ClO_3^- в пределах его концентраций от $2,5.10^{-5}$ до 5.10^{-4}г-ион/л.

2.I.2 Метрологическая характеристика метода определения.

Диапазон определяемых концентраций –0,2–I,6 мг/л воды; I–8 мг/кг почвы (табл.)

Нижние пределы определения ClO_3^- 0,2 мг/л воды; I мг/кг почвы.

Таблица

Метрологическая характеристика полярографического определения хлората магния

ClO_3^-;мг/100г почвы					
Внесено	число параллельных определений, n	среднее значение определения	стандартное отклонение	относительное стандартное отклонение	доверительный интервал
0,20	6	0,220	0,02324	0,106	±0,020
0,40	7	0,406	0,03406	0,084	±0,032
0,60	6	0,570	0,02000	0,035	±0,023

2.I.3 Избирательность метода

Содержащиеся в почве и воде катионы различных металлов и анионы, в том числе окислители (NO_2^-, NO_3^- и др.) определению не мешают.

2.2.Реактивы и материалы.

Кислота серная, ГОСТ 4204–66, H_2SO_4, х.ч. 4М водный раствор

Кислота щавелевая, ГОСТ 5.1173–71, $H_2C_2O_4.2H_2O$, ч.д.а., 0,5М водный раствор

Дистиллированная вода

Водород перекись 30% (пергидроль) ГОСТ 177–55, H_2O_2, медицинская

Титанил сернокислый, $TiOSO_4 \cdot 2H_2O$, х.ч., $2{,}5 \cdot 10^{-2}$М водный раствор: навеску 0,4900г растворяют в 50 мл 4М H_2SO_4 при нагревании, охлаждают, раствор переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки водой.

Калий хлорноватокислый, ГОСТ 2713–49, $KClO_3$, технический (перекристаллизованный), стандартные растворы хлората калия в воде с содержанием ClO_3^- I мг/мл и 0,I мг/мл

Все растворы устойчивы во времени с большим сроком хранения

2.3 Приборы и посуда

Колбы конические емкостью 100 мл

Колбы мерные емкостью 25 и 100 мл

Цилиндры мерные емкостью 250 мл

Пипетки градуированные емкостью I, 5 и 10 мл

Чашки фарфоровые емкостью 200 и 500 мл

Воронки стеклянные диаметр 40 и 150 мм
Фильтры бумажные
Баня водяная
Полярограф
Полярографическая ячейка
Балон с азотом или аргоном

2.4 Подготовка пробы

Из 1 кг воздушно сухой измельченной почвы отбирают среднюю пробу 100 г, помещают в коническую колбу на 1000 мл, добавляют 500 мл дистиллированной воды, встряхивают в течение 3 мин и фильтруют через складчатый бумажный фильтр. Первую, мутную порцию фильтрата пропускают через фильтр вторично. Замеряют объем фильтрата для дальнейшего пересчета полученных результатов на 500 мл. В случае определения хлората магния в природной воде для анализа берут пробу воды в количестве 500 мл. Фильтрат выпаривают досуха в форфоровой чашке на водяной бане. Сухой остаток обрабатывают 2-3 раза 30% перекисью водорода и снова выпаривают досуха на водяной бане. К плотному остатку добавляют 10 мл 0,5М щавелевой кислоты и 2 мл 4М серной кислоты и нагревают на водяной бане 1-2 мин для разрушения карбонатов. Содержимое чашки после охлаждения переносят в мерную колбу на 25 мл, в которую предварительно вносят 1 мл $2{,}5 \cdot 10^{-2}$М раствора сернокислого титанила. Фарфоровую чашку (ополаскивают) 2 раза порциями по 5 мл раствора 0,5М щавелевой кислоты, добавляя ее затем к раствору в мерной колбе, доводят объем раствора до 25 мл водой, раствор переносят в полярографическую ячейку и снимают интегральную полярограмму (рис)

2.5 Проведение определения

Полярографическое определение хлорат-иона проводят на самопишущем автоматическом полярографе постоянного тока. В качестве индикаторного электрода используют ртутный капающий электрод (катод) с постоянной скоростью истечения ртути от 15 до 20 капель в минуту. Анодом служит ртутное дно или каломельный электрод (выносной насыщенный каломельный полуэлемент). Скорость поляризации 4 мВ/с. Интервал напряжения поляризации от +0,05В до -0,7В относительно насыщенного каломельного электрода. Перед записью полярограммы исследуемый раствор продувают током азота (аргона или электролитического водорода) в течение 15 минут для удаления растворенного кислорода.

Растворы хлорноватокислого калия для построения градуировочного графика готовят следующим образом: навеску $KClO_3$ 0,1469г растворяют

в мерной колбе водой в 100 мл, что соответствует содержанию ClO_3^- 1 мг/мл. Для получения раствора с содержанием ClO_3^- 0,1 мг/мл 10 мл предыдущего раствора разбавляют водой в мерной колбе до 100 мл. В мерные колбы на 25 мл вносят 1 мл $2{,}5 \cdot 10^{-2}$М раствора сернокислого титанила. В каждую из колб вносят соответственно 1 и 2 мл раствора с содержанием ClO_3^- 0,1 мг/мл и 0,4 , 0,6 и 0,8 мл раствора с содержанием ClO_3^- 1 мг/мл, добавляют 20 мл 0,5М щавелевой кислоты, 2 мл 4М серной кислоты и доводят водой до метки. Приготовленные таким образом растворы содержат 0,1 , 0,2 , 0,4 , 0,6 и 0,8 мг ClO_3^- в 25 мл, что соответствует его содержанию в 100 г почвы или в 500мл анализируемой воды. Приготовленные растворы заливают в ячейку и продувают током азота в течение 15 минут, Записывают интегральную полярограмму при чувствительности прибора 20 и скорости изменения напряжения 4 мВ/с в интервале напряжения от +0,05 до -0,7В. По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси ординат высоту полярографической волны в мм, а на оси абсцисс -содержание ClO_3^- в мг на 100 г почвы или 500 мл воды.

2.6 Запись полярограмм и обработка результатов анализа

Заливают в полярографическую ячейку раствор подготовленный для анализа пробы и проводят запись полярограмм [illegible] описано выше. После измерения высоты полярографической волны в случае анализа почв высоту волны пересчитывают на 500 мл пробы ($h_x = \frac{h_1 \cdot 500}{V}$, где V – объем фильтрата). По градуировочному графику для h_x определяют содержание ClO_3^- 100 г почвы или 500 мл воды.

Содержание хлората магния в исследуемом образце рассчитывают следующим образом:

$X = A \cdot 1{,}792 \cdot 10$ мг/кг почвы или $X = A \cdot 1{,}792 \cdot 2$ мг/л воды,

где A – количество ClO_3^- в 25 мл раствора в полярографической ячейке найденное по градуировочному графику;

1,792 – коэффициент пересчета ClO_3^- на $Mg(ClO_3)_2 \cdot 6H_2O$

2.7. Настоящие методические указания разработаны С.Н.Мамонской и Е.Г.Чикризовой (Институт химии АН Молдавской ССР, г.Кишинев).

Требования безопасности

Соблюдаются требования безопасности, обычно рекомендуемые для работы с химическими реактивами и ртутью.

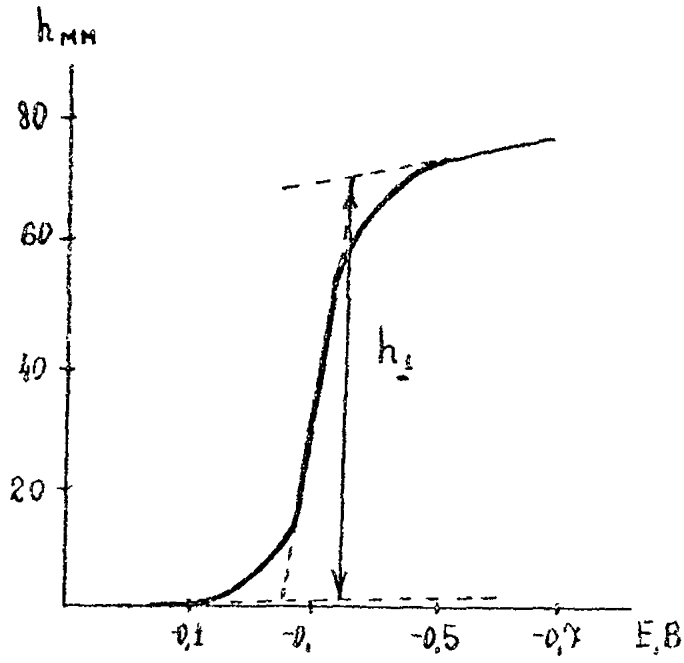


Рис. Полярограмма почвенной водной вытяжки с содержанием Cl O_3^- 6 мг/кг.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

Стр.

Хлорсодержащие пестициды

1. Методические указания по определению неорона в меде методом газовой хроматографии I
2. Методические указания по определению нитрохлора и префорана в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии 8
3. Методические указания по определению ЭФ-2 в воде и почве газожидкостной хроматографией 14
4. Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях хроматографией в тонком слое . . 22
5. Методические указания по определению полихлорированных бифенилов в присутствии хлорорганических пестицидов в птицепродуктах методом газовой хроматографии 45

Фосфорсодержащие пестициды

1. Методические указания по определению остаточных количеств волексона в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией . 52
2. Методические указания по определению остаточных количеств гетерофоса в овощных культурах, почве и воздухе методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 61
3. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбана в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией . 67
4. Методические указания по определению остаточных количеств изофоса-3 в рисе, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией 75
5. Методические указания по определению метилнитрофоса и фенитрооксона в зерне и продуктах переработки зерна хромато-энзимным и газохроматографическим методом 84

Стр.

6. Методические указания по определению остаточных количеств рицида "П" в рисе и воде газожидкостной хроматографией 93
7. Методические указания по определению метилнитрофоса, фенитроксона и п-нитрокрезола в зерне и продуктах переработки зерна методом хроматографии в тонком слое 103
8. Энзимно-хроматографический метод определения фосфорорганических пестицидов в растительных продуктах и биосубстратах 109

Азотсодержащие пестициды

I. Производные мочевины, гуанидина, дитиокарбаминовой кислоты, анилиды карбоновых кислот, нитропроизводные, дитиокарбаматы

1. Методические указания по определению дуала в растительном материале, почве и воде хроматографией в тонком слое 118
2. Методические указания по определению остаточных количеств гербицида малорана в почвах с различным содержанием гумуса методом ТСХ 124
3. Методические указания по определению остаточных количеств НЕ-166 в огурцах хроматографией в тонком слое и фотометрическим методом 129
4. Методические указания по определению остаточных количеств тендекса в воде и почве 136
5. Методические указания по определению ФДН (*N',N'*-диметил-*N*-(3-хлорфенил)-гуанидина) в огурцах и воде методом тонкослойной хроматографии 139
6. Методические указания по определению дитана М-45 в продуктах питания растительного происхождения и воде 149

II. Гетероциклические соединения

7. Методические указания по определению базаграна в воде, почве, зерне и растительном материале 152

Стр.

8. Методические указания по определению фунгицида байлетона методом ТСХ в почве, корнях, зеленых листьях, плодах томатов и огурцов I59
9. Методические указания по газожидкостно-хроматографическому определению бентазона в почве и растениях I66
I0. Методические указания по определению диквата в семенах подсолнечника и масле из семян подсолнечника спектрофотометрическим методом I74
II. Методические указания по определению метазина в воде, почве, овощах и биологическом материале методом хроматографии в тонком слое сорбента I8I
I2. Методические указания по определению остаточных количеств симм-триазиновых гербицидов (симазина, атразина, пропазина, прометрина, семерона, мезоранила, метазина, метопротрина) в почве газожидкостной хроматографией I88
I3. Методические указания по определению котофора в семенах хлопчатника методом хроматографии в тонком слое I98
I4. Методические указания по определению ронстара (оксидиазона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии 205
I5. Методические указания по определению тачигарена в воде методом тонкослойной хроматографии 209
I6. Методические указания по определению тербацила в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии 2I4
I7. Методические указания по определению трифорина в воде 220
I8. Методические указания по определению остаточных количеств текто(тиабендазола) в картофеле и свекле тонкослойной хроматографией 227
I9. Методические указания по определению остаточных количеств феназона в почве, воде, свекле и растительных объектах газожидкостной хроматографией 234

Прочие пестициды

I. Методические указания по определению остаточных количеств хлората магния полярографическим методом ... 243
2. Методические указания по определению нортрона в воде, черноземной почве и сахарной свекле 248
3. Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, яйцах, рыбе, молочных продуктах, почве 255

Бактериальные пестициды

I. Методические указания по определению микробиологических инсектицидов не прямым иммунофлюоресцентным методом 268
2. Методические указания по определению витамицина А в воздухе методом тонкослойной хроматографии 276
3. Методические указания по определению полиэдров вируса ядерного полиэдроза капустной совки на растительных объектах иммунофлюоресцентным методом 280

Дополнения

I. Хроматографическое определение микроколичеств пропанида, линурона, монолинурона и их метаболитов в воде, почве и растительном материале 289
2. Методические указания по определению актеллика растительной продукции, почве и воде 296

gost.e-ecolog.ru