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

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

Часть V

М о с к в а, 1971 г.

gost.e-ecolog.ru

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.

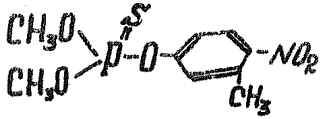
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТИЛНИТРОФОСА В РАСТИТЕЛЬНОЙ ПРОБЕ И ПОЧВЕ [x)]

Характеристика препарата

Метилнитрофос (метатион, сумитион, фолитион, фенитротион), О,О-диметил-О-(3-метил- -нитрофенил)-тиофосфат (I),



Мол. вес 277,24

Технический продукт метилнитрофоса содержит в качестве примеси нетоксичный изомер О,О-диметил-О-(3-метил-6-нитрофенил)-тиофосфат (II), который является синергистом для I изомера. В чистом виде метилнитрофос представляет собой жидкость светло-желтого цвета с температурой кипения 145-147°С 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°С), очищенный серной кислотой.

Этиловый спирт.

Водород электролитический.

0,5%-ный раствор желатина в воде.

Буфер Уольполя с pH = 4,0. Готовят 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)] Разработан Р.И.Патрашку и Л.Б.Сорокиной (ВНИИ биологических методов защиты растений).

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

Приборы и посуда

Полярограф ПЭ-312.

Полярографическая ячейка с пористой перегородкой и выносным каломельным электродом сравнения.

Колбы конические на 500 и 1000 мл.

Аппарат Сокслета.

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.

Цилиндры 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 б/в Na_2SO_4 и экстрагируют в аппарате Сокслета в течение 2-х часов. Ветки (600-1000 $см^2$ боковой поверхности), листья (около 1500 $см^2$) и плоды (500-1000 г) яблони, 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 $S=3,55\cdot\sqrt{V\cdot\ell}$, где V - объем веток (определяют по объему вытесненной воды после экстракции); ℓ - длина веток. Экстракты готовят из предоставительной пробы, а на 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°С в течение 30 минут. Сконденсировавшийся на "хо-

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

Полярографирование

Очищенный экстракт упаривают досуха, а сухой остаток вновь растворяют в 2,5 мл этилового спирта. К этому раствору добавляют 2,5 мл буфера Ульполя и 0,2 мл раствора желатина и жидкость хорошо перемешивают. Раствор отфильтровывают от выпавших в осадок восков через бумажный фильтр в электролитическую ячейку. Ячейку вставляют в электрод сравнения и закрывают пробкой с капилляром для ртути, продувают водород в продолжение 20 минут и снимают полярограмму в интервале напряжений от -0,2 в до -1,2 в и диапазоне тока (чувствительности) I мкА 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 полярографическую 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 полярографируют. После этого в ячейку прибавляют 0,075 мл стандартного раствора (суммарное содержание метилнитрофоса равно 34,6 мкг), 5 минут продувают водород и полярографируют. Добавление стандартного раствора по 0,075 мл и полярографирование 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 аликвотные 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/м^2 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, см^2.

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

Методические указания по разработке газо-хроматографических методов анализа остаточных количеств пестицидов
составлено Пивоваровым Г.А. — I

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ 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., Юркова З.Ф., — 36

Определение ДДТ, ГХЦГ, альдрина и гексахлорбензола в хлопковых протах, 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., Гриценко Н.Н., — 47

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

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

Определение остатков ГХЦ в растениях методом тонкослойной хроматографии 68
авторы: Косматый Е.С., Полонская Ф.И., Тверская Б.М.

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

Определение эфирсульфоната в винограде, соке, воде вине методом ТСХ 71
авторы: Голубев Т.И., Владимирова Л.Г., Колобродова Ю.И.

Фосфорорганические соединения

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

Определение бутифоса в продуктах промышленной переработки хлопка-сырца ~~семенах~~ хлопчатника методом тонкослойной хроматографии 80
авторы: Талипов Ш.Т., Джинбаева Р.Х., Халимова У.Х., Шейнина Р.И., Белобородова Н.Ф.

Полярографический метод определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве 86
авторы: Патрашку Ф.И., Сороцкая Л.Б.

Бумажно-хроматографический качественный и колориметрический количественный методы определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве 90
автор: Патрашку Ф.И.

Определение трихлорметафоса-3 в молоке и молочных продуктах с помощью тонкослойной хроматографии
авторы: Молочников В.В., Серебренникова В.А., Мочалов В.М. 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 и 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: Стемпковский 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

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

Производные карбаматов

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

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

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

Прочие соединения

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

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

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

Колориметрический метод определения когорана (пахтарона) в хлопковом масле
авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р., Алдошина Т.В. 188

Качественное и количественное определение каптана и фталана в вине, виноградном соке, листьях и ягодах винограда, в почве и воде 193
авторы: Вайнтрауб Ф.П., Дронь Л.П.

Определение мельпрекса в воздухе 199
авторы: Сорокина Л.В., Клисенко М.А.

Определение прометрина в почве, воде и растительном материале методом хроматографии в тонком слое 203
автор: Дроздова О.А.

Определение феназона в свекле, почве и воде 207
авторы: Эгерт В.Э., Лиелгалве А.А.

Определение хлората магния в препарате-дефолианте, хлопковом масле, шроте, жмыхе, семенах, ядрах семян и волокне хлопчатника 213
авторы: Талипов Ш.Т., Жиянбаева Р.Х., Халимова У.Х., Белобородова Н.Ф.

gost.e-ecolog.ru