

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

М Е Т О Д Ы  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАКРОКОЛИЧЕСТВ 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.

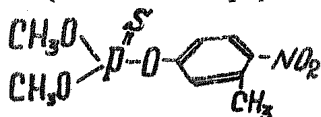
Данные методики апробированы и рекомендованы  
в качестве официальных группой экспертов при  
Госкомиссии по химическим средствам борьбы с  
вредителями, болезнями растений и сорняками  
при МСХ СССР

М о с к в а  
1971 г.

# ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТИЛНИТРОФОСА В РАСТИТЕЛЬНОЙ ПРОБЕ И ПОЧВЕ <sup>x)</sup>

## 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 светло-желтого 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  $KCl$ .

<sup>x)</sup> Газраббаев Д.М. Патрашкун и Л.Б. Сарваншоев (НИИ 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 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  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  и экстрагируют в аппарате Сохслета в течение 2-х часов. Ветки (600-1000  $\text{см}^2$  соковой поверхности), листья (около 1500  $\text{см}^2$ ) 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 аликвы экстракта, соответствующий 250  $\text{см}^2$  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 $^{\circ}$ С в течение 30 минут. Скаонденсировавшийся 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 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 продолжение 20 минут и снимают полярнограмму в интервале напряжений от  $-0,2$  в до  $-1,2$  в и диапазоне тока (чувствительности)  $I_{\text{пол}}$  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 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<sup>2</sup> 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<sup>2</sup>.

## 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 $\gamma$ -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 автор: Степиковская Л.А.	49
Определение полихлорпинена в воде, почве, картофеле свекле, ее ботве, масле в присутствии ДДТ и других хлорорганических пестицидов и полихлорнафта в почве авторы: Клисенко М.А., Верблюдова Н.И., Косматый Е.С., Грицаенко Н.И.	58
Определение остатков ГХ в растениях методом тонко-слойной хроматографии авторы: Косматый Е.С., Половская Ф.И., Тверская Б.М.	68
Определение кельтана в огурцах методом тонкослойной хроматографии авторы: Фомичева Л.Г., Ефимова Л.И.	66
Определение эфирсульфоната в винограде, сое, воде вишне методом ТСХ авторы: Гослубев Т.И., Владимировна Л.Г., Колобродова Ю.М.	71
<b>Фосфорорганические соединения</b>	
Определение акрекса и каратана в растительных продуктах и воде авторы: Клисенко М.А., Шлигидина А.М.	74
Определение бутифоса в продуктах промышленной переработки 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.	80
Психрографический метод определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве авторы: Патрашук Ф.И., Сорокская Л.Б.	86
Булачно-хроматографический качественный и колориметрический количественный методы определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве автор: Патрашук Ф.И.	90



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