

## ÚJ, EGYSZERŰ MÓDSZER A 2-KLÓRETEL-FOSZFONSAV MEGHATÁROZÁSÁRA NÖVÉNYI ANYAGOKBÓL

Tóth Árpád

Kertészeti Egyetem, Kémiai Tanszék,  
Budapest

Balázs Ervin

Növényvédelmi Kutató Intézet, Budapest

A növényi minták metanolos extraktumainak zárt térben történő lúgos hidrolízise során a 2-klóretil-foszfonsav tartalomából keletkező etilén mennyisége gázkromatográfiásan meghatározható. A módszer előnyei; egyszerűsége, gyorsasága, specifikussága és érzékenysége. Alkalmazása a növényvédőszer-maradvány és növényélettani vizsgálatokban — éppen előnyeinek fogva — javasolandó.

A gyakorlati természetben a növekedés és érésszabályozó hatóanyagok közül a legelterjedtebben a 2-klóretil-foszfonsavat (CEPA) használják. Hazánkban az Amchem Products, USA által gyártott Ethrel, és a hazai Rol-fruct 48 WSC készítményeket engedélyezték a zöldség és gyümölcsstermesztésben való felhasználásra. Megengedett hatóanyag-maradékok mindkét szernél 1 mg/kg. A szer alkalmazásának kiterjedt irodalma mellett a hatóanyag analízisére elég kevés közleményt találunk, bár a készítmények hatóanyag-tartalmának meghatározására több módszer ismert (János és Dobrovolszky, 1977; Stahl, 1971; Tóth, Farkas és Pais 1976, Yong, 1971).

A növényi anyagokban található CEPA-maradékok kvantitatív mérésére általában a hatóanyag szilil-származékainak gázkromatográfiás meghatározását ajánlják. A módszer alkalmazásához elég tiszta extraktumra és különleges szililező vegyszerekre van szükség. Az extraktum tisztítása és a származékok előállításának lépései természetesen nagyon idő- és munkaigényesek, valamint a visszanyerési százalékok elég alacsonyak; 60% körüliek (Bache, 1970).

Új meghatározási módszerünk lényege, hogy a CEPA-maradványokat tartalmazó

extraktumból a lúgosítással felszabadított etilént mérjük, korábbi etilén meghatározási módszerrel (Pais, Ménesiné és Tóth, 1970), lényegében azonos módon. Módszerünk előnye, hogy a mintaelőkészítés során hatóanyag-veszteség nem léphet fel; ugyanis a feldolgozás során a veszteségeket okozó tisztítási lépéseket elhagyjuk.

### Anyag és módszer

A növényanyagból a CEPA-t Bache (1970) módszere szerint nyertük ki. Mintánként 2—2 g friss súlyú (előzetesen 1000 ppm-es Ethrel oldattal kezelt) dohánypalántákat a kezelés után különböző időpontokban 20 ml metanolban + 2 ml 2 N sósavban elhomogenizáltuk. A mintákat egy napi 4 °C-on történő állás után 5000 g-vel centrifugáltuk. A felülúszókat zárt térben azonos térfogatú metanolos 1 N kálium-hidroxiddal elegyítettük. A CEPA hidrolízise szobahőfokon 24 óra alatt teljesen végbemegy. A felszabadult etilént tartalmazó gázmintát CARLO ERBA D típusú gázkromatográf bemérőcsapjába vezettük. A gázkromatográfiás paraméterek a következők voltak:

Kolonna: 240 cm hosszú, 5 mm belső átmérőjű acélcső

Töltete: Alumínium-oxid (CARLO ERBA, 08.52.12000)

Kolonnahőfok: 100 °C

Vivőgáz: Nitrogén,  $F_c = 35$  ml/perc

Detektor: lángionizációs,  $F_{H_2} = 30$  ml/perc,  $F_{O_2} = 170$  ml/perc

Érzékenység: 1

Mintabemérés: 3 ml

A fenti paraméterek mellett az etilén 3'40" retenciós idővel rendelkezett. A be-

1. táblázat

ETHREL MENNYISÉGE EGYSZERI, KÉTSZERI, HÁROMSZORI ÉS NÉGYSZERI PERMETEZÉST KÖVETŐEN DOHÁNY PALÁNTÁKBAN

Kezelések száma (1000 ppm-es oldat- tal)	Ethrel mennyisége (mg) kezelést követően/nyolc nap után		
0	0	—	0
1	0,17	—	0,08
2	0,31	—	0,16
3	0,33	—	0,27
4	0,50	—	0,32

mért minta egyéb, gáz halmazállapotú komponensei 1'20"-nél adtak egymást átfedő csúcst, a metanológáz viszont nem jelentkezett.

A mennyiségi értékelést (tekintve, hogy az etilén éles, szimmetrikus csúcst adott) a csúcsmagasság mérésével végeztük. Ismert mennyiségű (0,1—2,0 mg) ethrelt tartalmazó vizes oldatokból felszabadítva az etilént, felvettük a bemérés-csúcsmagasság függvényét, amely a fenti mennyiségnél lineáris volt.

### Eredmények és értékelés

A fent leírt módszerrel az Ethrel oldattal permetezett dohánynövényekből vett mintáinkban a permetezést követően azonnal és nyolc nap múlva az 1. táblázatban jelzett mennyiségű Ethrelt találtuk.

Mint a táblázat adataiból látható, az 1000 ppm-es Ethrel oldattal permetezett növényeken(ben) a kezelést követő nyolc nappal a kezeléseket után közvetlenül mért mennyiségeknek körülbelül 2/3-a megmaradt. A kezelést nem kapott növénymintákat feldolgozva, a hidrolízis hatására a növényanyagból történő etilén-felszabadulást nem észleltünk.

A módszer előnyei közé tartozik egyszerűsége, gyors elvégezhetősége, érzékenysége és specifikussága. Növényvédelmi és növényélettani kísérletekben a CEPA bomlásának nyomon követésére minden változtatás nélkül, szermaradvány-analízisre a feldolgozandó minta mennyiségének arányos megnövelésével, vagy nagyobb érzékenységű gázkromatográf használatával alkalmazható.

### IRODALOM

1. Bache, C. A. (1970): J. of the A. O. A. C. 53, 730—732. — 2. János É. és Dobrovolszky, A. (1977): Növényvédelem. 1977. 2. 61—63. — 3. Pais, I., Ménesiné E. és Tóth Á. (1970): Élelmiszervizsgálati Közlemények, 16, 293—297. — 4. Stahl, C. R. (1971): U. S. 3 661 531 (Cl 23/230 R. G 01 n). — 5. Tóth Á., Farkas E. és Pais, I. (1976): Növényvédelem. 12. 158—161. — 6. Yong, W., M. (1971): J. Chromatography. 60. 219—224.

### A NEW, SIMPLE METHOD TO DETERMINE THE AMOUNT OF 2-CHLOROETHYL-PHOSPHONIC ACID IN PLANT MATERIALS

A. TÓTH

University of Horticulture, Budapest

E. BALÁZS

Research Institute for Plant Protection, Budapest

In course of the alkaline hydrolysis of methanol extracts of plant materials, the ethylene resulting from the hydrolysis of the 2-chloroethyl-phosphonic acid can be determined by gas chromatography. The advantages of this method are its simplicity, fastness, specificity and high sensitivity. It can be recommended both in pesticide residue determinations and in plant physiological studies.

### НОВЫЙ УПРОЩЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ 2-ХЛОРЭТИЛФОСФОНОВОЙ КИСЛОТЫ В РАСТИТЕЛЬНОМ МАТЕРИАЛЕ

ТОТ А.

Университет садоводства, Будапешт

БАЛАЖ Э.

Научно-исследовательский институт защиты растений, Будапешт

Этилен, выделяющийся из 2-хлорэтилфосфоновой кислоты при щелочном гидролизе метаноловых растительных экстрактов, может быть определен с помощью газовой хроматографии. Преимущества этого метода заключаются в его простоте, простоте, специфичности и высокой чувствительности. Метод рекомендуется для применения как при определении остаточных количеств так и в физиологических исследованиях.

### NEUE, EINFLACHE METHODE ZUM NACHWEIS DER 2-CHLORÄTHYL-PHOSFONSÄURE IN PFLANZLICHEN STOFFEN

ÁRPÁD TÓTH

Universität für Gartenbau, Lehrstuhl Chemie, Budapest

ERVIN BALÁZS

Forschungsinstitut für Pflanzenschutz, Budapest

Bei einer alkalischen Hydrolyse der Methanol-haltigen Extrakte von pflanzlichen Mustern in einem geschlossenem Raum, können die aus dem 2-chloräthyl-Phosphonsäuregehalt entstehenden Ethylenmengen mit Hilfe der Gaschromatographie errechnet werden. Einige Vorteile dieser Methode: sie ist einfach, schnell, spezifisch, empfindlich. Wegen dieser Vorteile ist sie bei Untersuchungen betreffend Pflanzenschutzmittelreste und in Pflanzenphysiologischen Forschungen zu empfehlen.