

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 II

Москва - 1976 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРОУГЛЕРОДА В ВИНОГРАДЕ

Чистый сероуглерод (молекулярный вес 76,12) представляет собой бесцветную жидкость с обратным знаком. На свету желтеет и приобретает неприятный запах ринной редьки. Температура кипения — 46° . Плотность 1,2633. Упругость пара 330 мм рт.ст. при 25° . Пары сероуглерода в 2,6 раза тяжелее воздуха. Сероуглерод нерастворим в воде, хорошо растворим в органических растворителях.

Сероуглерод легко испаряется. Пары его воспламеняются и в смеси с воздухом взрываются. Содержание 1-2% паров сероуглерода в воздухе уже взрывоопасно. Пары сероуглерода токсичны.

Приготовление стандартного раствора сероуглерода необходимо проводить под вытяжным шкафом при выключенных электронагревательных приборах.

Принцип метода ^{2/}

Метод определения сероуглерода в винограде основан на образовании окрашенного в желто-коричневый цвет

^{2/} Разработан Всесоюзным научно-исследовательским институтом гигиены и токсикологии продуктов питания и пластических масс ИГ СССР.

Авторы: С.М.Авронко, М.Н.Розштейн.

Утверждено 22 сентября 1975 г., № 1350-75.

раствора дитиокарбамата меди, получаемого при действии ацетата меди на соединение сероуглерода с диэтиламином в спиртовом растворе.

Чувствительность определения 10-15 мкг в пробе.

Реактивы и растворы

Диэтиламин, ТУ 6-09-66-70 ч.

Этиловый спирт, ректификат

1,5% р-р диэтиламина в спирте - свежеприготовленный,

Медь уксуснокислая ч.д.а. 0,05% спиртовый раствор

Стандартный раствор сероуглерода в 1,5% спиртовом растворе диэтиламина.

Приготовление стандартного раствора

В мерную колбу, емкостью 25 мл наливают около 20 мл спиртового раствора диэтиламина, колбу закрывают и взвешивают на аналитических весах. Затем прибавляют 1-2 капли сероуглерода и вторично взвешивают. Содержимое колбы доводят до метки спиртовым р-ром диэтиламина, тщательно перемешивают и рассчитывают содержание сероуглерода в 1 мл. Соответствующим разбавлением спиртовым раствором диэтиламина получают рабочий стандартный раствор с содержанием сероуглерода 0,01 мг/мл.

Приборы и посуда

1. Двугорлая колба емкостью не менее 500 мл - КГ-2НШ
2. Отводная трубка с нормальным шлифом (керн), почти доходящая до дна колбы.
3. Холодильник Либиха (на шлифах)
4. Трубка соединительная изогнутая с нормальным шлифом (керн)
5. Аспиратор
6. Поглотители
7. Цилиндры измерительные на 10, 50 и 100 мл
8. Пипетки: на 1 мл с ценой деления 0,01 или 0,02
на 5 мл с ценой деления 0,05
микропипетка на 0,1 мл
9. Водяные бани
10. Фотоэлектроколориметр
11. Пробирки центрифужные градуированные - ПЦ

Описание определения

100 г измельченного винограда переносят в колбу, заливают 100 мл дистиллированной воды, колбу соединяют с обратным холодильником и с отводной трубкой.

Отводную трубку холодильника последовательно соединяют с двумя поглотителями. Последний поглотитель присоединяется к аспиратору.

В первом поглотителе находится 5 мл 10%-ного

раствора ацетата свинца, необходимого для очистки сероуглерода от H_2S и других сульфидов. Во втором поглотителе - 5 мл 1,5%-го спиртового раствора диэтиламина.

Содержимое колбы подогревают на кипящей водяной бане, включают аспиратор и протягивают воздух со скоростью 1 л/сек. в течение 45 минут. Выделяющийся сероуглерод увлекается током воздуха и поглощается раствором диэтиламина во втором поглотителе. Содержимое второго поглотителя переносят количественно в мерную пробирку, доводят объем до 9,5 мл спиртовым раствором диэтиламина и приливают 0,5 мл 0,05%-ного спиртового раствора ацетата меди (свежеприготовленного).

Общий объем раствора составляет 10 мл.

При наличии сероуглерода образуется окрашенный в желто-коричневый цвет раствор. Через 2-3 мин. раствор колориметрируют на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром в кюветах, толщиной слоя в 10 мм.

Количественную оценку производят по калибровочной кривой - оптическая плотность колориметрируемого раствора - концентрации препарата.

Для построения калибровочной кривой вносят определенные количества (20, 30, 50, 75, 100... 300 мкг) препарата в навеску винограда и проводят определение по вышеописанной методике.

Количество препарата в мг/кг продукта вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{P} \quad \text{где,}$$

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

P - навеска продукта, г.

Ст. инж. лаборатории
инсектицидов

/С.Л.Акорник~/

Мл.н.с. лаборатории
экспертизы

/М.Ш.Вештейн/

СОДЕРЖАНИЕ

120

Стр.

ХЛОРООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- Метод определения ДДТ, его метаболитов и ГХЦГ в табочных изделиях способом хроматографии в тонком слое** 1
авторы: Л.Ф. Васьковская, А.Е. Бурштейн
- Определение остатков кельтана в молоке** 7
авторы: В.В.Молочников, В.И.Мочалов.
- Определение хлороорганических пестицидов в мясе, мясопродуктах и животных жирах хроматографией в тонком слое** 11
авторы: И.А.Шумкова, И.Н.Карпова, С.А.Ликунова, Л.Д.Рузанкова.
- Определение остатков хлороорганических пестицидов в сырье для производства сухих детских молочных смесей** 18
авторы: В.В.Молочников, В.И.Мочалов, Л.Н.Чудакова.
- Определение остаточных количеств ЭФ-2 в зерне методом газожидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов** 24
авторы: К.Ф.Новикова, Л.И.Лещинская.

ФОСФОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- Определение анти и фосфамида в меде** 29
автор: Р.Д.Петухов.
- Газо-хроматографический метод определения валексона в молоке, органах и тканях животных** 33
авторы: В.В.Лещев, Б.А.Королев.
- Методика определения варбекса в молоке и тканях животных с помощью газ-жидкостной хроматографии** 38
авторы: А.А.Непоклонов, К.Ф.Заболотный, .
- Определение остаточных количеств ДЦВФ в молоке и воде методом газ-жидкостной хроматографии с термодионным детектором** 42
авторы: Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова.
- Методик определения дифоса(абата) в мясе, молоке и в воде хроматографией в тонком слое** 46
авторы: Н.П.Бирякова, П.Ф.Моряков, А.А.Непоклонов.

- Газо-хроматографический метод определения метафоса в капусте и карбофоса в зерне.** 51
авторы: Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко
- Методика определения метилнитрофоса в мясе,молоке и яйцах с помощью газо-жидкостной хроматографии** 55
Автор: Т.Г.Аббасов
- Газо-хроматографический метод определения рогора и антио в яблоках, сливе, смородине** 59
авторы: Д.Б.Гиренко, М.А.Клисенко

РТУТЬОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- Газохроматографический метод определения метил- и этил-ртутихлорида в пищевых продуктах,кулинарно обработанных суточных пищевых рационах,кормах и почве** 62
автор: В.Л.Ермаков
- Хроматографический метод определения ртутьорганических пестицидов в кормах,овошах,продуктах животноводства и патматериале** 68
автор: В.В.Ермаков
- Хроматографический метод определения ртути в рыбе и молочных продуктах** 75
авторы: А.М.Шмигидина, М.А.Клисенко, Э.П.Чурпий.

ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ гатнона в воде и некоторых продуктах растительного происхождения** 81
авторы: В.Е.Кириченко,К.И.Паткевич,И.Я.Постовский
- Хроматографические методы определения остаточных количеств 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты(2,4-Д) в воде, растительном материале и продуктах питания** 86
авторы: В.Д.Чиль, Р.Д.Васильева, М.А.Клисенко
- Определение сероуглерода в винограде** 99
авторы: С.А.Акоряко, М.Ш.Векштейн.

- Определение остаточных количеств севина в молоке и молочных продуктах методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов I04
авторы: И.И.Маневич, В.В.Молочников, Н.И.Жаворонков
- Колориметрический метод определения севина и I-нафталя в тканях животи его происхождения и моче I10
авторы: Н.И.Жаворонков, О.А.Малинин
- Определение гербицидов зиптама и тиллама в воде, почве, свекле и ее ботве методом газо-жидкостной хроматографии I16
авторы: А.М.Ботвиньева, А.Д.Перцовский