

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

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.Заиченко

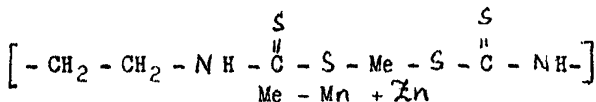
28 января 1980г. № 2135-80

Методические указания по определению дитана М-45 в продуктах питания растительного происхождения и воде колориметрическим методом.

(Дополнение к методике "Колориметрическое определение купроцина-I, купроцина-II, манеба, марцина, полимарцина, поликарбамина, ТМТД, цинеба, цирама и адитона в воздухе, продуктах питания растительного происхождения и биологических средах)

1. Характеристика анализируемого пестицида

Дитан М-45 (манкоцеб) - комплексное соединение этилен-бис-дитиокарбаматов марганца и цинка ($Mn:Zn = 8:1$)



Порошок желтоватого цвета. При нагревании разлагается. Слабо растворим в воде и других растворителях.

Мало токсичен для теплокровных животных. LD_{50} при оральном введении крысам 6 750 мг/кг.

2. Методика определения.

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Методика основана на кислотном гидролизе препарата до сероуглерода, последующем поглощении сероуглерода в спиртовом растворе диэтиламина и колориметрическое определение дитиокарбамата меди, образовавшегося после взаимодействия продукта реакции с ацетатом меди.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода:

Диапазон определяемых концентраций 30 - 100 мкг.

Предел обнаружения 30 мкг (0,6 мг/кг или мг/л)

Размах варьирования 80-100 %

Среднее значение определения стандартных количеств дитана-М из 8 параллельных определений: в воде 89 ± 6 %, в овощах и фруктах - 85 ± 10 %.

2.1.3. Определению мешают цирам, цинеб и другие дитиокарбаматы.

2.2. Реактивы и растворы

Стандартный раствор дитана М-45. 10 мг химически чистого пре-парата растворяют в 100 мл 0,1 н. растворе едкого натра. Стандартный-раствор готовят в день анализа.

Диэтиламин, чда, ТУ-6-09-68-70, 1,5% спиртовый раствор

Серная кислота, ч., ГОСТ 4204-66, 5 н. раствор

Медь уксуснокислая, чда, ГОСТ 5852-70, 0,05 % спиртовый раствор

Спирт этиловый, ректификат, ТУ 19П-39-69

Свинец уксуснокислый, чда, ГОСТ 1027-67, 10 % водный раствор

2.3. Приборы и посуда

Прибор для гидролиза:

Колба круглодонная двухгорлая емкостью 1 л

Холодильник Либиха

Поглотительная колонка емкостью 300-500 мл, заполненная аска-ритом или натронной известью и активированным углем.

Отводная трубка, доходящая почти до дна колбы

Поглотители

Аспиратор

Фотоколориметр

2.4. Проведение определения

50 г измельченного продукта помещают в колбу прибора для ги-дроллиза и приливают 100 мл 5 н. раствора серной кислоты. Анализиру-емую воду (50 мл) вносят в колбу прибора для гидролиза и прибавля-ют 10 мл концентрированной серной кислоты. Колбу соединяют с об-ратным холодильником. Отводную трубку присоединяют к поглотительной колонке. Отводную трубку от холодильника последовательно соединяют с двумя поглотителями. В первый поглотитель наливают 5 мл 10 % раствора ацетата свинца для очистки сероуглерода от сероводорода и других сульфидов, во второй - 5 мл 1,5 % спиртового раствора диэтил-амина. Второй поглотитель присоединяют к аспиратору.

Содержимое колбы доводят до кипения. Отключают аспиратор и про-тягивают воздух в течение часа со скоростью 1 пузырек в секунду. Затем содержимое второго поглотителя переносят в пробирку и прибав-

лиют 0,5 мл 0,05% спиртового раствора уксуснокислой меди (лучше свежеприготовленного). Общий объем раствора составляет 10 мл. В присутствии сероуглерода образуется окрашенный в желто-бурый цвет раствор дитиокарбамата меди. Через 2-3 минуты его колориметрируют на ФЭК-М с силой светофильтра в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения берут спиртовой раствор диэтиламина. Количественную оценку полученных результатов проводят по калибровочной кривой. Для построения калибровочной кривой вносят определенное количество (30, 40, 50..... мкг) препарата в навеску продукта и проводят определение по описанной выше методике.

2.5. Расчет результатов анализа

Количество препарата в пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A}{P}$$

где X - содержание препарата в пробе мг/кг или мг/л

A - количество препарата, найденное по калибровочному графику, мкг

P - масса или объем пробы, г или л.

3. Требования безопасности.

Соблюдаются требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с химическими реактивами.

4. Литература.

Клисенко М.А. Колориметрическое определение купроцина-I, купроцина-II, манеба, марцина, полимарцина, поликарбацина, ТМЦ, цинеба, цирама и эдитона в воздухе, продуктах питания растительного происхождения и биологических средах. В сб. "Методы определения микроколичеств пестицидов", М., "Колос", 1977

5. Методические указания разработаны во ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г. Киев
Клисенко М.А., Юрковой З.Ф.