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 УП

Москва - 1976 г.

gost.e-ecolog.ru

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРОУГЛЕРОДА В ВИНОГРАДЕ

Чистый сероуглерод (мол.вес 76,12) представляет собой бесцветную жидкость с эфирным запахом. На свету желтеет и приобретает неприятный запах гнилой редьки. Температура кипения – 46°. Плотность 1.2633. Упругость пара 360 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 *)

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

---

*) Разработан Всесоюзным научно-исследовательским институтом гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс МЗ СССР.
Авторы: С.Л.Акоронко, М.Н.Рейнтейн.

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 6-09-60-70 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 центрофужные градуированные - ПЦГ

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 пуз/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 об"ем до 9,5 мл спиртовым раствором диэтиламина и приливают 0,5 мл 0,05%-ного спиртового раствора ацетата меди (свежеприготовленного).

Общий об"ем 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, толщиною слоя в 10 мм.

Количественную оценку производят по калибровочной кривой - оптическая плотность колориметрируемого раствора - концентрация 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:

$$X = \frac{G}{P}$$ где,

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

P – навеска продукта, г.

Ст.инж.-лаборатории инсектицидов /С.Л.Акоронк^/

Мл.н.с.лаборатории экспертизы /М.Ш.Векштейн/

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Метод определения ДДТ, его метаболитов и ГХЦГ в табочных изделиях способом хроматографии в тонком слое I
авторы: Л.Ф. Васьковская, Л.Е. Бурштейн

Определение остатков кельтана в молоке 7
авторы: В.В.Молочников, В.И.Мочалов.

Определение хлорорганических пестицидов в мясе, мясопродуктах и животных жирах хроматографией в тонком слое II
авторы: И.А.Шумкова,И.Н.Карпова,С.А.Ликунова,Л.Д.Рузанкова.

Определение остатков хлорорганических пестицидов в сырье для производства сухих детских молочных смесей I8
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- авторы:К.Ф.Новикова, Л.И.Лещинская. 24

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Определение антио 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 ДДВФ в молоке и воде 42
методом газо-жидкостной хроматографии с термоионным детектором
авторы: Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова.

Методика определения дифоса(абата) в мясе, молоке и в воде 46
хроматографией в тонком слое
авторы: Н.П.Бирюкова, Ю.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 этилмеркурхлорида в пищевых продуктах,кулинарно обработанных суточных пищевых рационах,кормах и почве 62
автор: В.В.Ермаков

Хроматографический метод определения ртутьорганических пестицидов в кормах,овощах,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.Пяткевич,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.Чмиль, Р.Д.Васянина, М.А.Клисенко

Определение сероуглерода в винограде 99
авторы: С.Л.Акоренко, М.Ш.Векштейн.

Определение остаточных количеств севина в молоке и молочных продуктах методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов 104
авторы: И.И.Маневич, В.В.Молочников, Н.И.Жаворонков

Колориметрический метод определения севина и 1-нафтола в тканях животного происхождения и моче 110
авторы: Н.И.Жаворонков, О.А.Малинин

Определение гербицидов эптама и тиллама в воде,почве,свекле и ее ботве методом газо-жидкостной хроматографии 116
авторы: А.М.Ботвиньева, А.Л.Перцовский

Печатный цех МСХ СССР тираж 2000 экз.заказ № 1134
Л- 87948 от 5.У-76 г.

gost.e-ecolog.ru