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

gost.e-ecolog.ru

"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-П, манеба, марцина, полимарцина, поликарбацина, ТМТД, цинеба, цирама и эдитона в воздухе, продуктах питания растительного происхождения и биологических средах)

I. Характеристика анализируемого пестицида
Дитан М-45 (манкоцеб) - комплексное соединение этилен-бис-дитиокарбаматов марганца и цинка (Mn : Zn - 8:I)

$$\left[-CH_2 - CH_2 - NH - \underset{\underset{Me - Mn + Zn}{|}}{\overset{S}{\overset{\|}{C}}} - S - Me - S - \overset{S}{\overset{\|}{C}} - NH- \right]$$

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

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

2. Методика определения.
2.I. Основные положения

2.I.I. 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.I.2. Метрологическая характеристика метода:
Диапазон определяемых концентраций 30 - I00 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 препарата 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 двугорлая емкостью 1 л

Холодильник Либиха

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

Отводная трубка, доходящая почти до дна колбы

Поглотители

Аспиратор

Фотоколориметр

2.4. Проведе ие определения

50 г измельченного продукта помещают в колбу прибора для гидролиза и приливают 100 мл 5 н. раствора серной кислоты. Анализируемую воду (50 мл) вносят в колбу прибора для гидролиза и прибавляют 10 мл концентрированной серной кислоты. Колбу соединяют с обратным 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 диэтиламина.Второй поглотитель присоединяют к аспиратору.

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

ляют 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 синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения берут спиртовый раствор диэтиламина. Количественную оценку полученных результатов проводят по калибровочной кривой. Для построения калибровочной кривой вносят определенные количества (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, ТМТД, 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.

gost.e-ecolog.ru