

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ  
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
по определению микроколичеств  
пестицидов в продуктах питания,  
кормах и внешней среде**

Данные методики апробированы и рекомендованы  
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,  
болезнями растений и сорняками

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ  
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ  
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Данные методики апробированы и рекомендованы  
в качестве официальных Группой экспертов при  
Госкомиссии по болезням растений и сорнякам

Москва- 1987 г.

Настоящие методические указания пред назначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрономических, колхозально-химикологических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и вспомогательной среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических нормативов.

Методические указания одобрены и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

Методические указания согласованы и одобрены Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, А.А.Калашник (зам. председателя),  
М.А.Кищенко (председатель), Г.И.Изроткова, В.Е.Кривачук,  
Г.А.Хохолькова, А.М.Шмидтова.

## "УТВЕРЖДАЮ"

Главный Государственный санитарный врач СССР

П.Н.БУРГАСОВ

" 3 " января 1984 года

№2960-84

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ЭТИЛЕНДИБРОМИДА  
(1,2-ДИБРОМЭТАНА) В ЗЕРНЕ

## 1. Краткая характеристика препарата

Этилендибромид (ЭДБ, 1,2-дибромэтан, торговое название: иофис, искобром №, дофым №-8, аадибром) - фумигант, применяемый в ряде стран для обработки почвы и зерновых. По данным ВОЗ в опытах на биологических тест-системах и лабораторных животных ЭДБ обладает мутагенными и канцерогенными свойствами.

ЭДБ (эмпирическая формула  $C_2H_4Br_2$ , молекулярная масса 187,9 г/моль) представляет собой бесцветную или слегка желтоватую жидкость с температурой кипения 131-133°C и плотностью при 20°-2,18 г/мл.

## 2. Принцип метода

Метод включает следующие этапы:

- экстракцию образца водным ацетоном;
- идентификацию и определение содержания ЭДБ с помощью газожидкостной хроматографии с детектором постоянной скорости рекомбинации при использовании пропилендибромида (ПДБ) в качестве внутреннего стандарта.

Предел обнаружения метода - 1 мг/кг, степень извлечения ЭДБ - 90-95%, относительное стандартное отклонение - 0,1-0,2.

Продолжительность экстракции - 16 часов, определения ЭДБ - 1 час.

## 2.1. Реактивы и растворы

Этилендибромид (1,2-диброметан)

Пропилендибромид (1,2-дибромипропан)

Ацетон, ОСЧ, ТУ 6-09-3513-82

Вода дистилированная,

Натрий хлористый, ГОСТ 4233-66, прокаленный

Магний сернокислый, ГОСТ 4523-77, прокаленный

## 2.2. Приборы и посуда

Хроматограф газовый серии "Цвет-100" с детектором постоянной скорости рекомбинации (электронно-захватный детектор); скорость продувочного газа - азота особой чистоты - 150 мл/мин, колонка стеклянная 2 м x 0,2 см с жидкой фазой 3% OV-1 на хроматоне N-супер ("Дахема", ЧССР) или с другой жидкой фазой аналогичных параметров (OV-101, SE-30) на носителе типа хроматон или хромосорб; температура испарителя 140<sup>0</sup>С, температура <sup>требуется</sup> детектора - 180<sup>0</sup>С, шкала чувствительности - 2 x 10<sup>-12</sup> А

Миришприц МШ-10 на 10 мкл или МШ-1 на 1 мкл

Весы технические, ГОСТ 19491-74

Аппарат для встряхивания проб, ТУ 64-1-2451-78, АВУ-60

Колбы плоскодонные конические на 500 мл с НШ 29 и стеклянными притертыми пробками

Колбы плоскодонные конические на 25 мл с НШ 14,5 и стеклянной притертой пробкой,

Пробирки на 10 мл с НШ 14,5 и притертой стеклянной пробкой

Пипетки калиброванные на 5 и 10 мл

Колбы мерные на 100 мл, ГОСТ 1770-74

## 2.3. Приготовление стандартных растворов ЭДБ и ПДБ.

В мерную колбу на 100 мл добавляют 10 мл ацетона и с помощью микрошипца 23 мкл (50 мг) ЭДБ, раствор доводят до метки ацетоном, получая эталонный раствор ЭДБ с концентрацией 500 мкг/мл или 500 нг/мк. В другую мерную колбу добавляют 10 мл ацетона и 26,2 мкл (50 мг) ПДБ, раствор доводят до метки ацетоном, получая эталонный раствор ПДБ с концентрацией 500 мкг/мл или 500 нг/мкл.

Разбавлением эталонных растворов в 100 раз готовят рабочие растворы ЭДБ и ПДБ с концентрацией 5 нг/мкл. Для приготовления рабочего раствора 1 мл эталонного раствора переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки ацетоном.

2.4. Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб" утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР №2051-80. Отобранные пробы зерна следует хранить в закрытых пакетах при температуре не выше +5<sup>0</sup>С.

## 2.5. Проведение определения

### 2.5.1. Экстракция.

Непосредственно перед экстракцией быстро берут навеску 50 г зерна, Навеску переносят в плоскодонную колбу на 500 мл, добавляют 150 мл смеси ацетон-вода (5:1). Колбу плотно закрывают стеклянной притертью пробкой и встряхивают в течение 16 часов при температуре 20-22<sup>0</sup>С. После отстаивания отбирают пипеткой 10 мл экстракта и переносят в плоскодонную коническую колбу на 25 мл. Добавляют 2 г прокаленного хлористого натрия и оставляют раствор отстаиваться. Из верхнего слоя пипеткой отбирают 5 мл раствора и переносят в пробирку на 10 мл. Добавляют 1 г прокаленного сернокислого магния, закрывают пробирку притертью пробкой и встряхивают в течение 1 минуты. Раствор в пробирке оставляют стоять при температуре 20-22<sup>0</sup> в течение 30 минут (раствор А). Полученный раствор А анализируют с помощью газохроматической хроматографии.

### 2.5.20 Обнаружение и определение этилендибромида

Определение относительного удерживания и калибровочного коэффициента для ЭДБ.

В пробирку добавляют с помощью микроширица по 20 мкл рабочих растворов ЭДБ и ПДБ. Вводят в газовый хроматограф 0,5 мкл полученного раствора смеси ЭДБ и ПДБ. Определяют на хроматограмме времена удерживания растворителей ( $T_{ап}$ ), ЭДБ ( $T_{ЭДБ}$ ) и ПДБ ( $T_{ПДБ}$ ). Вычисляют относительное удерживание ( $T_{отн.}$ ) ЭДБ по внутреннему стандарту по формуле:

$$T_{отн.} = \frac{T_{ЭДБ} - T_{ап}}{T_{ПДБ} - T_{ап}} ;$$

На жидкой фазе OV - I при температуре колонки 50<sup>0</sup>С относительное время удерживания ЭДБ составляет 0,690-0,695.

Для определения калибровочного коэффициента К находят по хроматограмме площади пиков ПДБ ( $S_{ПДБ}$ ) и ЭДБ ( $S_{ЭДБ}$ ), умножая высоты пиков (H) на ширину пика на половине высоты ( $\Delta_{1/2}$ ).

Вычисляют калибровочный график К по формуле:

$$K = \frac{S_{ПДБ}}{S_{ЭДБ}} ;$$

### 2.5.3. Идентификация и определение содержания ЭДБ в образце.

К 5 мл раствора А добавляют 10 мкл эталонного раствора внутреннего стандарта (ПДБ). Вводят в хроматограф 0,5 мкл полученного раствора. Определяют времена удерживания растворителя и ПДБ. Обнаружение на хроматограмме пика, соответствующего по относительному времени удерживания ( $T_{отн.}$ ) ЭДБ, свидетельствует о наличии фумиганта в образце. В этом случае определяют площади пиков ЭДБ ( $S'_{ЭДБ}$ ) и внутреннего стандарта ( $S'_{ПДБ}$ ) и расчитывают концентрацию ЭДБ в образце по формуле:

$$C = 3 \frac{S'_{\text{ЭДБ}}}{S'_{\text{ПДБ}}} \cdot K, \text{ мг/кг};$$

Если пик ЭДБ будет выходить за пределы хроматограммы (запказание), следует разбавить раствор А сухим ацетоном, добавив при этом соответствующий объем эталонного раствора внутреннего стандарта (при разбавлении раствора А в  $n$  раз следует добавить  $10 (n-1)$  мкг эталонного раствора ПДБ, рассчитывая концентрацию ЭДБ (C) по формуле:

$$C = 3 \cdot n \frac{S'_{\text{ЭДБ}}}{S'_{\text{ПДБ}}} \cdot K, \text{ мг/кг}.$$

## 2.6. Техника безопасности

Соблюдать общепринятые правила техники безопасности при работе в химических лабораториях.

## 3. Разработчики

Запченко А.И. (ГУСУ МЗ СССР), Зильбер К.И., Соболев В.С., Птиченко В.В., Нифонтов В.Д. (Институт питания АМН СССР, г.Москва).