

**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-технических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и пищевой 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.Кышсанто (председатель), Г.И.Изроткова, В.Е.Кривачук,
Г.А.Хохольская, А.М.Шмитгудина.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

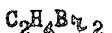
" 6 " марта 1984 г.
Б 2989-84

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ
ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЭТИЛЕНДИБРОМИДА (1,2-ДИБРОМЭТАНА)
В ЦИТРУСОВЫХ И ЯБЛОКАХ**

I. Краткая характеристика препарата

Этилендибромид (ЭДБ) - жидкость светлого цвета, температура кипения 131-133°С. Нерастворим в воде, растворим в этаноле, эфире, гексане и других органических растворителях.

Этилендибромид (1,2-дигромэтан) -



Мол. масса 187,9

2. Методика определения ЭДБ в цитрусовых и яблоках

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на хроматографировании ЭДБ на неподвижной фазе Карбованкс 20 М с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации после извлечения органическим растворителем из анализируемой пробы.

2.1.2. Матрологическая оценка метода

Среднее обнаружение этилендибромида: 73,5±4,6% - в лимонах, апельси-нах (миноть); 78,6±3,9% - в яблоках; 68,7±5,1% - в апельси-нах (кодура). Предел обнаружения - 0,5 мг/кг.

2.1.3. Избирательность метода

Определению не мешают хлор- и фосфорорганические пестициды.

2.3. Реактивы, растворы, приборы

2.3.1. Реактивы, растворы

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Сульфат натрия, ч., ГОСТ 4166-76, безводный

Наборы для колонки - хроматон Н-ДВ-И МСС с 15% Царбоване 20 %
Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Стандартный раствор этилендибромида №1. 50 мкг (23 мл) ЭДБ вносят
в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки ацетоном, получая
раствор с концентрацией 500 мкг/мл

Стандартный раствор №2. Последовательными разведениями в мерной
колбе раствора №1 готовят раствор ЭДБ с концентрацией 2,5 мкг/мл.

Хранят не более 2-х недель.

Приготовленные стандартные растворы хранят в холодильнике.

2.3.2. Приборы, посуда

Хроматограф, снабженный ДПР (марки Цвет, Газохром и др.)

Колбы конические к/п ёмкостью 100 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Воронки химические, ГОСТ 1770-74.

Колонка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3 мм.

Микрошлипцы на 10 мкл, тип МШ-10, ТУ-5Е2.853.024,

Секундомер, ГОСТ 16820-71.

2.4. Подготовка проб к анализу

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными
правилами отбора проб", твердившими Зам. Главного государственно-
го санитарного врача СССР Л2051-80.

Собранные пробы хранят в холодильнике. Пробы необходимо

анализировать в течение 1-2 дней после отбора.

На анализ берут яблоки, лимоны - целый плод; апельсины - анализируют отдельно - мякоть и кожура.

2.5. Проведение определения

2.5.1. Экстракция

20 г пробы измельчают, помещают в коническая колбу, приливают 15-20 мл гексана. Хорошо перемешивают и периодически встряхивают в течение 2 часов. Раствор фильтруют через слой сульфата натрия (1 г), замеряют объем и аликвотную часть вводят в хроматограф.

2.5.2. Определение методом ГХХ

Хроматограф, снабженный ДПР

Длина колонки 1 м, диаметр 3 мм

Твердый носитель - хроматон N-AW-HmCS (0,16-0,20 мм)

Жидкая фаза - Карбовакс 20 М - 15%

Температура колонки - 60⁰С

Температура испарителя - 140⁰С

Температура детектора - 200⁰С

Скорость газа-носителя (азот) - 50 мл/мин

Вводимый объем - 5 мкл

Шкала 20.10⁻¹² А

Линейный диапазон детектирования 2-12 нг

Время удерживания - 4,5 мин

2.6. Количественное определение

Количественное определение этилендибромида проводят по методу абсолютной калибровки. Концентрацию препарата вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot S_2 \cdot Y_1 \cdot Y}{S_1 \cdot Y_2 \cdot P} \quad \text{где:}$$

X - содержание пестицида в пробе, мг/кг;

A - количество пестицида в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мкг/мл;

S_1 - площадь пика стандартного раствора пестицида, мм^2 ;

S_2 - площадь пика пестицида в пробе, мм^2 ;

V_2 - объем пробы стандартного раствора пестицида, введенного в хроматограф, мл;

V - общий объем экстракта, мл;

P - масса анализируемой пробы, г.

Если пик ЗДБ будет выходить за пределы хроматограммы ("зашкаливание"), раствор необходимо разбавить гексаном до необходимой концентрации.

2.7. Требования безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противовзрывного режима и личной гигиены при работе в лабораториях (отделениях, отделах) санепидуправленияй системы МЗ СССР" №2255-81 от 20.Х.81.

3. Разработчики

Гиренко Д.Б., Кисенко И.А. (ИМПЕНТОНС, Киев).