

**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, болезнями растений и сорняками

Москва- 1987 г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, популяционно-токсикологических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний истекает одновременно до утверждения гигиенических нормативов.

Методические указания апробированы 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. Калашникова (зам. председателя),
М. А. Клисанко (председатель), Г. Н. Кароткова, В. Б. Кривачук,
Г. А. Хохолькова, А. М. Шмидтина.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО

" 6 " марта 1984 г.

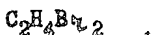
В 2989-84

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

1. Краткая характеристика препарата

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

Этилендибромид (1,2-дибромэтан) -



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 Карбовакс 20 М с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации после извлечения органическим растворителем из анализируемой пробы.

2.1.2. Метрологическая оценка метода

Среднее обнаружение этилендибромидов: 73,5±4,6% - в лимонах, апельсинах (мелкие); 78,6±3,9% - в яблоках; 68,7±5,1% - в апельсинах (крупные). 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

Наблюдка для колонки - хроматон КХ-АВ-Н МС с 15% Парбовакс 20 I

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74

Стандартный раствор этилендибромиды II. 50 мг (23 мм) ЭДБ внести в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки ацетоном, получая раствор с концентрацией 500 мкг/мл

Стандартный раствор I2. Последовательным разведением в мерной колбе раствора II 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 и/л емкости 100 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Воронки клинчатые, ГОСТ 1770-74.

Колонка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3 мм.

Микрошприц на 10 мкл, тип МШ-10, ТУ-5Е2.833.024.

Секундомер, ГОСТ 16820-71.

2.4. Подготовка проб и анализ

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб", утвержденными Зам. Главного государственного санитарного врача СССР 12051-80.

Отобранные пробы хранят в холодильнике. Пробам 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 определений

2.5.1. Экстракция

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

2.5.2. Определение методом ГЖХ

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 ^{термостата} колонки - 60°C

Температура испарителя - 140°C

Температура ^{термостата} детектора - 200°C

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 этилендибромидов 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, мм²;
 S_2 - площадь пика пестицида в пробе, мм²;
 U_2 - объем пробы стандартного раствора пестицида, введенного в хроматограф, мл;
 U - общий объем экстракта, мл;
 P - масса анализируемой пробы, г.

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

2.7. Требования безопасности

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

3. Разработчики

Гиренко Д.Б., Клисенко М.А. (ВНИИГЕНТОКС, Киев).