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.

gost.e-ecolog.ru

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, контрольно-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 устанавливается 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.Калинина (зам.председателя), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук, Г.А.Хохолькова, А.М.Шмигидина.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 6 " марта 1984 г.
№ 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-дибромэтан) -

$C_2H_4Br_2$. 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 этилендибромида: 73,5±4,6% - в лимонах, апельсинах (мякоть); 78,6±3,9% - в яблоках; 68,7±5,1% - в апельсинах (кожура). 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

Набивка для колонки - хроматон N-AW-H MCS с 15% Карбовакс 20 I

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74

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

Стандартный раствор №2. Последовательным разведением 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 м/п емкостью 100 мл, ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Воронки химические, ГОСТ 1770-74.

Колонка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3 мм.

Микрошприцы на 10 мкл, типа МШ-10, ТУ-5Е2.833.024.

Секундомер, ГОСТ 16820-71.

2.4. Подготовка проб к анализу

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб", утвержденными Зам. Главного государственного санитарного врача СССР №2051-80.

Отобранные 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 коническую 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 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°С

Температура термостата испарителя - 140°С

Температура термостата детектора - 200°С

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:

$$X = \frac{A \cdot S_2 \cdot У_1 \cdot У}{S_1 \cdot У_2 \cdot P}$$, 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, мкл;

V – общий объем экстракта, мл;

P – масса анализируемой пробы, г.

Если пик ЭДБ будет выходить за пределы хроматограммы ("зашкалимание"), 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) санэпидучреждений системы МЗ СССР" №2255-81 от 20.X.81.

3. Разработчики

Гуренко Д.Б., Клисенко М.А. (ВНИИГИНТОКС, Киев).

gost.e-ecolog.ru