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"

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, торговые названия: нефис, искобром Д, доуфьюм W -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°С 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.I. Реактивы и растворы

Этилендибромид (I,2-дибромэтан)

Пропилендибромид (I,2-дибромпропан)

Ацетон, ОСЧ, ТУ 6-09-3513-82

Вода дистиллированная,

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 х 0,2 см с жидкой фазой 3% OV-I на хроматоне N-супер ("Лахема",ЧССР) или с другой жидкой фазой аналогичных параметров (OV-101, SE-30) на носителе типа хроматон или хромосорб; температура испарителя 140°С, температура детектора - 180°С, шкала чувствительности - 2 х 10^{-12}А

Микрошприц 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-6С

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 микрошприца 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°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 притертой пробкой и встряхивают в течение 16 часов при температуре 20-22°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 притертой пробкой и встряхивают в течение 1 минуты. Раствор в пробирке оставляют стоять при температуре 20-22° в течение 30 минут (раствор А). Полученный раствор А анализируют с помощью газожидкостной хроматографии.

2.5.2Обнаружение и определение этилендибромида

Определение относительного удерживания и калибровочного коэффициента для ЭДБ.

В пробирку добавляют с помощью микрошприца 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 ($T_{ац}$), ЭДБ ($T_{ЭДБ}$) и ПДБ ($T_{ПДБ}$). Вычисляют относительное удерживание ($T_{отн.}$) ЭДБ по внутреннему стандарту по формуле:

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

На жидкой фазе ОУ -I при температуре колонки 50°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 (Н) на ширину пика на половине высоты ($\Delta_{I/2}$). 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 рассчитывают концентрацию ЭДБ в образце по формуле:

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

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

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

2.6. Техника безопасности

Соблюдаются общепринятые правила техники безопасности при работе в химических лабораториях.

3. Разработчики

Запченко А.И. (ГСЭУ МЗ СССР), Эллер К.И., Соболев В.С., Питеновой В.В., Нифонтов В.Д. (Институт питания АМН СССР, г.Москва).

gost.e-ecolog.ru