

**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- 1967 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

И. Г. Александрова, Д. Б. Гиренко, А. А. Калашникова (зам. председателя),  
М. А. Кулисанова (председатель), Г. И. 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 жидкость светлого цвета, 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 (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 KI-LW-и MCS с 15% Карбовакс 20 I

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74

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

Стандартный раствор I32. Последовательным разведением в мерной колбе раствора III 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 конические, ГОСТ 1770-74.

Колонка стеклянная, длина 1 м, диаметр 3 мм.

Микрошприцы 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 Зем. 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 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), 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 <sup>термостата</sup> колонки - 60°C

Температура <sup>термостата</sup> испарителя - 140°C

Температура <sup>термостата</sup> детектора - 200°C

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

Вводимый объем - 5 мкл

Шкала  $20 \cdot 10^{-12} \text{A}$

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<sup>4</sup>

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

- $X$  - 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<sup>2</sup>;  
 $S_2$  - площадь пика пестицида в пробе, мм<sup>2</sup>;  
 $V_2$  - 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 ("зашкал вышло"), 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

Гуренко Д.Б., Киселев И.А. (ВНИИГИТОКС, Киев).