Определение гексахлорбутадиена в вине, соке и воде газожидкостной хроматографией

Гексахлорбутадиен (ГХБД) представляет собой жидкость с температурой кипения 215 °С и относительной плотностью при 20 °С 1,6820. ГХБД плохо растворяется в воде, хорошо растворяется в органических растворителях, устойчив к кислотам и щелочам.

Принцип метода. Метод* основан на извлечении препарата из пробы вина, сока, воды отгонкой с водяным паром и последующей экстракции *н*-гексаном. Идентификация и количественная оценка проводится на хроматографе с детектором по захвату электронов.

Реактивы и растворы

Гексан х. ч. перегнанный.
Натрий сернокислый безводный х. ч.
Серная кислота х. ч.
Хлористый натрий х. ч.
Стандартный раствор ГХБД в гексане (0,1 и 0,001 мкг/мл).

Приборы и посуда

Установка для отгонки и экстракции (рис. 4).
Химические стаканы на 50 и 500 мл (по одному).
Колбы мерные на 100 мл (четыре).
Колба на 50 мл с притертой пробкой.
Мерный цилиндр на 50 мл.
Пипетки на 1 и 10 мл (по одной).
Электроплитки с закрытой спиралью.
Микрошприцы на 10 мкл.

Хроматограф с детектором по захвату электронов (с ^{3}H, ^{63}Ni или ^{239}Pu источником ионизации). Газ-носитель при работе с ^{3}H детектором – гелий х. ч., при работе с ^{239}Pu или ^{63}Ni детекторами – азот особой чистоты.

Экстракция. Экстрагирование ГХБД из пробы проводится в установке (рис. 4). В колбу помещают 50 мл пробы вина, сока или воды. В делительную воронку предварительно наливают 10 мл гексана. Нижнюю часть воронки погружают в стакан с холодной водой. Колбу с про-

---

* Г. А. Пивоваров, Е. М. Алексеева, К. А. Гар (ВНИИСХЗР).
О. Н. Тимофеева, Г. Л. Шварцман (МолдНИИ пищевой промышленности).

gost.e-ecolog.ru

бой нагревают на плитке с закрытой спиралью до кипения и отгон (20 мл) собирают в делительную воронку под слой гексана. Затем аллонж отсоединяют от холодильника, приподнимают над уровнем жидкости и ополаскивают 2 мл гексана. Делительную воронку закрывают пробкой и встряхивают 5 мин. Дают слоям разделиться, нижний слой сливают в химический стакан на 50 мл, а верхний – в колбу (или другой сосуд) с притертой пробкой на 50 мл.

Содержимое стакана (водная или водно-спиртовая фаза) переносят обратно в ту же делительную воронку, стакан ополаскивают 3 мл гексана, который также переносят в делительную воронку. Экстрагирование проводят встряхиванием в течение 3 мин. После разделения слоев нижний слой сливают в тот же химический стакан, а верхний – в сосуд, содержащий первый гексановый экстракт. Экстракцию повторяют. Объединенные гексановые экстракты сливают в делительную воронку и дважды промывают дистиллированной водой (по 20 мл). Гексановый экстракт количественно переносят в мерный цилиндр на 50 мл, используя для споласкивания воронки 3 мл гексана. Измеряют объем экстракта и для обезвоживания к нему добавляют 1 г сернокислого натрия.

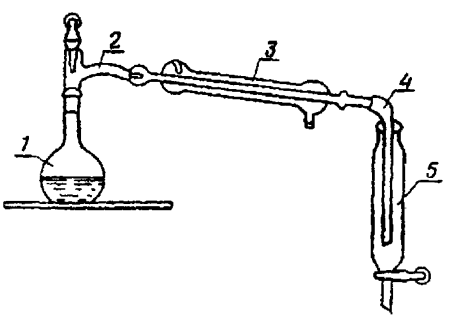

Рис. 4. Установка для отгона и экстракции:
1 – колба для отгона; 2 – переход от колбы к холодильнику с заглушённым верхним отводом; 3 – холодильник; 4 – аллонж с оттянутым концом; 5 – делительная воронка с отметкой 30 мл. Для нагревания колбы используют электроплитку с закрытой спиралью. Кроме того, на плитку кладут асбестовую сетку. Все шлифы в установке стандартные.

Идентификация и количественная оценка. При газожидкостном хроматографическом определении ГХБД применяют стеклянную колонку (допускается использование колонки из нержавеющей стали) длиной 1500—2000 мм с внутренним диаметром 4 мм, заполненную хромосорбом W (80—100 меш) или подобным носителем, на который нанесен

диметилсилоксановый полимер SE-30 (или подобная стационарная фаза) в количестве 5 %.

Температура колоночного термостата 120 °С, детектора 140° при работе с тритиевым источником и 200 °С при работе с плутониевым или никелевым источником. Температура испарителя 210 °С, скорость расхода газа-носителя 60 мл/мин.

Идентификацию пика ГХБД проводят путем сравнения времени удерживания стандарта ГХБД и изучаемого соединения. Для количественного определения проводят абсолютную калибровку детектора параллельно с анализом пробы. В колонку последовательно вводят трижды 1—10 мкл экстракта. Трижды вводят также стандарт ГХБД с расчетом, чтобы высота пика стандарта приближалась к высоте пика исследуемой пробы. Вычисляют среднее значение высот пиков стандарта и пробы. Содержание ГХБД рассчитывают по формуле.

$$X = \frac{C \cdot V}{V_a \cdot P}, \text{ где}$$

X – содержание пестицида в пробе, мг/кг или мг/л;

C – количество пестицида, найденное по калибровочному графику, нг;

V – конечный объем раствора, из которого отбирают аликвоту для хроматографирования, мл;

V_a – объем аликвоты, вводимый в хроматограф, мкл;

P – масса или объем анализируемой пробы, г или мл.

Примечание. 1. При анализе бродящего вина или сусла требуются следующие дополнительные операции: а) для предотвращения вспенивания содержимого при отгонке в перегонную колбу добавляют 5 г хлористого натрия х. ч.; б) объединенный гексановый экстракт в делительной воронке промывают дважды по 5 мл концентрированной серной кислотой, а затем дистиллированной водой 2 раза по 20 мл для удаления следов серной кислоты.

2. При необходимости определения ГХБД в пробах с содержанием менее 0,1 мкг/л конечный объем экстракта упаривают на водяной бане с дефлегматором (плотная елочка, диаметр 15 мм, длина 200 мм). При упаривании дефлегматор должен все время быть смочен стекающей флегмой.

3. Методикой предусматривается использование детекторов с различными радиоактивными источниками. Для каждого детектора перед началом работы должен быть установлен диапазон линейности по стандартному раствору ГХБД. В границах установленного диапазона в дальнейшем проводятся количественные определения ГХБД в пробах.

gost.e-ecolog.ru