Проект

СОГЛАСОВАНО	УТВЕРЖДАЮ	УТВЕРЖДАЮ	УТВЕРЖДАЮ
Министерство здравоохранения СССР Зам.главного Государственного врача СССР _____Заиченко А.И. № I28-4/384-25 от I7.07.87	Министерство хлебопродуктов СССР Главное управление Науки и стандартизации Начальник Управления _____Юкиш А.Е. "__"_____I987	Госагропром СССР Отдел пищевой промышленности Зам.начальника отдела _____Лазько В.А. I6.I0.I987	Госагропром СССР Отдел по производству и переработке продукции растениеводства Зам.начальника отдела _____Холобов I6.I0 I987

СХЕМА МЕЖВЕДОМСТВЕННОГО КОНТРОЛЯ МАСЛИЧНОГО СЫРЬЯ И ПРОДУКТОВ ЕГО ПЕРЕРАБОТКИ НА ЗАГРЯЗНЕННОСТЬ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИМИ ПЕСТИЦИДАМИ

СОГЛАСОВАНО
Госагропром СССР
ВПНО "Союзсельхозхимия"
Первый заместитель Председатель
_____ Мартыненко В.И.
I5 октября I987 г.

РАЗРАБОТАНО
Госагропром СССР
Подотдел масло-жировой промышленности и моющих средств
Начальник подотдела
_____ Харитонов В.
I6 октября I987 г.

Госагропром СССР
Подотдел систем земледелия и интенсификации зернового хозяйства
Начальник подотдела
_____ Н кити. Ю.А.
I4 октября I987 г.

НПО "Масложирпром"
Генеральный директор
_____ Ключкин В.В.
I2 октября I987 г.

I987 г.

gost.e-ecolog.ru

Приложение 2

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
А.И.Заиченко

№ 1875 05.06.78 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению хлорорганических пестицидов (гексахлорциклогексана, гептахлора, альдрина, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в растительных маслах и животных жирах, фосфатидных концентратах, лузге, жмыхе и шроте методом газожидкостной хроматографии

Физико-химические свойства хлорорганических пестицидов изложены в сборнике "Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде", часть УI, том I, стр. 6-10.

Принцип метода

Метод основан на экстракции хлорорганических пестицидов из исследуемых объектов Н-гексаном (жидким или парами) и последующей колоночной очистке полученных экстрактов.

Идентификация и количественное определение проводится с помощью метода газо-жидкостной хроматографии.

Реактивы и растворы

Н-гексан, х.ч., перегнанный дважды;

диэтиловый эфир, ч., перегнанный; кислота серная, х.ч., уд. вес I,84;

натрий сернокислый, х.ч. безводный;

смесь диэтилового эфира с Н-гексаном I5:85;

кремний окись для люминофоров, ч., растирают в ступке;

стекловата, очищенная концентрированной серной кислотой и промытая дистиллированной водой, высушенная;

стандартные растворы х.ч. пестицидов в Н-гексане 0,04 мкг/мл и 0,I мкг/мл;

газ-носитель - азот особой чистоты;

твердый носитель - хроматон N-AW - DMCS, 80-I00 меш с 5% неподвижной фазы - метилсилоксан SE-30.

Для приготовления насыщенного раствора безводного сернокис-

лого натрия в серной кислоте навеску 100 г безводного сернокислого натрия растворяют в 1 л серной кислоты.

Для приготовления окиси кремния, пропитанной серной кислотой, 2 весовые части окиси кремния помещают в фарфоровую ступку и при растирании заливают одной объемной частью серной кислоты. Пропитку кислотой производят непосредственно перед употреблением.

Приготовление хроматографической колонки

1. Для анализа шрота и луаги колонку заполняют на высоту 1 см стеклянной ватой, затем вносят на высоту 3,5 см окись кремния, после чего колонку заполняют, не утрамбовывая, еще на высоту 2,5 см окисью кремния, пропитанной серной кислотой.

2. Для анализа жмыха и шрота, обогащенного липидами, растительного масла, животного жира и фосфатидного концентрата нижний сухой слой окиси кремния - 6 см, верхний слой окиси кремния, пропитанный серной кислотой - 3 см.

При заполнении колонки каждый слой последо ательно промывают гексаном (всего 20-30 мл).

Приборы и посуда

Хроматограф серии "Цвет" (или другой марки) с детектором по захвату электронов;

колонка хроматографическая стеклянная длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм;

микрошприц на 10 мкл;

аппарат для встряхивания;

ротационный испаритель ИР-1;

термостатируемый экстрактор (см. схему);

термометры контактные;

колонки стеклянные хроматографические, диаметр 15 мм, высота 150 мм;

колбы круглодонные на 100 и 250 мл;

колбы конические с нормальными шлифами 250 и 100 мл;

воронки Бюхнера № 2 и № 3;

ступки и пестики фарфоровые, диаметр ступ.. 110-140 мм;

цилиндры мерные;

пикнометры на 5 мл и 10 мл;

бюксы стеклянные на 20 мл;
пипетки на 5 мл; I мл;
шприцы медицинские на I мл;
воронки химические.

Описание определения

I. Экстракция и очистка экстрактов

I. Шрот, жмых, лузга.

Навеску шрота (обогащенного липидами I0 г, необогащенного 20 г), жмыха (I0 г) или лузги (20 г) делят на две равные части и помещают в колбы (емкостью I00-250 мл) с притертыми пробками, заливают пробы гексаном из расчета 3-х объемов на I весовую часть, после чего перемешивают на приборе для встряхивания 30 мин. Полученный экстракт фильтруют через воронку Бюхнера, не перенося осадок на воронку. В те же колбы заливают повторно такое же количество гексана, встряхивают еще 30 мин, фильтруют, количественно перенося осадок на воронку Бюхнера с помощью 30 мл гексана (3 раза по I0 мл).

Полученные экстракты, упаренные на ротационном испарителе до 30 мл, подвергают колоночной очистке на окиси кремния (см. приготовление колонки), после чего колонку промывают 50 мл смеси диэтилового эфира с гексаном. Очищенные экстракты объединяют и упаривают досуха на ротационном испарителе, после чего немедленно пипеткой вводят I мл н-гексана, распределяя его тонкой пленкой по поверхности колбы, начиная от ее горлышка.

2. Растительное масло, фосфатидный концентрат, животный жир.

Из тщательно перемешанного растительного масла или расплавленного на водяной бане животного жира отбирают медицинским шприцем 2,5 мл, переносят в пикнометр на 5 мл, доводят объем до 5 мл н-гексаном в пикнометре и энергично перемешивают.

Навеску фосфатидного концентрата 5 г, помещенную в стеклянный бюкс, количественно переносят в пикнометр на I0 мл с помощью 5 мл, гексана и тщательно перемешивают.

I мл исследуемого раствора медицинским шприцем на I мл медленно вводят через инжектор в термостатируемый экстрактор, нагретый до 245°С, при одновременном поступлении в него паров гек-

сана. Одновременно в место ввода пробы в ту же экстракционную трубку подаются пары гексана со скоростью 2 мл/мин (в пересчете на жидкость). Выходящие из экстракционной трубки пары конденсируются в приемнике, охлаждаемом льдом, предварительно заполненном на I/3 объема н-гексаном. Экстракция длится I6 минут, после чего полученный конденсат (около I00 мл), собранный в круглодонной колбе, концентрируют на ротационном испарителе до объема 80 мл, пропускают через колонку (см. приготовление колонки), которую затем промывают с помощью 50 мл смеси н-гексана и диэтилового эфира.

Из очищенного экстракта растворитель досуха отгоняют на ротационном испарителе. После чего в отгонную колбу немедленно пипеткой вводят I мл н-гексана, распределяя его тонкой пленкой по поверхности колбы, начиная от ее горлышка.

П. Идентификация и количественное определение

5 мкл полученного раствора вводят в инжектор газового хроматографа.

Условия хроматографирования:

Стеклянная хроматографическая колонка 2 м х 8 мм;

Носитель - хроматон NAW - ДМСС*, пропитанный 5% SE-30, 80-I00 меш.

Температурные режимы: испарители - 240°С, колонки - 200°С, детектора - 250°С.

Скорость газа-носителя - 80 мл/мин;

Рабочая шкала электрометра - 2,5 . $I0^{-II}$ А

Напряжение, подаваемое на детекторную систему - I20 в.

Скорость протяжки ленты I0 мм/мин.

Времена удерживания хлорорганических пестицидов при данных условиях хроматографирования:

α - изомера гексахлорциклогексана - 3 мин.I0 сек;

γ - изомера гексахлорциклогексана - 3 мин.45 сек;

гептахлора - 6 мин.0,5 сек;

альдрина - 7 мин.80 сек;

п.п.' - ДДЭ - I3 мин.25 сек;

п.п. - ДДД - 17 мин.20 сек;
п.п. - ДДТ - 22 мин.15 сек.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами по общепринятым формулам.

Минимальное детектируемое количество в хроматографируемом объеме (5 мкл): α,γ - ГХЦГ - 0,1 нг, гептахлор - 0,1 нг, альдрин - 0,1 нг, п.п^{I} - ДДТ - 0,2 нг, п.п^{I} - ДДД - 0,2 нг, п.п^{I} - ДДЭ - 0,2 нг.

Линейность детектирования соблюдается в пределах от 0,1-5,0 нг.

Чувствительность метода:

1) для растительных масел, животных жиров и фосфатидных концентратов: альдрин и α,γ - гексахлорциклогексан - 1.10^{-2} мг/л, п.п^{I} - ДДЭ, п.п^{I} - ДДД, п.п^{I} - ДДТ, гептахлор - $2 . 10^{-2}$ мг/л.

2) для шрота, жмыха, лузги:
альдрин, ДДЭ, п.п^{I} - ДДТ, α,γ - гексахлорциклогексан - $1 . 10^{-3}$ мг/л, гептахлор и п.п^{I} - ДДД - $2 . 10^{-3}$ мг/л.

Процент определения пестицидов составляет 78-82%.

Методические указания подготовлены А.Б.Беловой, Л.В.Новиковой, Г.А.Лужниковой, Н.И.Шадриной (ВНИИжиров, г. Ленинград).

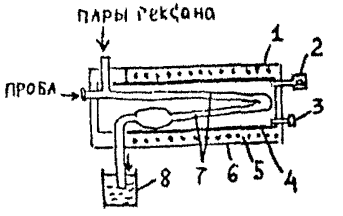

Схема экстрактора для извлечения хлорорганических пестицидов из пищевых продуктов:

1 - алюминиевая трубка; 2 - терморегулятор; 3 - термометр; 4 - тонкий асбест; 5 - стеклянная вата; 6 - спираль нихром; 7 - экстракционная трубка; 8 - сборник паров гексана с пестицидами.

gost.e-ecolog.ru