СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Том 1

gost.e-ecolog.ru

СПРАВОЧНИК

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

В ДВУХ ТОМАХ

Том 1

МОСКВА, ВО «КОЛОС»,
1992

Утверждено 08.07.87 № 4349–87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ХОСТАКВИКА В ОВОЩАХ, ФРУКТАХ, БИОЛОГИЧЕСКОМ МАТЕРИАЛЕ, ПОЧВЕ И ВОДЕ МЕТОДАМИ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ *

Хостаквик – О,О-диметил-О-(6-хлорбицикло [3.2.0] гептадиен-1,5-ил) фосфат. Жидкость с т. кип. 90–91 °С при 2,7 Па. Давление паров при 25 °С 0,22 Па. Хорошо растворим в *н*-гексане, метаноле, ксилоле (при 25 °С до 1000 г/л), хуже растворим в *н*-гексане (130 г/л). Брутто-формула $C_9H_{12}ClO_4P$. Молекулярная масса 250,5. Общепринятое название – гептенофос. ДСД 0,003 мг/кг, МДУ в огурцах, томатах 0,1 мг/кг, в яблоках – 0,1 мг/кг.

Принцип метода. Метод основан на определении хостаквика ГЖХ и ТСХ после извлечения его из исследуемой пробы органическим растворителем, очистке от коэкстрактивных веществ в системе жидкость – жидкость.

Метрологическая характеристика метода. Диапазон определяемых концентраций 0,05–0,5 мг/кг. Предел определения 0,05 мг/кг (мг/л). Остальные параметры даны в таблице 43.

Реактивы и растворы. Ацетон ч. Бензол ч. Гексан ч. Аммиак водный 25%-ный, ч.д.а. Нитрат серебра. Хлороводородная кислота ч. Сульфат натрия безводный ч. Хлороформ ч. Хроматон N-AW (0,16–0,20 мм) с 5% SE-30. Пластинки «Силуфол». Азот особой чистоты, содержание O_2 не более 0,003%. Водород. Воздух.

Подвижная фаза для ТСХ: 1 – бензол; 2 – гексан – ацетон (2:1).

Для приготовления проявляющего реагента (водно-ацетонового раствора нитрата серебра) навеску нитрата серебра (0,5 г) растворяют в 5 мл дистиллированной воды, добавляют 7 мл аммиака (плотность 0,9 г/см^3) и доводят объем до 100 мл ацетоном. Срок хранения в холодильнике 5–6 дней.

Основной стандартный раствор хостаквика, содержащий 100 мкг/мл вещества, готовят растворением 10 мг препарата в ацетоне в мерной колбе на 100 мл. Хранят в холодильнике не дольше 2 мес.

---

*Разработаны Д.Б. Гиренко, Л.Е. Морару, М.А. Клисенко (ВНИИГИНТОКС).

43. Метрологическая характеристика методов определения хостаквика

Анализируемый объект	Среднее значение определения, %		Доверительный интервал среднего, %	
	ГЖХ	ТСХ	ГЖХ	ТСХ
Картофель	69	65	±3,9	±6,2
Свекла	68	67	±2,6	±3,9
Огурцы	68	72	±3,45	±3,9
Томаты	67	64	±4,1	±5,2
Яблоки	70	68	±2,4	±3,9
Мясо	65	64	±2,2	±5,2
Печень	65	64	±3,9	±5,2
Вода	72	73	±3,0	±3,9
Почва	68	62	±2,6	±6,1

Приборы и посуда. Газовый хроматограф с ПФД по фосфору (типа «Цвет-164» или др.). Ротационный вакуумный испаритель для отгонки растворителей. Лампа ртутно-кварцевая. Посуда мерная. Воронки делительные вместимостью 500 и 1000 мл. Колбы: конические на 100 мл; грушевидные для отгонки растворителей. Камера хроматографическая. Пульверизатор стеклянный. Микрошприц на 10 мкл.

Ход анализа. Экстракция и очистка экстрактов. Измельченную пробу *растительного материала* (25 г) заливают 50 мл смеси ацетон – вода (5:1). Экстрагируют в течение 1 ч. Экстракцию повторяют дважды. Раствор фильтруют, фильтрат переносят в делительную воронку, добавляют 300 мл дистиллированной подкисленной HCl воды до pH 2–3 и дважды экстрагируют хостаквик хлороформом порциями по 30 мл. Объединенный органический растворитель сушат безводным сульфатом натрия, досуха упаривают на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Досуха отгоняют на воздухе. Остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона или гексана и хроматографируют.

Пробу *воды* (500 мл) помещают в делительную воронку, подкисляют 0,1 н. хлороводородной кислотой до pH 2–3, хорошо перемешивают и экстрагируют хлороформом трижды порциями по 50 мл. Пропускают экстракт через слой сульфата натрия и упаривают до объема 0,3–0,5 мл на ротационном испарителе при температуре бани не выше 40 °С. Досуха отгоняют на воздухе. Остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона или гексана и хроматографируют.

Пробу *почвы* (20 г) помещают в коническую колбу, заливают 50 мл смеси ацетон – вода (5:1). Экстрагируют в течение 1 ч. Экстракцию повторяют дважды, экстракты фильтруют, объединяют, переносят в делительную воронку, добавляют 300 мл дистиллированной воды, подкисленной хлороводородной кислотой до pH 2–3, и дважды экстрагируют хостаквик хлороформом порциями по 30 мл. Объединенный органический растворитель сушат безводным сульфатом натрия, упаривают на ротационном испарителе, досуха концентрируют на воздухе. Остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона и хроматографируют.

Пробу *биологического материала* массой 10 г (мышцы, печень, почки

и др.) измельчают и заливают 30 мл смеси ацетон – вода (5:1). Экстрагируют в течение 1 ч. Экстракцию повторяют дважды. Раствор фильтруют, фильтрат переносят в делительную воронку, добавляют 500 мл подкисленной до pH 2–3 дистиллированной воды и экстрагируют хлороформом дважды порциями по 30 мл. Объединенный органический растворитель сушат безводным сульфатом натрия, упаривают на ротационном испарителе, а затем досуха на воздухе. Остаток в колбе растворяют в 1 мл ацетона (гексана) и хроматографируют.

Идентификация и количественное определение хостаквика. При определении методом ГЖХ используют носитель хроматон N-AW с 5% SE-30. Колонка стеклянная длиной 1 м, диаметром 3 мм. Расход газа-носителя (азота) 50 мл/мин; водорода 65 ± 5 мл/мин; воздуха 120 ± 5 мл/мин. Шкала электрометра $2 \cdot 10^{-8}$ А. Температура (°С): колонки – 180, испарителя – 220. Вводимый объем 4 мкл. Линейный диапазон детектирования 0,6–50 нг. Минимально детектируемое количество 0,6 нг. Время удерживания при указанных условиях 45 с.

При определении *методом ТСХ* пробу, сконцентрированную до 0,3 мл, количественно переносят на пластинку с сорбентом. Параллельно наносят серию стандартных растворов с содержанием препарата 2; 5 и 10 мкг хостаквика. Хроматографируют первоначально в бензоле, просушивают, а затем в системе гексан – ацетон (2:1). После высушивания пластинку обрабатывают водно-ацетоновым раствором нитрата серебра и подвергают УФ-облучению в течение 30 мин. Хостаквик проявляется в виде пятен черного цвета на белом фоне (R_f 0,5 ± 0,05).

Обработка результатов анализа. При использовании *метода ГЖХ* количественное определение проводят путем сравнения рассчитываемого пика с пиком, полученным при введении известного количества стандартного вещества (при условии, что пики близки по величине и определение ведется в диапазоне линейности детектора). Количественную оценку пиков хроматограммы проводят по площади пика, рассчитывая ее как произведение высоты пика на ширину, измеренную на половине высоты. Расчет количества препарата в пробе (X, мг/кг или мг/л) ведут по формуле

$$X = \frac{C_{ст} V_2 S}{S_{ст} V_1 P},$$

где $C_{ст}$ – содержание препарата во введенном в хроматограф стандарте, нг; S – площадь пика исследуемого раствора, мм^2; $S_{ст}$ – площадь пика стандартного раствора препарата, введенного в хроматограф, мм^2; V_1 – объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл; V_2 – общий объем экстракта после упаривания, мл; P – навеска анализируемой пробы, г.

При определении *методом ТСХ* содержание хостаквика в исследуемой пробе (X, мг/кг или мг/л) вычисляют по формуле

$$X = \frac{A}{P},$$

где A – количество препарата, найденное на хроматограмме при сравнении со стандартом, мкг; P – навеска или объем пробы, г или мл.

Требования безопасности. Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсичными веществами.

gost.e-ecolog.ru