СПРАВОЧНИК

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

Том 2

gost.e-ecolog.ru

СПРАВОЧНИК

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

В ДВУХ ТОМАХ

Том **2**

МОСКВА ВО «АГРОПРОМИЗДАТ» 1992

Утверждено 08.06.87 № 4380—87

УНИФИЦИРОВАННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТКОВ ПЕСТИЦИДОВ ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В ПИЩЕВЫХ РАЦИОНАХ*

Унифицированный метод предназначен для определения пестицидов различного химического строения (ХОП, ФОП, *симм*-триазинов, производных 2,4-Д и ТХА) в пищевых рационах. Основу его составляет схема, которая позволяет проводить определение пестицидов названных групп из одной пробы (рис. 18).

В основу унифицированной схемы положены методики определения пестицидов указанных групп, утвержденные Минздравом СССР и опубликованные в сборниках «Методические указания по определению пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде».

Принцип метода. Метод основан на извлечении пестицидов различного химического строения (ХОП, ФОП, *симм*-триазинов, производных 2,4-Д и ТХА) из единой пробы трехфазной смесью растворителей (водный раствор HCl, гексан, ацетон), разделении экстракта на три равные части, в одной из которых определяют производные 2,4-Д и ТХА, во второй — ХОП и *симм*-триазины, в третьей — ФОП в соответствии с представленной схемой. Для аналитического определения используют методы ГЖХ и ТСХ.

Ход анализа. Экстракция. Доводят pH гомогенизированной смеси рациона (60 г) до pH 3 1 М водным раствором хлороводородной кислоты в стакане на 0,5 л, приливают 150 мл смеси гексан — ацетон (1 : 2), перемешивают электромешалкой 30 мин. Содержимое стакана переносят в центрифужный стакан, центрифугируют и сливают растворитель. Вместо центри-

---

* Методические указания разработаны Д. Б. Гиренко, М. А. Клисенко, М. В. Письменной, В. Д. Чмилем (ВНИИГИНТОКС).

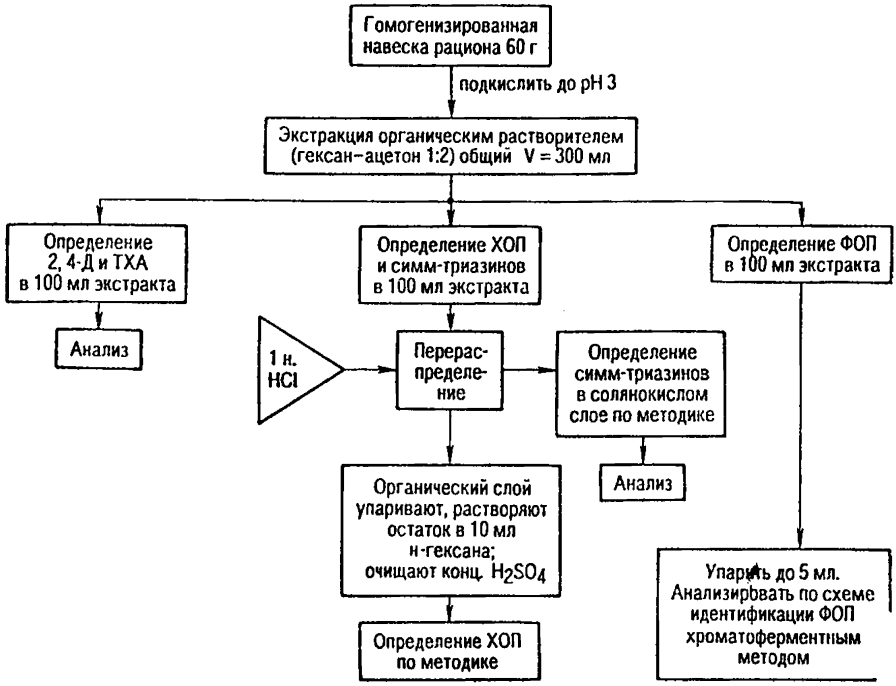

Рис. 18. Схема определения пестицидов различных групп в пищевом рационе.

фугирования можно фильтровать с отсасыванием в колбу Бунзена через плотный фильтр. Остаток промывают двумя порциями смеси гексана с ацетоном по 75 мл, каждый раз центрифугируют и объединяют. Общий объем экстракта 300 мл. Делят экстракт на три равные части, одну из которых используют для определения производных 2,4-Д и трихлорацетата натрия; вторую — для определения ХОП и триазинов; третью — для определения ФОП.

Определение 2,4-Д и ТХА. Экстракт 100 мл ($^1/_3$ часть) помещают в круглодонную колбу на 1 л, прибавляют 8 мл концентрированной соляной кислоты, упаривают ацетон и гексан на ротационном испарителе и затем выдерживают 1 ч на кипящей водяной бане с обратным холодильником.

После охлаждения содержимое колбы переносят дистиллированной водой (3·30 мл) в делительную воронку и трижды экстрагируют диэтиловым эфиром (50, 30 и 30 мл). Объединенный эфирный экстракт промывают небольшими порциями дистиллированной воды (15—20 мл) до нейтральной реакции промывных вод и затем трижды экстрагируют тремя порциями 0,5 М водного раствора бикарбоната натрия по 20 мл. Объединенный водный экстракт дважды промывают хлороформом порциями по 20 мл и 20 мл *н*-гексана, отбрасывают эти растворители, подкисляют концентрированной хлороводородной кислотой до pH 1 и экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира (50, 30 и 30 мл). Объединенный эфирный экстракт промывают дистиллированной водой (порциями по 15—20 мл) до нейтральной реакции промывных вод, упаривают растворитель на ротационном испарителе до 2 мл и затем досуха потоком сухого воздуха. Сухой остаток метилируют диметилсульфатом и определяют ТХА [1].

Для определения 2,4-Д растворяют в 2—3 мл *н*-гексана продукт метилирования и переносят этот раствор на стеклянный фильтр № 4 (d=2,5 см) с 1 г силикагеля. Промывают силикагель 15 мл *н*-гексана и элюируют метиловый эфир 2,4-Д 25 мл бензола. Бензольный элюат упаривают на ротационном испарителе до 1 мл и затем досуха потоком сухого воздуха. Сухой остаток растворяют в 1 мл *н*-гексана и определяют метиловый эфир 2,4-Д [2].

Определение ХОП и *симм*-триазинов. Экстракт 100 мл ($^1/_3$ часть) помещают в делительную воронку на 500 мл, прибавляют 50 мл 1 н. водного раствора HCl, осторожно встряхивают и дают слоям разделиться. Сливают в другую делительную воронку на 500 мл нижний водный слой, а из органического экстрагируют еще дважды по 25 мл 1 н. водным раствором HCl. Водные экстракты объединяют и определяют в этой фазе *симм*-триазины.

Органическую фазу сливают через слой безводного Na_2SO_4 в колбу для отгонки растворителей и досуха упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре бани не более 45 °С. Сухой остаток из колбы смывают 10—15 мл *н*-гексана в делительную воронку на 50 мл, чистят концентрированной серной кислотой и анализируют по методике определения ХОП в продуктах питания и объектах окружающей среды [3—5].

Водную фазу подщелачивают 200 мл 1 н. едкого натра до pH 7—8, прибавляют 15 мл насыщенного раствора хлорида натрия и 50 мл дистиллированной воды и трижды экстрагируют хлороформом порциями по 50 мл. Экстракт объединяют, высушивают над безводным сульфатом натрия и упаривают на ротационном испарителе досуха при температуре бани 50 °С Колбу смывают 1 мл смеси гексан — ацетон (1 : 1) и аликвоту вводят в хроматограф либо эфиром наносят пробу на пластинку и анализируют ТСХ. Степень определения триазинов при использовании схемы — 70—75%. Условия ГЖХ и ТСХ определения триазинов проводят по [6].

Определение ФОП. Экстракт 100 мл ($^1/_3$ часть) переносят в колбу для отгонки растворителей, фильтруя через безводный сульфат натрия. Растворитель отгоняют на вакуумном ротационном испарителе при температуре бани не более 40 °С до 0,5 мл. Экстракт переносят в мерную пробирку, ополаскивая колбу небольшими порциями ацетона. Объем в пробирке доводят ацетоном точно до 5 мл, перемешивают и анализируют хроматоферментным методом [7].

Количественную оценку и расчет результатов анализа проводят методом сравнения с идентифицированным стандартом, как описано в методике.

На втором этапе исследования вместо хроматоферментного определения (или параллельно) можно применить соответствующий метод ГЖХ или ТСХ (см. методические указания) при использовании в качестве стандарта пестицида, идентифицированного на первом этапе исследования.

В основу разработки положены:

1. Методические указания по определению трихлорацетата натрия и трихлоруксусной кислоты в воде, почве и растительном материале газожидкостной хроматографией//Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде. — М.: Колос, 1983 С. 212—214.

2. Методические указания по определению остаточных количеств 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в воде, почве, фураже, продуктах питания растительного и животного происхождения, в биологическом материале хроматографическими методами, № 2830—83 от 24.08 83.

3. Определение ДДТ, ДДЭ, ДДД, альдрина, дильдрина, гептахлора, кельтана, метоксихлора, эфирсульфоната и других ядохимикатов в воде, почве, продуктах питания, кормах и биологических средах хроматографией в тонком слое//Методы определения микроколичеств пестицидов. — М.: Колос, 1977. С. 9—17.

4. Определение альдрина, гексахлорана, гептахлора, ДДТ, ДДД, ДДЭ в воде, овощах, фруктах и биологическом материале газожидкостной хроматографией. — М.: Колос, 1977. С. 17—20.

5. Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях методом хроматографии в тонком слое. № 2142—80 от 28.01.80 (см. [1], с. 34—45).

6. Методические указания по определению остаточных количеств *симм*-триазинов в зерне, фруктах, овощах, почве, воде хроматографическими методами (см. [1], с. 215—223).

7. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов в растительных продуктах и биосубстратах энзимохроматографическим методом. № 2086—79 до 20.10.79 (см. там же с. 122—127).

gost.e-ecolog.ru