МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА СССР
ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ
БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРО-КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Справочное
издание

Под редакцией
доктора биологических наук М. А. КЛИСЕНКО

МОСКВА «КОЛОС» 1983

gost.e-ecolog.ru

ББК 44
М54
УДК 632.95.028(031)

Члены редколлегии: *Л. Г. Александрова, Д. Б. Гиренко, А. А. Калинина, К. Ф. Новикова, Т. М. Петрова, В. Н. Полякова, В. И. Федотова, Г. А. Хохолькова.*

М 54 **Методы** определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде: Справочное издание/М-во сел. хоз-ва СССР. Гос. комис. по хим. средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками; Под ред. М. А. Клисенко. — М.: Колос, 1983. — 304 с., ил.

В справочник включены официально утвержденные Министерством здравоохранения СССР методы определения остаточных количеств хлорорганических, фосфорорганических, *симм*-триазиновых, ртутьорганических и других групп пестицидов, а также биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде. Для специалистов химических лабораторий.

$\text{М } \frac{3802020000-133}{035(01)-83}$ 158—83

ББК 44
632

© Издательство «Колос», 1983

Утверждаю
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
А. И. Заиченко
22.09.1975 № 1350—75

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ В СЫРЬЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ДЕТСКИХ СУХИХ МОЛОЧНЫХ СМЕСЕЙ*

Основные компоненты детских сухих молочных смесей: растительные масла, гречневая и рисовая мука, декстрин-мальтоза могут содержать остаточные количества пестицидов и загрязнять ими продукты детского питания.

Краткая характеристика препаратов (линдан, ТХМ-3, *п, п'*-ДДЭ, *п, п'*-ДДД, *п, п'*-ДДТ) приведена ранее. ДОК хлорорганических пестицидов в молочных продуктах детского питания 0,005 мг/кг.

Методика определения хлорорганических пестицидов в растительном масле, гречневой и рисовой муке, декстрин-мальтозе газо-жидкостной хроматографией. Основные положения. Принцип метода. Метод основан на извлечении пестицидов из исследуемой пробы органическими растворителями (смесями диметилформамида и гексана для растительного масла, хлороформа и ацетона для декстрин-мальтозы, а также хлороформа для муки) с последующей очисткой на хроматографической колонке с силикагелем АСК и определением их на газовом хроматографе с детектором по захвату электронов.

Применимость метода. Метод предназначен для определения остаточных количеств линдана, ДДТ и его метаболитов, а также трихлорметафоса-3 (ТХМ-3) в сырье для производства детских сухих молочных продуктов «Малыш» и «Малютка».

Метрологическая характеристика метода. Данные о метрологической характеристике метода приведены в таблицах 7, 8, 9.

---

* Методические указания разработаны В. В. Молочниковым, В. И. Мочаловым, Л. Н. Чудаковой (ВНИИ молочной промышленности).

7. Обнаружение пестицидов в растительном масле

Пестицид	Внесено, мг/кг	Определено, мг/кг	Степень определения, %
Линдан	0,02	0,018	90,0
ТХМ-3	0,04	0,036	90,0
п, п'-ДДЭ	0,04	0,038	95,0
п, п'-ДДД	0,04	0,038	95,0
п, п'-ДДТ	0,06	0,056	93,3

Нижний предел определения в растительном масле, мг/кг: линдана — 0,001, ТХМ-3 — 0,002, *п, п'*-ДДЭ — 0,002, *п, п'*-ДДД — 0,002, *п, п'*-ДДТ — 0,003.

8. Обнаружение пестицидов в муке

Пестицид	Внесено, мг/кг	Определено, мг/кг	Степень определения, %
Линдан	0,04	0,0388	97,0
ТХМ-3	0,08	0,0780	97,5
п, п'-ДДЭ	0,08	0,0788	98,5
п, п'-ДДД	0,08	0,0762	95,2
п, п'-ДДТ	0,12	0,1140	95,0

9. Обнаружение пестицидов в мальтозе

Пестицид	Внесено, мг/кг	Определено, мг/кг	Степень определения, %
Линдан	2,00	1,92	96,1
ТХМ-3	4,00	3,81	95,2
п, п'-ДДЭ	4,00	3,94	98,5
п, п'-ДДД	4,00	3,90	97,6
п, п'-ДДТ	6,00	5,65	94,2

Нижний предел определения в муке и мальтозе, мг/кг: линдана — 0,002, ТХМ-3—0,004, *п, п'*-ДДЭ—0,004, *п, п'*-ДДД—0,004, *п, п'*-ДДТ — 0,006.

Реактивы и растворы. Хлороформ х. ч. Диметилформамид х. ч. Ацетон х. ч. Смесь бензола и гексана в соотношении 1 : 1 и 3 : 8. Насыщенный раствор хлористого натрия. Оксалат калия, 5%-ный раствор. Гексан х. ч. Стандартный раствор пестицидов в гексане (2 мг/кг линдана, 4 мг/кг ТХМ-3, *п, п'*-ДДЭ, *п, п'*-ДДД и 6 мг/кг *п, п'*-ДДТ). Все органические растворители должны быть свежеперегнанные. Твердый носитель — хроматон-N-AW DMCS с SE-30 (5%). Газ-носитель азот особой чистоты, содержание кислорода в нем допускается не более 0,003%.

Приборы и посуда. Хроматограф с детектором по захвату электронов. Микрошприц на 10 мкл. Стекловата. Хроматографическая колонка длиной 1,0 м, диаметром 3 мм. Колбы мерные на 100 мл. Делительные воронки на 150 и 250—300 мл со шлифом. Цилиндры мерные на 100 мл. Круглодонные колбы на 250—500 мл со шлифом. Ротационный вакуумный испаритель ИР-1.

Подготовка к определению связана с подготовкой хроматографической колонки. В нижнюю часть хроматографической колонки помещают стекловату, затем насыпают в нее 80 мл силикагеля АСК и уплотняют его постукиванием.

Колонку промывают 50 мл гексана, а прошедший сквозь нее растворитель отбрасывают.

В подготовленную таким образом колонку вносят полученные экстракты. После того как экстракт впитается в сорбент, пестициды элюируют 100 мл смеси бензола и гексана (1 : 1) для растительного масла и муки, а для декстрин-мальтозы — смесью в соотношении 3 : 8 порциями по 25—30 мл. После впитывания последней порции растворителя выжидают 10 мин и отжимают грушей сорбент.

Ход анализа. Экстракция и очистка экстракта из растительного масла. К 10 г масла приливают 50 мл диметилформамида (ДМФ), встряхивают в делительной воронке в течение 2—3 мин. Слой ДМФ отделяют, разбавляют 250 мл воды и экстрагируют пестициды 100 мл гексана с добавлением 10 мл насыщенного раствора NaCl. Гексановый слой отделяют в колбу для отгонки и вновь экстрагируют пестициды из слоя ДМФ, разбавленного водой, 150 мл гексана. Оба слоя объединяют, отгоняют на ИР-1 и остаток смывают.

Экстракция и очистка экстракта из гречневой и рисовой муки. К 5 г муки приливают 100 мл хлороформа и встряхивают 2—3 мин. После этого фильтруют экстракт через бумажный фильтр и отгоняют растворитель на ротационном испарителе ИР-1. Остаток растворяют в 30 мл гексана.

Экстракция и очистка экстракта из декстрин-мальтозы. Навеску мальтозы 5 г растворяют в 20 мл воды, переносят в делительную воронку, приливают 5 мл оксалата калия и 5 мл насыщенного раствора хлористого натрия, перемешивают, приливают 100 мл ацетона и энергично встряхивают 2 мин. Приливают 100 мл хлороформа и вновь встряхивают 2 мин. Затем воронку оставляют на 5 мин до полного разделения фаз. Верхнюю фазу отбрасывают, а нижнюю выливают в круглодонную колбу со шлифом емкостью 250 мл и отгоняют до полного удаления растворителей. Остаток растворяют в 30 мл гексана.

После отгонки растворителей остаток смывают 5—10 мл гексана и аликвоту вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования. Температура колонки 230°С, блока ввода пробы 270°С, детектора 250°С. Скорость газа-носителя 80 мл/мин, продувочного газа 100—120 мл/мин.

Обработка результатов анализа. Для проведения количественного анализа необходимо построить градуировочный график для каждого пестицида. Для этого в хроматограф вводится 3 мкл стандартной смеси разной концентрации, по 3 раза на каждую концентрацию. Затем строят графики зависимости величин площадей пиков от количества введенного в хроматограф пестицида. Точность калибровки проверяют не реже 2—3 раз в день.

Измерив величину площади пика (или его высоту) определяемого вещества, находят по графику количество пестицида, соответствующее этой величине. Далее определяют количество остатков пестицида (X, мг/кг), содержащееся в исследуемом продукте, по формуле:

$$X = \frac{AV_1}{V_2P},$$

где A — количество пестицида, найденное по градуировочному графику, нг; V_1 — объем раствора, из которого отбирают аликвоту, мл; V_2 — объем пробы, введенный в хроматограф, мкл; P — навеска анализируемой пробы, г.

gost.e-ecolog.ru