ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

хроматэк

Анализ хлорорганических пестицидов в пищевых продуктах

Аннотация

Для определения наиболее важных хлорорганических пестицидов в пищевых продуктах может быть использован газовый хроматограф "Хроматэк-Кристалл" с электронозахватным детектором (ЭЗД). Детектор ЭЗД демонстрирует линейность в широком диапазоне концентраций (от 0.01 до 2 мкг/см3), коэффициент корреляции для всех компонентов R2 > 0.995.

Введение

Хлорорганические пестициды (ХОП) широко использовались с 1940-х по 1980-е годы при выращивании сельскохозяйственных культур. Несмотря на то, что в настоящее время ХОП не применяют, благодаря высокой стабильности они сохраняются в почве в течение длительного времени. Большинство ХОП с 2001 г. включены в список Стокгольмской конвенции о стойких органических загрязнителей. По этой причине осуществляется строгий контроль содержания ХОП в пищевых продуктах.

Благодаря присутствию атомов хлора наиболее простым, недорогим и чувствительным методом анализа ХОП является газовая хроматография с электронозахватным детектором.

Методы анализа

1. ГОСТ 23452-2015 Молоко и молочные продукты. Методы определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов.
2. ГОСТ 30349-96 Плоды, овощи и продукты их переработки. Методы определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов.
3. ГОСТ 32122-2013 Масла растительные. Определение хлорорганических пестицидов методом газожидкостной хроматографии.
4. ГОСТ 32194-2013 Корма, комбикорма. Определение остатков хлорорганических пестицидов методом газовой хроматографии.
5. ГОСТ 32308-2013 Мясо и мясные продукты. Определение содержания хлорорганических пестицидов методом газожидкостной хроматографии.

Оборудование и материалы

- Газовый хроматограф
- Хроматэк-Кристалл
- Дозатор автоматический жидкостный ДАЖ-2М
- Колонка CR-5 (30 м × 0.25 мм × 0.25 мкм), Cat. # 6.903.652
- Детектор – ЭЗД
- Газ-носитель – азот

Режим анализа

Хроматограф		
Время анализа		30 мин
Колонка		
Давление газа-носителя		100 кПа
Деление потока		1:20
Температура колонки		
Изотерма 1:	160 °C	1 мин 5 °C/мин
Изотерма 2:	230 °C	
Испаритель		
Температура испарителя		250 °C
Детектор ЭЗД		
Расход поддувного газа		30 мл/мин
Температура детектора		300 °C

Экспериментальная часть

Исходный стандартный раствор ХОП с концентрацией 100 мкг/см^3 был приготовлен из индивидуальных веществ путем их растворения в ацетоне. Промежуточный стандартный раствор с концентрацией 1 мкг/см^3 был приготовлен из исходного раствора путем его разбавления *н*-гексаном. Рабочие стандартные растворы (2.0; 1.0; 0.5; 0.1; 0.05; 0.01 мкг/см^3) готовили из промежуточного раствора путем последовательного разбавления *н*-гексаном. Разбавление растворов осуществляли с помощью автоматического микрошприца SGE-Chromatec eVol XR (Cat. # 2.835.002).

Результаты и их обсуждение

На рисунке 1 показана хроматограмма анализа стандартного раствора ХОП (0.1 мкг/см^3).

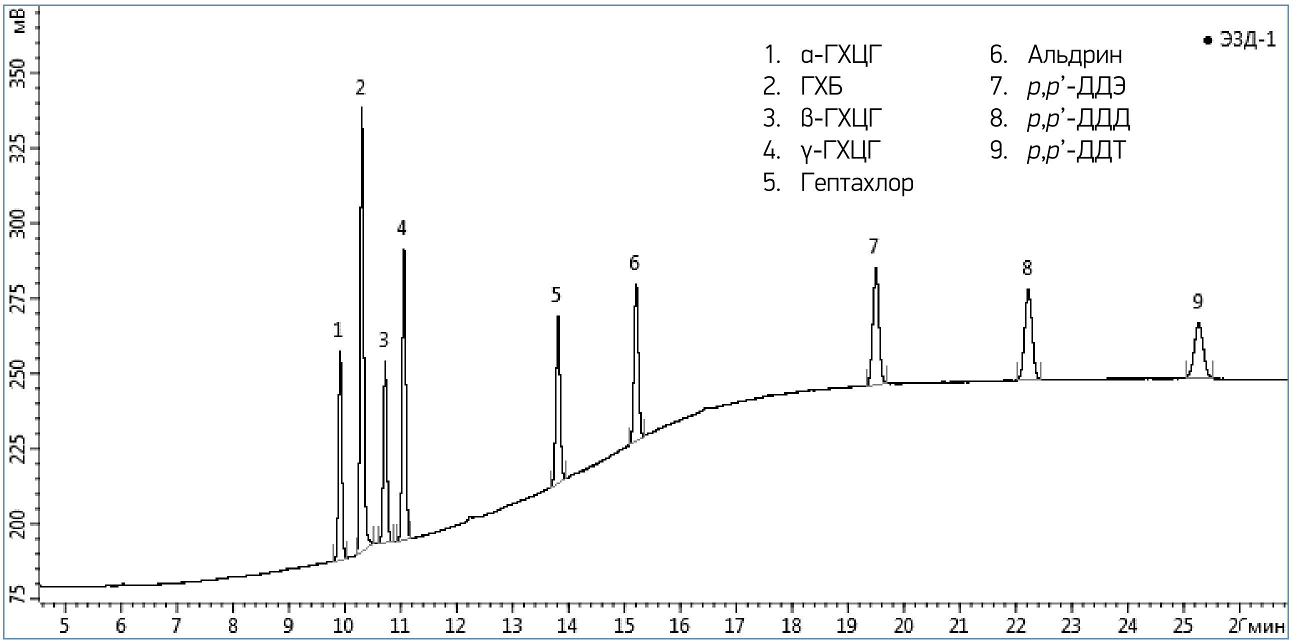

Рисунок 1 – Хроматограмма анализа стандартного раствора ХОП (0.1 мкг/см^3)

Детектор ЭЗД обладает широким линейным динамическим диапазоном и позволяет регистрировать высокие концентрации ХОП без "зашкаливания" пиков. Линейная зависимость отклика от концентрации наблюдается в диапазоне от 0.01 до 2 мкг/см^3.

Градуировочные зависимости некоторых компонентов (ГХБ и альдрин) показаны на рисунках 2 и 3. Коэффициент детерминации составляет более 0.999, коэффициент корреляции более 0.995.

Рисунок 2 – Градуировочная зависимость ГХБ

Заключение

Для определения ХОП в пищевых продуктах может быть использован газовый хроматограф "Хроматэк-Кристалл" с электронозахватным детектором. Диапазон определяемых концентраций в линейной области детектора составляет от 0.01 до 2 мкг/см^3. Коэффициент корреляции $R^2 > 0.995$.