**Государственная комиссия**

**по химическим средствам борьбы с вредителями,**

**болезнями растений и сорняками при МСХ СССР**

УТВЕРЖДЕНО

Заместителем Главного государствен­ного

санитарного врача Союза ССР.

А. И. ЗАЙЧЕНКО

**МЕТОДЫ**

**ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ**

**ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ**

**ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ**

**СРЕДЕ**

Часть VI (том I)

Данные методики апробированы и рекомендованы

в качестве офици­альных группой экспертов при

Гос­комиссии по химическим средствам борьбы с

вредителями, болезнями растений и сорняками

при МСХ СССР.

Вологда — 1974

**ГАЗО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ**

**И** Y**-ИЗОМЕРОВ ГЕКСАХЛОРЦИКЛОГЕКСАНА**

**В КОРМАХ И ПРОДУКТАХ ЖИВОТНОВОДСТВА**

**Принцип метода**

Метод основан на окислении органических веществ расти­тельного и животного происхождения серной кислотой и из­влечении гексахлорана посредством перегонки с последующей экстракцией гексаном. Определение изомеровГХЦГ произво­дится на хроматографе с детектором по захвату электронов. Полнота извлечения пестицида достигается 100%, а чувстви­тельность определения — 0,004 *мг/кг.*

**Реактивы и растворы**

Гексан, ч.д.а.

Серная кислота концентрированная (уд. вес 1,84).

Стандартный раствор технического и у-изомера

ГХЦГ в гексане 1 и 0,1 *мкг/мл.*

Носитель хромосорб W 80—100 меш. (или другой по­добный носитель: целит 545, хромотой N).

Неподвижная фаза — метилсилоксан SE-30 (5%) или дру­гая подобная кремнийорганическая фаза.

**Приборы и посуда**

Газовый хроматограф «Цвет-5» или другой с детектором по захвату электронов.

Колонка стеклянная длиной 1 *м X* 3 *мм.*

Микрошприц.

Прибор для перегонки, состоящий из делительной ворон­ки объемом 250 *мл,* холодильника длиной 25—30 *см* и колбы емкостью 1 л.

Мерные колбы емкостью 50 *мл.*

Фарфоровые чашки для выпаривания на 50—100 *мл.*

Измельчитель тканей или мясорубка.

Баня водяная электрическая.

Пипетки емкостью 1, 2, 10 и 25 *мл.*

Пипетка-клювик емкостью 10—20 *мл.*

Бюксы стеклянные объемом 8—10 *мл.*

**Ход определения**

Извлечение препарата из пробы

25 *г* мяса, сена, комбикорма или 25 *г* молока помещают в круглодонную колбу емкостью 1 л. С помощью пипетки в колбу вносят 20 *мл* концентрированной серной кислоты, об­мывая ее стенки холодной водой. Содержимое колбы переме­шивают и оставляют на 10 минут, добавляют 20 *мл* гекеана и 100 *мл* холодной воды. Колбу присоединяют к холодильни­ку посредством шлифа и нагревают до кипения. Дистиллят собирают в делительную воронку емкостью 250 *мл* до тех пор пока объем дистиллята не достигнет 70—75 *мл.* Водную фазу сливают во вторую делительную воронку, а органическую (гексановую) — в мерную колбу на 50 *мл.* Соединительные трубки и холодильник трижды промывают тремя *мл* гекеана, который присоединяют к первоначальному экстракту. Из вод­ной фазы дистиллята ГХЦГ трижды экстрагируют гексаном (порциями по 5—7 *мл),* сливая его в ту же мерную колбу. Объем экстракта доводят до 50 *мл* гексаном, хорошо переме­шивают и исследуют на газовом хроматографе. Если ГХЦГ не обнаруживается, проводят упаривание экстракта на водяной бане при температуре 35°. В конце упаривания чашку слегка покачивают для более быстрого удаления растворителя. Остаток растворяют в 0,5—1 *мл* гекеана, а в испаритель вво­дят 2—5 *мкл* экстракта.

Условия хроматографирования для хроматографа марки «Цвет-5»

Скорость протяжки ленты самописца 10 *мм/мин,* рабочая шкала электрометра 1 • 10-10 а. Длина стеклянной колонки 1,0 *м,* внутренний диаметр 3 *мм.*

Наполнение колонки — хромосорб W 80—100 меш., по­крытый метилсилоксаном SE-30 (5%).

Температурные режимы: испарителя — 220°, колонок — 190°, детектора — 220°.

Скорость азота через колонку 60 *мл/мин.*

В испаритель вводят 2—5 *мкл* рабочего раствора пестици­да в гексане или экстракта. Время удерживания а-изомера ГХЦГ 1 мин. 10 сек., а у-изомара — 1 мин. 40 сек.

Количественное определение проводят методом сравнения высоты или площади пика исследуемого вещества из экстрак­та и стандартного раствора (формула расчета стр. 28). Мини­мально детектируемое количество 0,05 *нг.* Линейность детек­тирования соблюдается в пределах 0,05 *нг —* 1 *нг.*