

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ В РЫБЕ И РЫБНОЙ ПРОДУКЦИИ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Мелихова Е.В.⁽¹⁾, Бородина М.Б.⁽²⁾

⁽¹⁾ Липецкий государственный технический университет
398055, г. Липецк, ул. Московская, д.30

⁽²⁾ Липецкая областная ветеринарная лаборатория
398002, г. Липецк, ул. Гагарина, д.60

В России остаточные содержания хлорорганических пестицидов в пищевых продуктах с большим содержанием жира определяются согласно ГОСТ EN 1528-1-2014, однако новые технологии и разработки в аналитическом приборостроении требуют оптимизации существующих методик. Цель работы – оптимизировать условия совместного определения α -гексахлорциклогексана (α -ГХЦГ) и дихлордифенилтрихлорэтан (ДДТ) в рыбе и рыбной продукции методом газожидкостной хроматографии на хроматографе Хроматэк-Кристалл 5000, колонке RTX-5 с неподвижной жидкой фазой фенил- (5 %) и метилполисилоксан (95 %), скорость газа-носителя (азот) – 20 мл/мин. В работе изучены два градиентных режима элюирования аналита: 1) 200 °С – 2 мин, 200 – 250 °С (5 °С/мин), 250 – 10 мин, 250 – 280 °С (20 °С/мин), 280 °С – 10 мин; 2) 180 °С – 1 мин, 180 – 210 °С (10 °С/мин), 210 – 250 (20 °С/мин), 250 °С – 10 мин. Сравнительный анализ рассчитанных хроматографических характеристик позволил выбрать для анализа реального объекта условия первого варианта градиентного режима. Метрологические характеристики газохроматографического определения стандартных растворов аналитов в диапазоне 0,01 – 5 мкг/мл приведены в таблице.

Метрологические характеристики разработанной методики

Аналит	Градуировочный график	Предел обнаружения, мкг/мл	R^2	Sr
α -ГХЦГ	$y = 2258,7x - 100,75$	0,004	0,999	0,01
ДДТ	$y = 1036,3x - 15,39$	0,007	0,999	0,01

Предложена схема пробоподготовки образца жира рыбы хек (Россия), включающая двухстадийное экстрагирование смесью петролейного эфира с ацетонитрилом (1 : 2) с промежуточным этапом применения высаливателя (NaCl) и конечное концентрирование с помощью концентратора Кудерна – Даниша (Россия). Предварительно на стандартных растворах аналитов определены степени извлечения α -ГХЦГ и ДДТ, они составили 71 и 85 % соответственно. Для нивелирования влияния матрицы анализ реального объекта проводили методом добавок. Рассчитанные значения пестицидов в исследуемом образце с учетом степени извлечения показали превышение предельно-допустимой концентрации для ДДТ в 4 раза и в 3 раза для α -ГХЦГ.