

ГОСТ 23452—79

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

---

# МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2009

**МОЛОКО И МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ****Методы определения остаточных количеств  
хлорорганических пестицидов****ГОСТ  
23452—79**Milk and milk products. Methods for determination  
of the chloreorganike pesticides esiduesМКС 67.100.10  
ОКСТУ 9209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30 января 1974 г. № 332 дата введения установлена

**с 01.01.80**

Постановлением Госстандарта от 29.12.91 № 2396 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт распространяется на молоко и молочные продукты и устанавливает методы определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов (4,4'-ДДТ; 4,4'-ДДЭ; 4,4'-ДДД,  $\alpha$  и  $\gamma$ -изомеры ГХЦГ и ГЕПТАХЛОР) методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии.

**1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ**

1.1. Метод отбора проб молока и молочных продуктов и подготовка их к испытаниям — по ГОСТ 3622—68, ГОСТ 26809—86 и ГОСТ 13928—84.

**2. МЕТОД ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ****2.1. Сущность метода**

Метод основан на выделении хлорорганических пестицидов из молока и молочных продуктов, очистке экстрактов и определении их на стеклянных пластинках, покрытых слоем адсорбента, разгонке хроматограммы в подвижном растворителе и проявлении хроматограммы азотнокислым серебром.

Минимальная концентрация остаточных количеств хлорорганических пестицидов, определяемая указанным методом, составляет 0,05 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) с абсолютной суммарной погрешностью 0,017 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

**2.2. Аппаратура и реактивы**

Пластинки стеклянные для хроматографии размером 90×120, 130×180 мм или фотопластинки.

Пульверизаторы стеклянные.

Камера для хроматографирования — стеклянный сосуд с притертой крышкой.

Микропипетки по ГОСТ 29169—91.

Лампа ртутно-кварцевая ПРК.

Баня водяная с терморегулятором, позволяющая поддерживать температуру (45±2) °С.

Часы.

Весы лабораторные 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88\*.

Сушильный шкаф с терморегулятором, позволяющий поддерживать температуру (130±5) °С, (160±5) °С.

Прибор для отгонки растворителей (ИР-1, ИР-10, УОР-М).

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336—82.

\* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

Термометр стеклянный жидкостный (не ртутный) с пределом измерения от 0 до 100 °С с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498—90.

Груша резиновая.

Колбы мерные исполнения 2, номинальной вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74.

Стаканы типа В или Н исполнения 1 или 2, номинальной вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные исполнения 1, номинальной вместимостью 50, 100, 250 и 1000 см<sup>3</sup>.

Воронки типа ВД, исполнения 1 или 2, номинальной вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82.

Пробирки исполнения 2, номинальной вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup>, с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74.

Колбы типа К исполнения 1 со взаимозаменяемыми конусами, номинальной вместимостью 250 и 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82.

Колонки хроматографические размером 18×390 см<sup>3</sup>.

Ступка по ГОСТ 9147—80.

Пипетки исполнения 6 или 7, 1-го класса точности, номинальной вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169—91.

*n*-Гексан, ч. д. а. по нормативно-технической документации.

Хлороформ по ГОСТ 20015—88, х. ч.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, х. ч.

Калий щавелевокислый по ГОСТ 5868—78, ч. д. а., раствор с массовой долей щавелевокислого калия 50 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, насыщенный водный раствор.

Насыщенный раствор безводного сульфата натрия в серной кислоте плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> (100 г безводного сульфата натрия растворяют в 1 дм<sup>3</sup> серной кислоты).

Бензол по ГОСТ 5955—75, х. ч.

Силикагель АСК по ГОСТ 3956—76.

Силикагель КСК по ГОСТ 3956—76.

Эфир диэтиловый для наркоза по Госфармакопее, том IX.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459—75.

Оксид алюминия для хроматографии по нормативно-технической документации.

$\alpha$  и  $\gamma$ -изомеры ГХЦГ.

4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДЭ, 4,4'-ДДД- и ГЕПТАХЛОР по нормативно-технической документации.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Вода питьевая по ГОСТ 2874—82\*.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67\*\*.

Кальций сернокислый 2-водный (CaSO<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O) по НТД ч. д. а. (гипс).

Эфир петролейный с температурой кипения (50±10) °С по нормативно-технической документации.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

2.1; 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

### 2.3. Подготовка к анализу

#### 2.3.1. Приготовление проявляющего реактива

В стакан вместимостью 150 см<sup>3</sup> отвешивают 0,5 г азотнокислого серебра, растворяют в 5 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, приливают 7 см<sup>3</sup> водного аммиака и доводят объем раствора ацетоном до 100 см<sup>3</sup>. Готовят проявляющий реактив в день употребления. На пластинку размером 90×120 мм расходуются 8—10 см<sup>3</sup> реактива, а на пластинку 130×180 мм — 12—15 см<sup>3</sup> реактива.

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

\*\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

2.3.2. Подготовка стеклянных пластинок

Стеклянную пластинку тщательно промывают водой, хромовой смесью, дистиллированной водой, высушивают, протирают этиловым спиртом или эфиром и покрывают сорбционной массой.

2.3.3. Подготовка силикагеля

Силикагель заливают соляной кислотой, разведенной водой 1:1, и оставляют на 18—20 ч. Кислоту сливают, силикагель промывают водой и кипятят в течение 2—3 ч с разбавленной азотной кислотой (1:1). Обработанный силикагель промывают проточной водопроводной водой, а затем дистиллированной до нейтральной реакции промывных вод и сушат в сушильном шкафу при температуре  $(130 \pm 5)^\circ\text{C}$  в течение 4—5 ч. Дробят и просеивают через сито 100 меш (1600 отверстий на  $1\text{ см}^2$ ). Подготовленный силикагель хранят в склянке с притертой пробкой.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.4. Подготовка гипса

Гипс ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) прокаливают в сушильном шкафу при температуре  $(160 \pm 5)^\circ\text{C}$  в течение 6 ч. Растирают в фарфоровой ступке и просеивают через сито 100 меш.

2.3.5. Приготовление сорбционной массы на 10 пластинок размером  $130 \times 180$  мм.

2.3.5.1. Силикагель с гипсом

40 г силикагеля и 2 г гипса растирают в фарфоровой ступке, прибавляют  $90\text{ см}^3$  дистиллированной воды порциями по  $8\text{—}10\text{ см}^3$  и размешивают до образования однородной массы.

2.3.5.2. Окись алюминия с гипсом

50 г окиси алюминия, просеянной через сито 100 меш, 5 г кальция сернокислого (гипса) тщательно смешивают в фарфоровой ступке, переносят в колбу, прибавляют  $75\text{ см}^3$  дистиллированной воды и встряхивают до образования однородной массы.

2.3.6. На подготовленную по п. 2.3.2 стеклянную пластинку наносят 20 г сорбционной массы, приготовленной по п. 2.3.5, и равномерно распределяют по поверхности. Сушат на ровном столе 10—12 ч и хранят в эксикаторе без доступа света.

2.3.7. Подготовка стандартных растворов пестицидов (4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДД, 4,4'-ДДЭ,  $\alpha$  и  $\gamma$ -изомеры ГХЦГ и ГЕПТАХЛОРА).

Стандартный раствор пестицидов в гексане готовят следующей массовой концентрации:  $0,2\text{ мкг/см}^3$  ГХЦГ,  $0,5\text{ мкг/см}^3$  гептахлора,  $0,4\text{ мкг/см}^3$  4,4'-ДДЭ,  $0,5\text{ мкг/см}^3$  4,4'-ДДД и  $0,5\text{ мкг/см}^3$  4,4'-ДДТ. Растворы хранят в сосуде с притертой пробкой при температуре  $(10 \pm 3)^\circ\text{C}$ , не более 1 мес со дня приготовления.

2.3.6; 2.3.7. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3.8. Приготовление насыщенного раствора хлористого натрия

К  $1\text{ дм}^3$  дистиллированной воды добавляют хлористый натрий до тех пор, пока кристаллы хлористого натрия при комнатной температуре не перестанут растворяться. Хранят насыщенный раствор в склянке с пробкой при комнатной температуре.

2.3.9. Приготовление раствора щавелевокислого калия

50 г щавелевокислого калия растворяют в  $950\text{ см}^3$  дистиллированной воды. Хранят в склянке с пробкой при комнатной температуре.

2.3.10. Экстракция хлорорганических пестицидов (4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДД, 4,4'-ДДЭ,  $\alpha$  и  $\gamma$ -ГХЦГ и ГЕПТАХЛОРА).

2.3.10.1. Молоко, кефир, кумыс, простокваша и другие кисломолочные напитки

Первый способ:  $25\text{ см}^3$  продукта помещают в делительную воронку вместимостью 250 или  $300\text{ см}^3$ . Приливают  $5\text{ см}^3$  водного раствора щавелевокислого калия и  $5\text{ см}^3$  насыщенного раствора хлористого натрия, перемешивают, приливают  $100\text{ см}^3$  ацетона и энергично встряхивают в течение 2 мин. Приливают  $100\text{ см}^3$  хлороформа и вновь встряхивают 2 мин, после чего воронку оставляют на 5 мин до полного разделения слоев. Нижнюю фазу выливают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью  $500\text{ см}^3$  и испаряют на приборе для отгонки растворителей досуха, а верхнюю фазу отбрасывают. Экстракт смывают со стенок колбы  $30\text{ см}^3$  *n*-гексана.

Второй способ: к  $50\text{ см}^3$  продукта прибавляют концентрированную серную кислоту  $30\text{—}40\text{ см}^3$  до полного почернения пробы. Охлажденный до  $(13 \pm 2)^\circ\text{C}$  раствор переносят в делительную воронку и экстрагируют *n*-гексаном два раза порциями по  $25\text{ см}^3$ . Для полного извлечения воронку встряхивают 2 мин, затем оставляют ее на несколько минут до полного разделения слоев. Если образуется эмульсия,

прибавляют 1—2 см<sup>3</sup> этилового спирта. К объединенным экстрактам в делительной воронке прибавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, насыщенной сульфатом натрия, и осторожно встряхивают несколько раз. Очистку повторяют до получения бесцветной кислоты.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

#### 2.3.10.2. Сгущенное молоко, сливки 10—20%-ной жирности

10 г продукта перемешивают с 10 см<sup>3</sup> насыщенного раствора хлористого натрия в химическом стакане вместимостью 50 см<sup>3</sup> и выливают в делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup>. К смеси приливают 40 см<sup>3</sup> ацетона и энергично встряхивают в течение 2 мин, затем приливают 50 см<sup>3</sup> хлороформа, встряхивают и оставляют до разделения слоев. Далее — по п. 2.3.10.1.

#### 2.3.10.3. Сливки 30—40%-ной жирности, сметана, сухое молоко

5 г продукта помещают в делительную воронку вместимостью 150 см<sup>3</sup>, приливают 10 см<sup>3</sup> насыщенного раствора хлористого натрия, 40 см<sup>3</sup> ацетона и энергично встряхивают 2 мин. Добавляют 70 см<sup>3</sup> хлороформа, смесь встряхивают и оставляют до разделения слоев. Далее — по п. 2.3.10.1.

#### 2.3.10.4. Масло, молочный жир

Первый способ: 20 г продукта при определении методом тонкослойной хроматографии или 5 г — при определении методом газожидкостной хроматографии помещают в стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup>, подогревают до температуры (40±2) °С и растворяют в 30 см<sup>3</sup> *n*-гексана.

Второй способ: навеску масла 20 г растапливают на водяной бане в круглодонной колбе, прибавляют 50 см<sup>3</sup> ацетона, тщательно перемешивают до растворения жира, прибавляют 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и охлаждают на льду до затвердения жира (примерно 30 мин), сливают ацетоновый экстракт и процедуру повторяют три раза. Из объединенных экстрактов в круглодонной колбе ацетон отгоняют на водяной бане. Пестициды экстрагируют из оставшегося водного экстракта *n*-гексаном тремя порциями по 10 см<sup>3</sup> в течение 5 мин. Объединенные экстракты в делительной воронке обрабатывают серной кислотой с серноокислым натрием. Очищенный экстракт сушат и упаривают досуха.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

#### 2.3.10.5. Творог, сыр

10 г творога или измельченного сыра растирают с 10 см<sup>3</sup> насыщенного раствора хлористого натрия и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Приливают 80 см<sup>3</sup> ацетона, встряхивают 2 мин, прибавляют 100 см<sup>3</sup> хлороформа и вновь встряхивают. После разделения слоев поступают согласно п. 2.3.10.1.

### 2.3.11. О ч и с т к а э к с т р а к т о в

#### 2.3.11.1. Очистка на хроматографической колонке с силикагелем АСК

Для подготовки колонки в нижнюю часть бюретки помещают стекловату, насыпают 70 см<sup>3</sup> силикагеля АСК, уплотняют его постукиванием и промывают 50 см<sup>3</sup> *n*-гексана. На подготовленную колонку наносят 30 см<sup>3</sup> экстракта, полученного в соответствии с п. 2.3.10. После того, как экстракт впитается в сорбент, пестициды вымывают 110 см<sup>3</sup> смеси бензол-*n*-гексан (в соотношении 3:8) порциями по 25—30 см<sup>3</sup>. Прошедший через колонку растворитель собирают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 250—300 см<sup>3</sup>. После впитывания последней порции растворителя сорбент отжимают с помощью резиновой груши.

Содержимое колбы упаривают досуха на приборе для отгонки растворителей (температура водяной бани 40—45 °С) и очищенный экстракт смывают со стенок колбы 5 см<sup>3</sup> *n*-гексана.

#### 2.3.11.2. Очистка серной кислотой

Экстракт, полученный в соответствии с п. 2.3.10, переносят в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> серной кислоты, насыщенной безводным серноокислым натрием, и осторожно встряхивают. Отделяют нижний слой и повторяют обработку до тех пор, пока кислота не станет бесцветной.

Гексановый экстракт промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод, а затем сушат безводным сульфатом натрия. Растворитель отгоняют до объема 0,1—0,2 см<sup>3</sup>.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 2.4. Проведение анализа

2.4.1. 5 см<sup>3</sup> очищенного экстракта, полученного по п. 2.3.11, из колбы переносят в градуированную пробирку и выпаривают на водяной бане при температуре (50±2) °С до объема 0,2 см<sup>3</sup>. Этот объем при помощи микропипетки наносят на стеклянную пластинку со слоем сорбента, подготовленную по п. 2.3.6, на расстоянии 15 мм от края в одну точку так, чтобы диаметр пятна (след от нанесения раствора) не превышал 10 мм. Колбу ополаскивают 5 см<sup>3</sup> диэтилового эфира, который переносят в ту

же градуированную пробирку, упаривают до объема 0,2 см<sup>3</sup> на водяной бане при температуре 35—40°С и наносят его в центр первого пятна. Справа и слева от места нанесения пробы на расстоянии 20 мм наносят стандартные растворы смеси пестицидов, приготовленные по п. 2.3.7, содержащие 1,0 или 10,0 мкг препарата. Для этого стандартный раствор разбавляют в 10—100 раз.

2.4.2. Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, на дно которой за 30 мин до начала хроматографирования наливают подвижный растворитель—*n*-гексан. Край пластинки с нанесенными растворами может быть погружен в подвижный растворитель не более чем на 5 мм. После того, как фронт растворителя поднимается на 100 мм, пластинку вынимают из камеры и оставляют на 2—3 мин для испарения растворителя. Пластинку опрыскивают из пульверизатора проявляющим реактивом, приготовленным по п. 2.3.1, и облучают 10—15 мин ультрафиолетовым светом, держа пластинку на расстоянии 200 мм от ртутно-кварцевой лампы ПРК-4. При наличии хлорорганических пестицидов на пластинке появляются пятна серо-черного цвета.

### 2.5. Обработка результатов

Количественное определение пестицидов производят сравнением размера пятна пробы с размером пятна стандартного раствора. Сравнение размеров пятен производят визуально или измерением их площадей. При расчете содержания пестицида в пробе предполагают, что между количеством препарата в пробе и площадью его пятна на пластинках существует прямая зависимость. Эта зависимость соблюдается лишь при содержании пестицидов до 10 мкг в пробе.

Массовую долю ( $X$ ) в мг/кг или массовую концентрацию ( $X_1$ ) в мг/дм<sup>3</sup> пестицидов в пробе вычисляют по формулам:

$$X = \frac{A}{m} \text{ или } X = \frac{A_1 \cdot S_2}{m \cdot S_1};$$

$$X_1 = \frac{A}{V} \text{ или } X_1 = \frac{A_1 \cdot S_2}{V \cdot S_1};$$

где  $A$  — масса пестицидов, определенная визуальным сравнением со стандартным раствором, мкг;

$A_1$  — масса пестицидов в стандартном растворе, мг;

$S_2$  — площадь пятна исследуемой пробы, мм<sup>2</sup>;

$m$  — масса исследуемой пробы, г;

$V$  — объем исследуемой пробы, дм<sup>3</sup>;

$S_1$  — площадь пятна стандартного раствора, мм<sup>2</sup>.

Вычисление производят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми по абсолютной величине не должны превышать 20% по отношению к среднеарифметическому. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 3. МЕТОД ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

### 3.1. Сущность метода

Сущность метода заключается в выделении хлорорганических пестицидов, очистке их и определении на газожидкостном хроматографе, снабженном детектором по захвату электронов, с использованием неполярной силиконовой фазы и газа-носителя — азота, аргона.

Метод предназначен для количественного определения хлорорганических пестицидов и применяется при разногласиях в оценке качества молока и молочных продуктов.

Минимальная концентрация остаточных количеств хлорорганических пестицидов, определяемая указанным методом, для 4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДД, 4,4'-ДДЭ составляет 0,005 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) с абсолютной суммарной погрешностью 0,0025 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) при доверительной вероятности  $P=0,95$ , для  $\alpha$  и  $\gamma$ -изомеров ГХЦГ — 0,008 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) с абсолютной суммарной погрешностью 0,004 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>), для ГЕПТАХЛОРА — 0,005 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) с абсолютной суммарной погрешностью 0,0025 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>).

**3.2. Аппаратура и реактивы**

Хроматограф газожидкостный, оборудованный детектором по захвату электронов.

Колонки газохроматографические по НТД, длиной 1800 мм, внутренним диаметром 3 мм.

Микрошприц на 10 мм<sup>3</sup> марки МШ-1 или другой модификации.

Баня водяная с термообогревом, обеспечивающая нагрев до температуры 45 °С.

Фаза неподвижная — жидкость кремнийорганическая ПФМС-4 по ГОСТ 15866—70 SE-30, SE-301, ДС-550, СКТФТ-50, ОУ-17, СЕ-ХЕ-60 или другие аналогичные фазы.

Твердый носитель — хроматон NaW. Целит-545, хромосорб W.

Прибор для отгонки растворителей (ИР-1, ИР-10, УОР-М и т. п.).

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336—82.

Термометр технический стеклянный с пределом измерения 0—150 °С по ТУ 3—3.2123—88.

Груша резиновая.

Колбы мерные исполнения 2, номинальной вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 2-го класса точности по ГОСТ 1770—74.

Стаканы стеклянные лабораторные типа В или Н, исполнения 1 или 2, номинальной вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82.

Цилиндры мерные исполнения 1, номинальной вместимостью 50, 100 и 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74.

Воронки делительные по ГОСТ 1770—74 номинальной вместимостью 150, 200 и 500 см<sup>3</sup>.

Колбы типа К, исполнения 1, со взаимозаменяемыми конусами, номинальной вместимостью 250 или 500 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82.

Пипетки исполнения 2, 1-го класса точности, номинальной вместимостью 5 и 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29169—91.

Колонки хроматографические размером 18×390 мм.

Стекловата.

Реактивы — по п. 2.2.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

**3.3. Подготовка к анализу**

3.3.1. Подготовка стандартных растворов пестицидов (4,4'-ДДТ, 4,4'-ДДЭ, 4,4'-ДДД,  $\alpha$  и  $\gamma$ -ГХЦГ и ГЕПТАХЛОР) — по п. 2.3.7.

3.3.2. Приготовление насыщенного раствора хлористого натрия — по п. 2.3.8.

3.3.3. Приготовление раствора шавелевокислого калия — по п. 2.3.9.

3.3.4. Подготовка газохроматографической колонки.

Газохроматографическую колонку заполняют сорбентом и присоединяют к прибору, не присоединяя к детектору. Кондиционирование колонки проводят в течение четырех дней, постепенно (в течение 6 ч) повышая температуру от 50 до 220 °С (5% ПФМС-4, нанесенного на хроматон NaW) и присоединяют к прибору.

3.3.5. *Температурные режимы хроматографа*

Температура испарителя (220±10) °С, колонок — (190±5) °С, детектора — (210±20) °С.

3.3.6. Скорость подачи газа-носителя — (60—75) мм<sup>3</sup>/мин.

3.3.4—3.3.6. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3.7. Рабочая шкала электрометра 1.10<sup>-10</sup> а/шкалу.

3.4. Экстракция пестицидов — по п. 2.3.10.

3.5. Очистка экстрактов — по п. 2.3.11.

**3.6. Проведение анализа**

После подготовки хроматографа к работе — по пп. 3.3.4—3.3.7 в испаритель вводят микрошприцем 2—5 мм<sup>3</sup> стандартного раствора пестицидов, приготовленного по п. 2.3.7 или очищенного экстракта, приготовленного по п. 2.3.11 в зависимости от концентрации пестицидов в исследуемой пробе. Высота пиков в пробе должна быть в пределах высоты пиков пестицидов, содержащихся в 2 и 5 мм стандартных растворов.

**3.7. Обработка результатов**

Наличие пестицидов регистрируется самописцем прибора в виде ряда пиков с различным временем удерживания. Идентификацию пиков, полученных из очищенных экстрактов, проводят сравнением времен их удерживания с временами удерживания пиков, полученных из стандартного раствора пестицидов.

## С. 7 ГОСТ 23452—79

Массовую долю  $X_2$  мг/кг или массовую концентрацию  $X_3$  мг/дм<sup>3</sup>, пестицидов в пробе вычисляют по формулам:

$$X_2 = \frac{A \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot m} \text{ или } X_2 = \frac{A \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot m};$$

$$X_3 = \frac{A \cdot S_2 \cdot V_2}{S_1 \cdot V_1 \cdot V_3} \text{ или } X_3 = \frac{A \cdot H_2 \cdot V_2}{H_1 \cdot V_1 \cdot V_3};$$

где  $A$  — масса пестицидов в стандартном растворе, введенном в хроматограф;

$S_2$  или  $H_2$  — площадь или высота пика в исследуемой пробе, мм<sup>2</sup> или мм;

$V_2$  — общий объем экстракта после упаривания, см<sup>3</sup>;

$S_1$  или  $H_1$  — площадь или высота пика стандартного раствора пестицидов, введенных в хроматограф, мм<sup>2</sup> или мм;

$V_1$  — объем пробы, введенной в хроматограф, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса исследуемой пробы, г;

$V_3$  — объем исследуемой пробы, дм<sup>3</sup>.

Вычисление производят до четвертого десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми по абсолютной величине не должны превышать 10 % по отношению к среднеарифметическому. Окончательный результат округляют до третьего десятичного знака.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**