



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **120257** (13) **U**
(51) МПК (2017.01)
G01N 1/00
G01N 30/00

МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2017 04407	(72) Винахідник(и): Касянчук Вікторія Вікторівна (UA), Фодченко Ірина Андріївна (UA), Бергілевич Олександра Миколаївна (UA), Скрипка Галина Андріївна (UA)
(22) Дата подання заявки: 03.05.2017	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.10.2017	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.10.2017, Бюл.№ 20	(73) Власник(и): СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ, вул. Римського-Корсакова, 2, м. Суми, 40007 (UA)

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ХЛОРООРГАНІЧНИХ ПЕСТИЦИДІВ В ДВОСТУЛКОВИХ МОЛЮСКАХ (ЧОРНОМОРСЬКИХ МІДІЯХ)

(57) Реферат:

Спосіб визначення хлорорганічних пестицидів в двостулкових моллюсках (чорноморських мідіях) включає підготовку проби для дослідження, екстрагування хлорорганічних пестицидів з наступним випаровуванням та очищенням отриманого екстракту. Пробу для дослідження готують шляхом гомогенізації з сульфатом натрію наважки із їстівної частини моллюска у кількості 15 г до крихтоподібної маси. Екстрагування хлорорганічних пестицидів проводять гексаном протягом 30 хвилин на приладі для струшування двома послідовними порціями в кількості 100см³ та 50 см³ відповідно. Випаровування отриманого екстракту проводять на ротаційному випарнику при температурі 40 °С під низьким тиском до об'єму 5 см³ з додаванням декану у кількості 50 мкл. Для очищення гексанового екстракту проводять хроматографію на патроні для твердофазної екстракції з багат шаровим сорбентом, для чого в пустий патрон засипають безводневий сульфат натрію висотою 2 см, силікагель висотою 5 см і шар безводневого сульфату натрію висотою 3 см, на який наносять гексановий екстракт. При необхідності додаткового очищення гексанового екстракту повторно проводять його випаровування на ротаційному випарнику при температурі 40 °С під низьким тиском, де повторне випаровування гексанового екстракту здійснюють до об'єму 2 см³, отриманий після додаткового очищення екстракт використовують для хроматографічного аналізу.

UA 120257 U

Корисна модель належить до ветеринарно-санітарної експертизи харчових продуктів, зокрема до лабораторних методів визначення хлорорганічних пестицидів при хіміко-токсикологічних дослідженнях харчових продуктів. Може бути використана у методиках щодо визначення хлорорганічних пестицидів в двостулкових молюсках(мідіях) живих та варено-морожених, з метою виявлення шляхів потрапляння цих небезпечних забруднюючих хімічних речовин до двостулкових молюсків (мідій). Корисна модель може бути використана в лабораторіях ветеринарної медицини для проведення хіміко-токсикологічних досліджень, для встановлення вимог токсикологічної безпечності та розробки відповідних коригуючих заходів на покращення вищезазначених показників.

Корисна модель належить до способу визначення хлорорганічних пестицидів в двостулкових молюсках (мідіях) методом газової хроматографії.

Особливу увагу приділяють визначенню таких хлорорганічних пестицидів як: гексахлорциклогексан та його ізомери (α, β, γ ГХЦГ); ДДТ та його метаболіти (ДДД, ДДЕ), альдрин, гептахлор, внаслідок того, що ці особливо токсичні пестициди широко використовувалися в минулому, на сьогоднішній день спостерігається їх надмірне накопичення у довкіллі, що веде до потрапляння їх у продукти харчування.

Аналогом способу є спосіб, зазначений у ДСТУ EN 1528-1-2002, ДСТУ EN 1528-2:1996, ДСТУ EN 1528-3:1996, ДСТУ EN 1528-4:1996 [1-4], принцип якого полягає в тому, що після відповідної екстракції пестицидів з проби сумішшю розчинників: гексан/ацетон, очистки екстракту за допомогою хроматографічної колонки заповненої Florisil та сульфатом натрію, елюючи пестициди сумішшю розчинників: гексан/діетиловий ефір, елюати концентрують для визначення методом газової хроматографії.

Недоліком зазначеного способу є використання великого об'єму реактивів, серед яких є нафтовий бензин, який відносять до легкозаймистих речовин, а собівартість реактивів практично у два рази більше, ніж гексану. Крім того, метод не призначений для визначення хлорорганічних пестицидів в двостулкових молюсках; при відборі проб для дослідження необхідно набрати наважку в кількості 100 г для риби, не вказана кількість наважки для двостулкових молюсків; колонка з сорбентом промивається нафтовим бензином; випаровування екстракту досуха перед очисткою.

Прототипом до заявленого способу є спосіб для визначення хлорорганічних пестицидів та поліхлорованих біфенілів методом газорідної хроматографії в рибі, інших водних живих ресурсах та харчовій продукції з них[5]. Суть даного способу полягає в гомогенізації досліджуваної проби натрієм сірчаноокислим з подальшим екстрагуванням гексаном, та очищення на колонці з силікагелем. Хлорорганічні пестициди елюють сумішами бензол/петролейний ефір. Елюати концентрують для визначення методом газової хроматографії.

Недоліком даного способу є те, що він охоплює не всі хлорорганічні пестициди (α, β, γ ГХЦГ, п.п ДДТ, п.п ДДЕ, п.п ДДД та гептахлор); довготривалість процедури - екстракт залишають на 12 год.; екстракт з проби, випарюють досуха, внаслідок чого виникають великі втрати залишкових кількостей пестицидів, що призводить до видачі хибних даних під час аналізу; очистка екстракту сірчаною кислотою, що може призвести до пошкодження капілярної колонки хроматографа; хлорорганічні пестициди елюють петролейним ефіром, який відносять до надзвичайно вогнебезпечних реактивів з сильним подразником, його пари і повітря може утворювати вибухонебезпечні суміші, є небезпека вибуху та бензол, який токсичний, канцерогенний.

Задачею корисної моделі є розробка способу визначення хлорорганічних пестицидів в двостулкових молюсках, який буде малозатратним у часі проведення процедури та виключає (мінімізує) використання небезпечних речовин (кислота сірчана), включає екстрагування пестицидів із проби, очистку екстракту, концентрування та хроматографування. Крім того, постало питання вдосконалити пробопідготовку, очистку проби, зробити методику більш ефективною та простою, використовуючи невелику кількість наважки зразку, та максимально пристосувати метод з прототипу для використання при дослідженні двостулкових молюсків.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі, що включає підготовку проби для дослідження, екстрагування хлорорганічних пестицидів з наступним випаровуванням та очищенням отриманого екстракту, згідно з корисною моделлю, пробу для дослідження готують шляхом гомогенізації з сульфатом натрію наважки із їстівної частини молюска у кількості 15 г до крихтоподібної маси, екстрагування хлорорганічних пестицидів проводять гексаном протягом 30 хвилин на приладі для струшування двома послідовними порціями в кількості 100см^3 та 50см^3 відповідно, а випаровування отриманого екстракту проводять на ротаційному випарнику при температурі $40\text{ }^\circ\text{C}$ під низьким тиском до об'єму 5 см^3 з додаванням декану у кількості 50 мкл, і для очищення гексанового екстракту проводять хроматографію на патроні для твердофазної екстракції з багатошаровим сорбентом, для чого в пустий патрон засипають безводневий

- 5 сульфат натрію висотою 2 см, силікагель висотою 5 см і шар безводного сульфату натрію висотою 3 см, на який наносять гексановий екстракт, причому при необхідності додаткового очищення гексанового екстракту повторно проводять його випаровування на ротаційному випарнику при температурі 40 °С під низьким тиском, де повторне випаровування гексанового екстракту здійснюють до об'єму 2 см³, отриманий після додаткового очищення екстракт використовують для хроматографічного аналізу. Відмінності корисної моделі від прототипу узагальнені в таблиці 1.

Таблиця 1

Відмінності прототипу та запропонованого способу
визначення хлорорганічних пестицидів у чорноморських мідій

Базова модель	Запропонована модель
1. Наважку 100 г розтираємо з 200 г сульфату натрію до кришкоподібної маси	Наважку 15 г розтираємо з сульфатом натрію до кришкоподібної маси (до 90 г Na ₂ SO ₄)
2. Екстрагування пестицидів	
Екстрагуємо суміш гексан/ ацетон 3:1200 мл. Нагрівають на киплячій бані в оборотному потоці протягом 20 хв. Екстракцію повторюють двічі з 150 мл суміші гексан/ацетон.	Екстрагують пестициди гексаном протягом 30 хвилин на приладі для струшування двома послідовними порціями 100 см ³ та 50 см ³ .
Вносимо в ділильну лійку на 1000 мл з 500 мл розчину сульфатом натрію. Екстракти очищуються в ділильній лійці та струшуються протягом 30 с. Нижню фазу відкидаємо. Після розділення фаз. Нижня, водна, відкидається. Органічна фаза ще раз промивається 500 мл розчином сульфату натрію.	
3. Фільтрація через паперовий фільтр з 15 г безводним сульфатом натрію	Об'єднані екстракти вносимо у ділильну лійку та фільтруємо через паперовий фільтр з 15 г безводним сульфатом натрію
4. Випаровування на ротаційному випарнику	
При температурі 50 °С до 1 мл. Залишок випаровується слабким потоком азоту	При температурі 40°С під низьким тиском до 5 см ³ . При повільному обертанні і неглибокому зануренні колби для запобігання втрат пестициду. Перед випаровуванням для зменшення втрати пестициду, рекомендується використовувати утримувач з додаванням декану 50 мкл.
5. Очищення гексанового екстракту	
Хроматографія на колонці з Florisil У хроматографічну трубку поміщається шар активного Florisil висотою 10 см, а також шар сульфату натрію висотою 10 см і 40-50 мл нафтового бензину. Під колоною закріплюється Kuderna -Danish- випарник з градуйованими збірними трубками для уловлювання елюента. Екстракт додається в колонку і колонка елююється зі швидкістю не більше 5 мл/хв. Kuderna - Danish-емність промивається двічі нафтовим бензином, об'ємом 5 мл, який додається в колонку, стінки колонки додатково промиваються незначною кількістю нафтового бензину. В кінці 200 мл суміші елюента нафтовий бензин / діетилефір 94: 6 елююються зі швидкістю 5 мл/хв.	Хроматографія на патроні для твердофазної екстракції з багатошаровим сорбентом. В пустий патрон насипаємо шар безводного сульфату натрію висотою 2 см, силікагелю висотою 5см, шар безводного сульфату натрію висотою 3 см і змочуємо його 25-30 см ³ гексану. Наносимо отриманий екстракт на підготовлену колонку. Елюємо патрон для твердофазної екстракції, який знаходиться в твердофазному екстракторі почергово зі швидкістю не більше 5 мл/хв. сумішами елюентів гексан / діетилефір 94: 6. Елюат випаровуємо до об'єму 5 см ³ . При необхідності додаткового очищення вищезазначене повторюють ще раз.

<p>Елюентом в Kuderna - Danish-випарнику окремо концентруються до певного обсягу. При досягненні обсягу менше 5 мл, використовується Mik.ro -Snyder - колонка з двома кульками або Mikro - Vigreux колонка. При необхідності додаткового очищення вона здійснюється на другій, знову виготовленій Florisil - колонці.</p>	
<p>6.Випарювання очищеного екстракту</p>	
<p>Елюент випаровують в Kuderna -Danish-випарнику до певного обсягу. При досягненні обсягу менше 5 мл, використовується Mikro -Snyder -колонка з двома кульками або Mikro -Vigreux колонка.</p>	<p>Щоб мінімізувати втрати пестицидів, перед випаровуванням додавати до екстракту утримувач - 50 мкл додекану. Елюат випаровуємо до об'єму 2 см³ на ротаційному випарнику при температурі 40 °С під низьким тиском та використовуємо для хроматографічного аналізу.</p>
<p>Сконцентрований елюат переносимо в віалки для проб об'ємом 2 см³, які розміщуємо в треку автоінжектора для хроматографічного аналізу методом газової хроматографії з використанням детектора електронного захвату (ЕЗД).</p>	

5 Використання усіх суттєвих ознак способу, включаючи відміни, дозволяє за рахунок особливостей проведення операцій способу значно скоротити час для проведення дослідження із виключенням небезпечних речовин, таких як сірчана кислота. Окрім цього запропонований спосіб у разі використання незначної кількості наважки зразку є більш ефективним та простим при його використанні, а досягнуті при цьому результати дослідження двостулкових молюсків на вміст хлорорганічних пестицидів підтверджують їх достовірність і точність.

10 Спосіб здійснюють наступним чином: для визначення хлорорганічних пестицидів в мідях живих (двостулкових молюсках) проводили відбір мідій на місці їх росту та розмноження. Для розкриття раковини скальпель вводять між стулками та розрізають мускул-замікач. Зливають міжстулкову рідину, у чорноморських мідій для аналізу беруть їстівну частину молюска - всю масу укладеного в раковині тіла, відкидуючи бісус.

15 Подрібнену наважку 15 г розтирали з сульфатом натрію (до 90 г) до кришкоподібної маси та поміщали у конічну колбу. Екстрагували пестициди гексаном протягом 30 хвилин на приладі для струшування двома послідовними порціями у кількості 100 см³ та 50 см³. Екстракт фільтрували через паперовий фільтр у круглodonну колбу зі шліфом. Колбу, в якій проводили екстрагування та фільтрацію, промивали 5 см³ гексану, який об'єднуємо з екстрактом. Отриманий екстракт випаровували на ротаційному випарнику при температурі 40 °С під низьким тиском до 5 см³ з додаванням декану 50 мкл, які далі для очистки зразка наносили в патрон для твердофазної екстракції з багатошаровим сорбентом.

25 Підготовка патрона для твердофазної екстракції. В пустий патрон насипали шар безводного сульфату натрію 2 см, шар силікагелю висотою 5 см, шар безводного сульфату натрію висотою 3 см і змочували його 30 см³ гексану. Пройдений через колонку гексан відкидали. Наносили отриманий екстракт у підготовлений патрон. Елюювали патрон для твердофазної екстракції, який знаходиться в твердофазному екстракторі, гексаном/ефіром 94:6 зі швидкістю не більше 5 мл/хв.

Елюат випаровували до об'єму см³ та використовували для хроматографічного аналізу.

30 Хроматографічне розділення і кількісне визначення залишків пестицидів проводилося на газовому хроматографі "Bruker SCIION 456-GC" з наступним режимом роботи, який зазначений в таблиці 2.

Режимом роботи на газовому хроматографі

Параметри приладів	"Bruker SCION 456-GC"
Температура інжектора (випарника)	260 °C
Колонка	Капілярна BR-C1 Pesticides FS (довжина 30 м* внутрішній діаметр 0,25 mm ID* товщина нерухомої фази 0,25 um)
Температура колонки	80 °C -1 хв.; 20 °C/хв. до 270 °C -10 хв.
Модуль	ЕЗД, ТІД
Температура детектора	320 °C
Газ-носії через детектор/колонку)	Азот ос.ч. (60 мл/хв./ 1,4 мл/хв.)
Об'єм введення	1 мкл
Split	1:20/1:50
Програмне управління	забезпечено
Автоінжектор	наявний

Сконцентрований елюат переносили в віалки для проб об'ємом 2 см, які розміщували в треку автоінжектора. Об'єм введення - 1 мкл.

5 Ідентифікація пестицидів здійснювалась за часом утримання, а кількісне визначення - методом зовнішніх стандартів за площею піків. Межа кількісного визначення методу для хлорорганічних пестицидів становила 0,001 мг/кг.

10 Для градуювання системи газового хроматографа використовували стандартні розчини пестицидів з чистотою не менше 95 % імпортного виробництва (Sigma-Aldrich, Fluka) у наступних концентраціях: 0,001; 0,01, 0,02; 0,03; 0,05 мкг/см³. Як розчинник для приготування стандартних зразків використовували гексан.

Для підтвердження достовірності результатів випробувань, при проведенні досліджень готували пробу з добавкою.

Розрахунок результатів випробувань проводили за формулою

$$15 \quad X = \frac{C \cdot V \cdot V_2}{V_1 \cdot m},$$

де

C - концентрація по калібрувальному графіку, мкг/см³;

V - об'єм отриманого екстракту, см³.

V₁ - об'єм градуювального розчину, введеного у хроматограф, мкл (мм³);

20 V₂ - об'єм екстракту проби, введеного у хроматограф, мкл (мм³);

m - маса зразка, г.

Діапазон вимірювань і границя відносної похибки визначення масової концентрації пестицидів 5.% при довірчій ймовірності P = 0,95 у вказаних діапазонах вимірювання при застосуванні детектора по захвату електронів наведені у таблиці 3.

Таблиця 3

Діапазон вимірювань і границя відносної похибки визначення масової концентрації пестицидів

№	Назва компонента	Діапазон вимірювань масової частки пестицидів, мг/кг	Допустима розбіжність між двома паралельними результатами, δ,%	Границя сумарної відносної похибки при довірчій ймовірності P=0,95, δ,%
1.	Альфа - ГХЦГ	від 0,001 до 0,5 включно	20	30
2.	Бета - ГХЦГ	від 0,001 до 0,5 включно	20	30
3.	Гамма - ГХЦГ	від 0,001 до 0,5 включно	20	30
4.	Гептахлор	від 0,001 до 0,5 включно	20	30
5.	Альдрін	від 0,001 до 0,5 включно	20	30
6.	4,4-ДДЕ	від 0,001 до 0,5 включно	20	30
7.	4,4-ДДД	від 0,001 до 0,5 включно	20	30
8.	4,4-ДДТ	від 0,001 до 0,5 включно	20	30

Для реалізації заявленого способу використовували наступне обладнання, лабораторний посуд, реактиви:

- подрібнювач (м'ясорубка, блендер)
- 5 - вакуумний ротаційний випарник "Heidolph" з круглodonною колбою місткістю 500 мл та водяною банею, з регульованою температурою 20 °С - 50 °С;
- перемішувачий пристрій "Екрос ПЄ 6410м";
- ваги лабораторні "AXIS ANG 200" 2-го класу точності з межею зважування до 200 г;
- газовий хроматограф "Bruker SCION 456-GC" з ЕЗД та автосамплером;
- 10 - прилад для твердофазної екстракції "Supelco";
- патрони для твердофазної екстракції порожні;
- лабораторний посуд:
- годинникове скло 60-100 мм;
- колби конічні з притертими пробками об'ємом 100, 200, 500 см³;
- 15 - колби круглodonні об'ємом 250, 500 см³;
- лійки ділильні на 250 см³;
- лійки лабораторні d=56-80 мм ГОСТ 8613 - 64;
- ступки фарфорові з пестиком № 6 D-180;
- фарфорові чашки для випаровування №3 ГОСТ 9147 - 69;
- 20 - циліндри мірні об'ємом 50, 100 см³ ГОСТ 1770 - 71;
- шприц "Hamilton" на 1 см³;
- мікрошприц "Hamilton" на 10 мкл;
- віалки місткістю 2 см³ для зберігання зразків з гумовою мембраною, покритою тефлоном, що забезпечує герметичність, з пластмасовим ковпачком;
- 25 - мірний посуд I класу точності ГОСТ 29228-91 (або мірні колби "Simax" з притертими пробками об'ємом 10, 25, 50, 100 см³).

Всі засоби вимірювальної техніки мають бути повірені або атестовані у встановленому порядку.

Реактиви, розчини та витратні матеріали:

- 30 - гексан для хроматографії / хч;
- діетиловий ефір, вільний від перекису, дистильований і з 2,0 об'ємними процентами етанолу (абсолютно) стабілізований, "медичний"/фарм;
- сульфат натрію, безводний, х.ч.;
- силікагель марки для хроматографії з розміром частинок 60-100 меш (Sigma-Aldrich)
- 35 - додекан, 99,8 %;
- стандартні зразки пестицидів з чистотою не менше 95 % імпорного виробництва (Sigma-Aldrich, Fluka);
- суміш елюентів : гексан і діетилефір , об'ємне співвідношення (V/V) 94:6;
- вата знежирена. Знежирення проводиться за допомогою розчинників: в хімічну склянку поміщаємо гігроскопічну вату і заливаємо гексаном приблизно на 10 хв. Процедуру виконуємо двічі. Потім вату висушуємо і зберігаємо в закритому посуді.
- 40

Корисна модель ілюструється наступними прикладами.

Приклад 1. Було відібрано 5 проб мідій живих. Проводили дослідження методом прототипу та заявленим методом.

- 45 Приклад 2. Було відібрано 5 проб мідій варено-морожених (виробник Китай).

Приклад 3. Було відібрано 5 проб мідій варено-морожених (виробник Чилі).

Проводили дослідження методом прототипу та заявленим методом. Порівняльна характеристика прототипу та запропонованого способу наведена в таблиці 4.

Порівняльна характеристика прототипу та запропонованого способу визначення хлорорганічних пестицидів в двостулкових молюсках(мідіях)

Приклади	Двостулкові молюски (мідії)	№ проби	ГХЦГ (α, β, γ - ізомери) мг/кг		ДДТ (та його метаболіти) мг/кг		Гептахлор		Альдрин	
			Корисна модель	Прототип	Корисна модель	Прототип	Корисна модель	Прототип	Корисна модель	Прототип
Приклад 1	Живі	1	0,0183	0,00579	0,00672	0,00269	<0,001	<0,001	0,00234	0,00134
		2	0,0100	0,00268	0,02126	0,00516	0,00498	<0,001	0,00522	<0,001
		3	0,0139	0,00276	0,0104	0,0066	0,0212	<0,001	0,0135	<0,001
		4	0,016	0,0028	0,0174	0,0032	0,058	0,0036	0,00813	<0,001
		5	0,006	<0,001	0,0128	0,0022	0,013	<0,001	0,0065	<0,001
Приклад 2	Варено-морожені (вироб. Китай)	1	0,00793	0,0012	0,00993	0,0015	0,00183	<0,001	<0,001	<0,001
		2	0,00487	0,00336	0,00454	0,00277	<0,001	<0,001	0,00379	0,00317
		3	0,00969	0,00439	0,00889	0,00580	0,00115	<0,001	0,00703	0,00123
		4	0,00496	0,00152	0,00785	0,00465	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
		5	0,00239	0,00159	0,00983	0,00482	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
Приклад 3	Варено-морожені (вироб. Чилі)	1	0,00352	0,00229	0,00242	0,00111	0,00415	0,00368	<0,001	<0,001
		2	0,00213	0,00204	0,00275	0,00260	0,00248	0,00118	0,00122	<0,001
		3	0,00207	<0,001	0,00245	0,00196	0,00513	0,00412	<0,001	<0,001
		4	0,00118	<0,001	0,00512	0,00260	0,00378	0,00309	0,00248	<0,001
		5	0,00123	<0,001	0,00130	0,00121	0,00655	0,00371	0,00198	0,00115

Результати наших досліджень свідчать про те, що запропонований спосіб визначення хлорорганічних пестицидів у двостулкових молюсках є достовірним, результати отримані запропонованим способом свідчать про 100% ефективність методу порівняно до прототипу. У зв'язку з цим запропонований спосіб може бути використаним у методиці визначення масової частки хлорорганічних пестицидів для такого об'єкту як двостулкові молюски. Досягнутий при цьому технічний результат полягає в достовірності і точності результатів дослідження двостулкових молюск на вміст хлорорганічних пестицидів.

Джерела інформації

1. ДСТУ EN 1528-1:2002 Продукти харчові жирові. Визначення пестицидів і поліхлорованих біфенілів (ПХБ). Частина 1. Загальні положення.

2. ДСТУ EN 1528-2:1996 Продукты питания с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 2. Экстракция жира, пестицидов и ПХБ и определение содержания жира.

3. ДСТУ EN 1528-3:1996 Продукты с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 3: методы очистки.

4. ДСТУ EN 1528-4:1996 Продукты питания с большим содержанием жира. Определение пестицидов и полихлорированных бифенилов (ПХБ). Часть 4 Методы определения и подтверждения, разное.

5. ДСТУ 4514:2006 Риба, інші водні живі ресурси та харчова продукція з них. Визначення хлорорганічних пестицидів та поліхлорованих біфенілів методом газорідної хроматографії.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб визначення хлорорганічних пестицидів в двостулкових молюсках (чорноморських мідіях), що включає підготовку проби для дослідження, екстрагування хлорорганічних пестицидів з наступним випаровуванням та очищенням отриманого екстракту, який **відрізняється** тим, що пробу для дослідження готують шляхом гомогенізації з сульфатом натрію наважки із їстівної частини молюска у кількості 15 г до крихтоподібної маси, екстрагування хлорорганічних пестицидів проводять гексаном протягом 30 хвилин на приладі для струшування двома послідовними порціями в кількості 100 см³ та 50 см³ відповідно, а випаровування отриманого екстракту проводять на ротаційному випарнику при температурі 40 °С під низьким тиском до об'єму 5 см³ з додаванням декану у кількості 50 мкл, і для очищення гексанового екстракту проводять хроматографію на патроні для твердофазної екстракції з багат шаровим сорбентом, для чого в пустий патрон засипають безводневий сульфат натрію висотою 2 см, силікагель

- висотою 5 см і шар безводного сульфату натрію висотою 3 см, на який наносять гексановий екстракт, причому при необхідності додаткового очищення гексанового екстракту повторно проводять його випаровування на ротаційному випарнику при температурі 40 °С під низьким тиском, де повторне випаровування гексанового екстракту здійснюють до об'єму 2 см³, отриманий після додаткового очищення екстракт використовують для хроматографічного аналізу.
- 5

Комп'ютерна верстка В. Мацело

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601