ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть XI

Москва - 1981

gost.e-ecolog.ru

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы
вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть XI-я

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

Москва - 1981

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР. (Председатель группы экспертов М.А.Клисенко).

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им.Е.И.Марциновского и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

"Утверждаю"
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
А.И. Заиченко
"19" октября 1979 г., № 2098-79

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕЙ РТУТИ В МЯСЕ, МЯСОПРОДУКТАХ, ЯЙЦАХ, РЫБЕ, МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ, ШОКОЛАДЕ, ПОЧВЕ

I. Краткая характеристика препаратов (см. "Методы определения микроколичеств пестицидов". М., "Колос", 1977, стр. 315, 318).

2. Принцип метода

Метод основан на деструкции анализируемой пробы смесью азотной и серной кислот в присутствии этилового спирта и дальнейшем определении ртути колориметрическим способом или при помощи тонкослойной хроматографии /ТСХ/.

2.1. Колориметрическое определение основано на осаждении ртути иодидом меди или на экстракции ее дитизоном и последующем визуальном колориметрическом определении в виде тетрайодомеркуроата меди путем сравнения со стандартной шкалой.

2.1.1. Колориметрическое определение, основанное на осаждении ртути из деструктата иодидом меди.

Диапазон определяемых концентраций: 0,25 - 2,00 мкг в колориметрируемом объеме.

Предел обнаружения: 0,25 мкг или 0,125 мг/кг.

Метрологическая характеристика метода:

n	Внесено, мг/кг	Открыто			
		$\bar{c}$, %	S	$S_{\bar{c}}$	Размах варьирования
		Мясо и мясопродукты			
13	0,0125	83,6	3,52	0,042	81,4 - 85,8
5	0,025	83,3	0,00	0,00	-
16	0,125	80,3	7,35	0,092	76,4 - 84,2
10	0,250	81,7	6,07	0,074	77,4 - 86,0
		Яйцо			
5	0,050	80,0	0,00	0,00	-

2.I.2. Колориметрическое определение, основанное на экстракции ртути из деструктата дитизоном и последующей визуальной колориметрии в виде тетраиодомеркуроата меди.

Метрологическая характеристика метода:

n	Внесено, мг/кг	Открыто $\bar{c}$,%	S	S_r	Размах варьирования
		Рыба (мышечная ткань)			
4	0,0I4	92,9	I4,3	0,I53	85,7-II4,7
4	0 028	I07,I	8,2	0,076	I00,0-II4,3
4	0,068	97,I	3,4	0,035	94,I-I00,0
		Мясо говяжье			
4	0,0I2	95,8	8,3	0,086	83,3-I00,0
4	0,036	99,9	9,0	0,090	88,8-III,0
		Почва			
4	0,0I2	II2,4	I5,9	0,I4I	I00,0-I33,3
4	0,030	96,6	I0,8	0,I06	80,0-I06,6
		Шоколад			
4	0,0I2	I20,8	I5,9	0,I3I	I00,0-I33,3
4	0,036	I07,I	5,4	0,050	I00,0-III,6

ТСХ определение основано на экстракции ртути из деструктата дитизоном, переэкстракции бромидом калия, последующем хроматографическом определении в виде дитизоната в тонком слое силуфола или окиси алюминия. Подвижный растворитель гексан-ацетон (4:I).

Предел обнаружения составляет 0,25 мкг или 0,02 мг/кг.

Метрологическая характеристика метода:

n	Внесено мг/кг	Открыто $\bar{c}$,%	S	S_r	Размах варьирования
		Молоко, простокваша			
5	0,0075	68,0	2,24	0,033	66,0-70,0
5	0,0I25	72,5	2,80	0,039	70,0-75,0
5	0,025	72,5	2,80	0,039	70,0-75,0
5	0,05	75,0	5,54	0,072	70,0-80,0
		Масло, сметана			
5	0,025	75,0	5,54	0,072	70,0-80,0

2.2 Реактивы и растворы.

2.2.1. Для деструкции.

Вода дистиллированная.

Этиловый спирт, 96%.

Азотная кислота, х.ч., концентрированная и разбавленная / 1:3 /.

Серная кислота, х.ч., концентрированная.

Натрий сернистокислый, ч.д.а., 2,5 н раствор /свежеприготовленный/.

Мочевина, ч.д.а., насыщенный раствор.

Фильтры обеззоленные, красная лента.

2.2.2. Для колориметрического определения.

Медь сернокислая, ч.д.а., 10% раствор.

Натрий сернокислый, ч.д.а., 1% и насыщенный растворы.

Калий иодистый, х.ч., 3% ратсвор.

Барий хлористый, ч., 20% раствор.

Иод, ч. или ч.д.а., предварительно очищенный возгонкой, 0,25 и 0,35% растворы в 3% растворе иодистого калия.

Составной раствор: готовят перед употреблением, сливая 10% раствор сернокислой меди с 2,5 н раствором сернистокислого натрия в отношении 1:5, смесь перемешивают до растворения образовавшегося осадка и почти полного обесцвечивания.

Взвесь иодида меди: 212 г иодистого калия растворяют в 1-2 л дистиллированной воды, смешивают с раствором сернокислой меди / 100 г в 1 л дистиллированной воды / и оставляют на 30 минут; с образовавшегося осадка декантируют жидкость; осадок многократно промывают дистиллированной водой / по 2-3 л/ до светло-желтой окраски промывных вод; добавляют сначала насыщенный раствор сернокислого натрия / 10-12 мл/ для коагуляции осадка, а затем - 2,5 н раствор сернистокислого натрия / 10-20 мл/ до полного обесцвечивания надосадочной жидкости и осадка; надосадочную жидкость декантируют, осадок переносят на фильтр, вложенный в большую воронку / диаметр 25-30 см / и промывают дистиллированной водой до почти отрицательной реакции на сульфат-ион / с

20% раствором хлористого бария/; фильтр прокаливают, осадок смывают в мерный цилиндр и доводят объем до I л; взвесь хранят в темной склянке / не более одного месяца /.

Стандартный раствор ртути: 0,0135 г перекристаллизованной двухлористой ртути /$HgCl_2$/ или 0,0226 г двуйодистой ртути /HgJ_2/ растворяют в 100 мл 0,25% раствора йода / 100 мкг ртути в I мл /; рабочий раствор готовят разведением в 100 раз основного стандартного раствора 0,25% раствором йода / Iмкг ртути в I мл / непосредственно перед определением.

2.2.3. Для ТСХ определения.

Аммиак, ч.д.а., концентрированный и 5% водный раствор.

Ацетон, ч.д.а.

Гексан, х.ч,

Буферный раствор: 150 г натрия фосфорнокислого двузамещенного /х.ч./ и 38 г углекислого калия /х.ч./ растворяют в воде в мерной колбе на I л.

Дитизон основной раствор: в делительную воронку помещают 100 мл хлороформа, растворяют в нем 50 мг дитизона, прибавляют 200 мл дистиллированной воды и 5-10 мл концентрированного раствора аммиака. Смесь энергично встряхивают 2 минуты. После разделения фаз хлороформенный слой отбрасывают, водный - промывают 20 мл хлороформа, последний отбрасывают. Трубку делительной воронки высушивают фильтровальной бумагой, прибавляют в воронку 200 мл хлороформа и разбавленную / I:I / соляную кислоту до отчетливо кислой реакции. Смесь встряхивают до тех пор, пока дитизон не перейдет в хлороформ / слой хлороформа при этом окрашивается в темнозеленый цвет, водная фаза обесцвечивается /. Раствор дитизона в хлороформе отделяют в другую воронку и промывают водой трижды по 50 мл. Трубку воронки высушивают фильтровальной бумагой, раствор дитизона сливают в темную склянку. Хранят его в темноте на холоду. Раствор устойчив в течение I месяца.

Рабочий раствор А : к одному объему основного раствора дитизона прибавляют 4 объема хлороформа. Применяют всегда свежеприготовленный раствор.

Рабочий раствор Б: к одному объему основного раствора дитизона прибавляют 49 объемов хлороформа. Применяют всегда свежеприготовленный раствор.

Бромид калия, х.ч., 40% водный раствор.

Роданид калия, х.ч. или ч.д.а., 0,1 н раствор. 9,72 г растворяют в воде в мерной колбе на 1 л.

Серная кислота, 0,25 н раствор.

Азотная кислота, х.ч., концентрированная.

Комплексон Ш /трилон Б/, ч.д.а., 0,1 н раствор. Растворяют 37,2 г в воде в мерной колбе на 1 л.

Стандартные растворы: растворяют 0,1668 г нитрата ртути $Hg(NO_3)_2 \cdot \frac{1}{2}H_2O$ или 0,1350 г перекристаллизованной двухлористой ртути растворяют в воде в мерной колбе на 100 мл с добавлением 0,1 мл концентрированной азотной кислоты. Раствор содержит 1 мг ртути в 1 мл. Рабочий раствор готовят разведением водой в 10 раз основного стандартного раствора.

Дитизонат ртути: в делительную воронку емкостью 50 мл помещают 10 мл раствора А дитизона, вносят 0,5 мл рабочего стандартного раствора соли ртути и тщательно встряхивают содержимое воронки. После этого в воронку прибавляют 25 мл 5% раствора аммиака и энергично встряхивают до получения прозрачного оранжево-красного нижнего слоя. Трубку делительной воронки высушивают фильтровальной бумагой. Раствор дитизоната ртути в хлороформе /нижний слой/ фильтрованием через небольшой слой обезжиренной ваты в трубке воронки переносят в темную склянку. 1 мл раствора содержит 5 мкг ртути. Хранят его в темноте на холоду. Раствор устойчив 5 дней.

Хлороформ, перегнанный.

Окись алюминия II степени активности для хроматографии.

Кальций сернокислый /$CaSO_4 \cdot 2H_2O$/, высушенный при температуре 160-180° в течение 6 часов.

2.3. Приборы и посуда.

Для деструкции.

Весы лабораторные технические.

Гомогенизатор.
Колбы конические емкостью 500-750 мл.
Пипетки градуированные.
Цилиндры градуированные.
Воронки химические диаметром 3-6 см.
Баня водяная.

Для колориметрического определения.

Весы аналитические.
Колбы мерные емкостью 100 мл.
Пробирки для колориметрирования.
Стаканы химические.

Для ТСХ определения.

Воронки делительные емкостью 50, 500, 1000 мл.
Микропипетки емкостью 0,1 мл.
Капиллярные пипетки.
Стеклянные пластинки 9х12 см.
Ступка с пестиком.
Камера хроматографическая или эксикатор.
Чашки фарфоровые емкостью 50-100 мл.
Пластинки "silufol" или приготовленные: 3 г прокаленной окиси алюминия тщательно смешивают в ступке с 0,3 г сернокислого кальция, суспендируют в 5 мл воды и равномерным слоем наносят на стеклянную пластину размером 9х12 см; сушат пластины при комнатной температуре в течение 17-18 часов, хранят в эксикаторе над слоем осушителя.

2.4 Подготовка к определению

200 - 250 г образца / мясо, мясопродукты, рыба, шоколад / измельчают на мясорубке и тщательно перемешивают. Среднюю пробу яиц в количестве 10 штук смешивают в смесителе или гомогенизаторе при малом числе оборотов, избегая сильного вспенивания. Масло рекомендуется расплавить на водяной бане и отобрать среднюю пробу.

2.5 Ход анализа

Деструкция пробы

Обработку производят в конической колбе емкостью 750 мл.

Мясо, мясные продукты, рыба, яйцо, молочные продукты. 40 г образца помещают в колбу и равномерно распределяют по дну. Последовательно прибавляют I мл этилового спирта, I5 мл дистиллированной воды, I5 мл концентрированной азотной кислоты и перемешивают.

Шоколадные изделия. 25 г образца помещают в колбу и приливают 75 мл разбавленной азотной кислоты / I:3 /.

Почва. 50 г образца помещают в колбу, приливают I0 мл концентрированной азотной кислоты.

После добавления кислот пробы перемешивают и оставляют на I0 минут при комнатной температуре. Колбу закрывают воронкой / диаметр 3 см / и по каплям добавляют 20 мл концентрированной серной кислоты, регулируя скорость так, чтобы постоянно поддерживалась реакция разложения азотной кислоты, но не происходило выделение окислов азота из колбы. При бурном течении реакции возможны потери ртути. По окончании внесения серной кислоты колбу оставляют в вытяжном шкафу на I5 минут при комнатной температуре до прекращения выделения бурых паров окислов азота. После чего колбу нагревают 30-40 мин на кипящей водяной бане / при анализе печени и почек /. При исследовании рыбы, мышечной ткани, молока и образцов с большим содержанием жира количество серной кислоты должно быть доведено до 25 мл и соответственно увеличено время нагревания до 45-60 мин. При бурном течении реакции / выделение окислов азота или сильное пенообразование/ в колбу приливают 30-50 мл кипящей дистиллированной воды или снимают ее с водяной бани на I-2 минуты.

Деструкцию проводят до полного просветления придонного слоя жидкости в колбе.

К горячему деструктату добавляют I00 мл кипящей дистиллированной воды и фильтруют в коническую колбу / объем не менее 500 мл/, содержащую I0 мл 2,5 н раствора сернистокислого натрия или 20 мл насыщенного раствора мочевины, через предварительно

увлажненный двойной обеззоленный бумажный фильтр с красной лентой /диаметр 15-20 см/. Колбу из-под деструктата и фильтр несколько раз промывают кипящей дистиллированной водой. Общий объем деструктата и промывных вод - около 250 - 300 мл.

В случае необходимости полученный фильтрат деструктата может быть оставлен на 10 - 20 часов до последующих операций.

2.6. Методы аналитического определения.

. Колориметрическое определение.

Последующую операцию выделения ртути из деструктата проводят одним из следующих способов:

Первый способ[x/] - в колбу с охлажденным фильтратом деструктата добавляют 10 мл взвеси иодида меди. Если содержимое колбы окрашивается в бурый цвет вследствие выделения йода, добавляют 5-10 мл сернистокислого натрия. Содержимое колбы тщательно перемешивают и оставляют до полного осаждения осадка. Если образующийся осадок окрашен в ярко-розовый или кирпично-красный цвет, что свидетельствует о содержании ртути в образце в количестве более 25 мкг, анализ повторяют, уменьшив навеску в два раза. При навеске 20 г сокращают количество азотной кислоты до 10 мл и время прогрева на водяной бане до 15 минут. Дальнейший ход анализа остается без изменений.

В случае, если содержание ртути в 20 г пробы превышает 25 мкг, анализ может быть проведен по методу А.Н.Крыловой.[xx/]

Через час максимально возможную часть жидкости осторожно сливают, стараясь не взмутить осадок, и отбрасывают. Оставшуюся жидкость сливают по палочке через однослойный увлажненный обеззоленный бумажный фильтр с красной полосой, плотно уложенный в воронку диаметром не более 5-6 см так, чтобы края фильтра на 2-3 мм выступали из воронки. Фильтр промывают 1% раствором сернокислого натрия до исчезновения желтой окраски. Осадок количественно переносят на фильтр и промывают его сначала смесью ацетона с

---

x/ Крылова А.Н. /НИИ судебной медицины/, Жуленко В.Н., Большакова К.Д., Георгиева Г.Н., Смирнова Л.А. /Московский технологический институт мясной и молочной промышленности/, Шумкова И.А., Карпова И.П. /ВНИИ мясной промышленности/.

xx/ Крылова А.Н. Исследование биологического материала на "металлические" яды дробным методом. М.Медицина, 1975, стр.12-18, 20-22.

I% раствором сернокислого натрия /I:I/ – около 50 мл, затем I% раствором сернокислого натрия, нанося жидкость по краю фильтра. Отмывание осадка производят до исчезновения желтой окраски промывных вод и до pH не менее 3 / по универсальной индикаторной бумаге /. Промывные воды отбрасывают.

Полоской фильтровальной бумаги удаляют остатки жидкости из узкой части воронки и осадок подсушивают на воздухе в течение I5 мин. Затем его обрабатывают на фильтре определенным объемом 0,35% раствора йода в зависимости от цвета осадка /табл.I/. Для этого необходимое количество раствора йода отмеривают в цилиндр или пробирку и проводят обработку фильтра небольшими порциями из пипетки /по I-2 мл/, нанося жидкость по краю фильтра. Полученный фильтрат доводят до выбранного объема. Фильтрат можно хранить в пробирках с пришлифованными пробками в темном месте в течение суток.

Таблица I

Ориентировочная схема проведения анализа.

Цвет осадка	: примерное : содержание : ртути в об- : разце /мкг/	: Объем 0,35%ра- : створа йода : для обработки : осадка /мл/	: Объем раство- : ра ртути для : колориметри- : рования /мл/
Белый	0 – 5	I0	6 – 3
С розоватым оттенком	5 – I5	I5	3 – I
Бледно-розовый	I5 – 25	25	I
Ярко-розовый	Свыше 25	Повторить деструкцию, уменьшив навеску.	

Второй способ[x] извлечения ртути из деструктата – охлажденный деструктат / или аликвотную часть его / помещают в делительную воронку соответствующего объема, прибавляют I-2 мл разбавленного /0,00I% / раствора дитизона, встряхивают в течение I минуты, раз-

[x] Полищук Л.Р., Матвиенко Н., Зуйкова М., Сисерман И.З. /Киевский НИИ гигиены питания/

деляют фазы, отделяют органический слой в другую делительную воронку емкостью 25-50 мл. Экстракцию раствором дитизона повторяют до появления устойчивой зеленой окраски. К объединенному экстракту в делительной воронке прибавляют 6 мл 0,35% раствора йода и встряхивают в течение 2 минут. Нижнюю фазу отбрасывают, а водную – сливают в пробирку, прибавляют по каплям I н раствор йода до уравнивания окраски исследуемого раствора с 0,25% раствором йода. Последующее определение проводят по общей схеме.

Колориметрирование. Количественное определение ртути производят визуально путем сравнения со стандартной шкалой. Объемы опытных растворов для колориметрирования подбирают, исходя из оптимума шкалы: от 0,25 до 2,00 мкг.

Аликвотную часть раствора анализируемой пробы / I-5 мл / помещают в пробирку, доводят объем до 6 мл 0,25% раствором йода, прибавляют из бюретки 3 мл составного раствора и тщательно перемешивают. Пробирки для колориметрирования подбирают одинаковой формы и размера, они должны быть из бесцветного стекла.

Одновременно готовят стандартную шкалу. Визуальное сравнение окраски пробы со стандартной шкалой производят через 15 минут после добавления составного раствора.

Приготовление стандартной шкалы: в пробирки, отобранные для колориметрирования, вносят точное количество рабочего раствора ртути / I мкг в мл /, указанное в табл.2, доводят объем до 6 мл 0,25% раствором йода, добавляют 3 мл составного раствора и тщательно перемешивают.

Таблица 2.

Схема подготовки стандартной шкалы

Количество рабочего раствора ртути / мл /	Количество 0,25% раствора йода /мл/	Содержание ртути / мкг /
I	2	3
0	6,00	0
0,25	5,75	0,25
0,50	5,50	0,50

Таблица 2 /продолжение/.

I	2	3
0,75	5,25	0,75
I,00	5,00	I,00
I,25	4,75	I,25
I,50	4,50	I,50
I,75	4,25	I,75
2,00	4,00	2,00
5,00[x/]	I,00	5,00

x/ Пробирку шкалы с содержанием ртути 5 мкг используют для ориентировки при планировании хода повторного анализа образцов с концентрацией более 2 мкг в растворе йода, взятого для колориметрирования.

Содержание ртути в пробе вычисляют по формулам:

Для первого способа – $$X = \frac{a \cdot У \cdot I000}{У_I \cdot В \cdot I000}$$, где

X – содержание ртути в образце, мг/кг;

a – количество ртути, найденное по стандартной шкале, мкг;

У – объем раствора йода, использованный для обработки осадка на фильтре, мл;

$У_I$ – объем анализируемого раствора, взятый для колориметрирования, мл;

В – навеска образца, г;

I000 – коэффициенты для пересчета количества ртути в мг/кг.

Для второго способа – $$X = \frac{a \cdot У_I \cdot 6 \cdot I000}{В \cdot У_2 \cdot У_3 \cdot I000}$$, где

a – количество ртути, найденное по стандартной шкале, мкг;

$У_I$ – объем деструктата всей пробы, мл;

$У_2$ – объем деструктата, взятый для анализа, мл;

$У_3$ – объем анализируемого раствора, взятый для колориметрирования, мл;

В – навеска образца, г;

6 – объем раствора йода, взятый для реэкстракции ртути из раствора дитизона, мл;

1000 – коэффициенты для пересчета количества ртути в мг/кг.

ТСХ определение x/

Охлажденный фильтрат деструктата переносят в делительную воронку емкостью 500–1000 мл, прибавляют по 20 мл растворов комплексона Ш и роданида калия и осторожно экстрагируют ртуть дитизоном / рабочий раствор Б / порциями по 10 мл 4–5 раз. После четкого разделения фаз дитизоновые экстракты объединяют в другой делительной воронке, куда прибавляют 50 мл 0,25 н раствора серной кислоты и 10 мл 40%-ного раствора бромида калия. Содержимое воронки энергично встряхивают в течение 1 минуты. После четкого разделения слоев органическую фазу отбрасывают, водную – промывают 10 мл хлороформа, последний удаляют. Затем водную фазу обрабатывают буферным раствором / 11–12 мл / до pH 5,5–6,0 /универсальная индикаторная бумага/, прибавляют по 10 мл растворов комплексона Ш и роданида калия и извлекают ртуть дитизоном /рабочий раствор Б/ дважды, порциями по 5 мл. Каждый раз пробу энергично встряхивают в течение 1 минуты. Дитизоновые экстракты переносят в делительную воронку, содержащую 40 мл 5%-ного раствора аммиака, по 10 мл растворов комплексона Ш и роданида калия и энергично встряхивают для удаления избытка дитизона /нижний слой приобретает желтоватую окраску/. Трубку делительной воронки высушивают фильтровальной бумагой, органическую фазу переносят в фарфоровую чашку, растворитель испаряют на воздухе в затемненном месте. Остаток в чашке после испарения растворителя наносят количественно на пластинку при помощи хлороформа. Все операции выполняют при затемнении /используют черную бумагу/. Справа от пятна пробы наносят стандартный раствор дитизоната ртути, содержащий предполагаемое

x/ Клисенко М.А., Шагдина А.М., Чурный Э.П. /ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс/.

пробе количество ртути, слева – "холостую" пробу. Пластинку помещают в затемненную камеру с системой растворителей гексан–ацетон /4:1/. После подъема фронта растворителя на высоту 10 см хроматографирование прекращают. О наличии ртути в пробе свидетельствует появление на хроматограмме оранжево-красного пятна дитизоната ртути, R_f 0,42-0,45. Количество ртути определяют сравнением и..тенсивности окраски и площади пятен проб и стандартных растворов.

Содержание ртути в пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot 1,4}{B}, \text{ где}$$

X – количество ртути в пробе, мг/мл или мг/кг;

A – количество ртути в анализируемой навеске пробы, мкг;

B – объем /навеска/ пробы, взятая для анализа, мл /г/;

1,4 – коэффициент, учитывающий воспроизводимость метода.

При проведении анализа необходимо учитывать, что применяемые реактивы и материалы могут быть загрязнены ртутью. Поэтому параллельно с пробами требуется ставить контрольный опыт на чистоту реактивов.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

Стр.

Хлорсодержащие пестициды

1. Методические указания по определению неорона в меде методом газовой хроматографии I
2. Методические указания по определению нитрохлора и префорана в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии 8
3. Методические указания по определению ЭФ-2 в воде и почве газожидкостной хроматографией 14
4. Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях хроматографией в тонком слое . . 22
5. Методические указания по определению полихлорированных бифенилов в присутствии хлорорганических пестицидов в птицепродуктах методом газовой хроматографии 45

Фосфорсодержащие пестициды

1. Методические указания по определению остаточных количеств волексона в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией . 52
2. Методические указания по определению остаточных количеств гетерофоса в овощных культурах, почве и воздухе методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 61
3. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбана в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией . 67
4. Методические указания по определению остаточных количеств изофоса-3 в рисе, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией 75
5. Методические указания по определению метилнитрофоса и фенитрооксона в зерне и продуктах переработки зерна хромато-энзимным и газохроматографическим методом 84

Стр.

6. Методические указания по определению остаточных количеств рицида "П" в рисе и воде газожидкостной хроматографией 93
7. Методические указания по определению метилнитрофоса, фенитроксона и п-нитрокрезола в зерне и продуктах переработки зерна методом хроматографии в тонком слое 103
8. Энзимно-хроматографический метод определения фосфорорганических пестицидов в растительных продуктах и биосубстратах 109

Азотсодержащие пестициды

I. Производные мочевины, гуанидина, дитиокарбаминовой кислоты, анилиды карбоновых кислот, нитропроизводные, дитиокарбаматы

1. Методические указания по определению дуала в растительном материале, почве и воде хроматографией в тонком слое 118
2. Методические указания по определению остаточных количеств гербицида малорана в почвах с различным содержанием гумуса методом ТСХ 124
3. Методические указания по определению остаточных количеств НЕ-166 в огурцах хроматографией в тонком слое и фотометрическим методом 129
4. Методические указания по определению остаточных количеств тендекса в воде и почве 136
5. Методические указания по определению ФДН (*N',N'*-диметил-*N*-(3-хлорфенил)-гуанидина) в огурцах и воде методом тонкослойной хроматографии 139
6. Методические указания по определению дитана М-45 в продуктах питания растительного происхождения и воде 149

II. Гетероциклические соединения

7. Методические указания по определению базаграна в воде, почве, зерне и растительном материале 152

Стр.

8. Методические указания по определению фунгицида байлетона методом ТСХ в почве, корнях, зеленых листьях, плодах томатов и огурцов I59
9. Методические указания по газожидкостно-хроматографическому определению бентазона в почве и растениях I66
I0. Методические указания по определению диквата в семенах подсолнечника и масле из семян подсолнечника спектрофотометрическим методом I74
II. Методические указания по определению метазина в воде, почве, овощах и биологическом материале методом хроматографии в тонком слое сорбента I8I
I2. Методические указания по определению остаточных количеств симм-триазиновых гербицидов (симазина, атразина, пропазина, прометрина, семерона, мезоранила, метазина, метопротрина) в почве газожидкостной хроматографией I88
I3. Методические указания по определению котофора в семенах хлопчатника методом хроматографии в тонком слое I98
I4. Методические указания по определению ронстара (оксидиазона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии 205
I5. Методические указания по определению тачигарена в воде методом тонкослойной хроматографии 209
I6. Методические указания по определению тербацила в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии 2I4
I7. Методические указания по определению трифорина в воде 220
I8. Методические указания по определению остаточных количеств текто(тиабендазола) в картофеле и свекле тонкослойной хроматографией 227
I9. Методические указания по определению остаточных количеств феназона в почве, воде, свекле и растительных объектах газожидкостной хроматографией 234

Прочие пестициды

I. Методические указания по определению остаточных количеств хлората магния полярографическим методом ... 243
2. Методические указания по определению нортрона в воде, черноземной почве и сахарной свекле 248
3. Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, яйцах, рыбе, молочных продуктах, почве 255

Бактериальные пестициды

I. Методические указания по определению микробиологических инсектицидов не прямым иммунофлюоресцентным методом 268
2. Методические указания по определению витамицина А в воздухе методом тонкослойной хроматографии 276
3. Методические указания по определению полиэдров вируса ядерного полиэдроза капустной совки на растительных объектах иммунофлюоресцентным методом 280

Дополнения

I. Хроматографическое определение микроколичеств пропанида, линурона, монолинурона и их метаболитов в воде, почве и растительном материале 289
2. Методические указания по определению актеллика растительной продукции, почве и воде 296

gost.e-ecolog.ru