ГОСУДАРСТВЕННОЕ
САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ НОРМИРОВАНИЕ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СБОРНИК

МЕТОДИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ, НЕОБХОДИМЫХ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПРИМЕНЕНИЯ ФЕДЕРАЛЬНОГО ЗАКОНА ОТ 12.06.08 №88-ФЗ

«Технический регламент на молоко и молочную продукцию»

Часть 9

МОСКВА 2009

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

Сборник методических документов, необходимых для обеспечения применения Федерального закона от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию»

Часть 9

ББК 51.23
С23

С23 **Сборник** методических документов, необходимых для обеспечения применения Федерального закона от 12 июня 2008 г. № 88-ФЗ «Технический регламент на молоко и молочную продукцию»:.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—72 с.

ISBN 5—7508—0771—1

В сборник включены методические документы, содержащие правила и методы исследований (испытаний) и измерений, а также правила отбора образцов для проведения исследований (испытаний) и измерений, в соответствии с постановлением Главного государственного санитарного врача Российской Федерации Г. Г. Онищенко от 08.12.2008 № 67.

ББК 51.23

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 14.05.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 4,5

Тираж 200 экз. Заказ 36

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

ISBN 5—7508—0771—1

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

Энзиматическое агар-диффузное определение фосфорорганических инсектицидов в продуктах животного происхождения 4

Определение полихлорпинена и полихлоркамфена в воздухе, воде, почве, картофеле и свекле, мясе, молоке, тканях внутренних органов животных, крови, моче тонкослойной хроматографией 8

Определение севина в молоке и молочных продуктах газожидкостной хроматографией 17

Определение фосфамида в молоке и тканях животных газожидкостной хроматографией 20

Определение фталофоса в молоке и мясе тонкослойной хроматографией 22

Методические указания по определению метилнитрофоса в мясе, яйцах, молоке методом газожидкостной хроматографии 25

Методические указания по определению абата (дифоса) в мясе и молоке методом хроматографии в тонком слое 27

Методические указания по определению кельтана в молоке газохроматографическим методом 30

Методические указания по определению фоксима (валексона) в молоке и тканях животных методом газожидкостной хроматографии 32

Газоадсорбционный метод определения хлорофоса в молоке, органах и тканях животных и яйцах кур 34

Определение фозалона в молоке и тканях животных, траве, свекле, картофеле и комбикорме с помощью тонкослойной хроматографии 37

Определение пропоксура и фенеткарба в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии 41

Газохроматографический метод определения валексона в молоке, органах и тканях животных 45

Хроматографические методы определения остаточных количеств 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в воде, почве, фураже, продуктах питания растительного и животного происхождения 48

Методические указания по определению оксамата в молоке и тканях животных методом газожидкостной хроматографии 59

Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, мясопродуктах, яйцах, рыбе, молочных продуктах, шоколаде, почве колориметрическим способом или при помощи тонкослойной хроматографии 62

Утверждаю
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
А. И. Заиченко
19.10.1979 № 2098—79

Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, мясопродуктах, яйцах, рыбе, молочных продуктах, шоколаде, почве колориметрическим способом или при помощи тонкослойной хроматографии

Краткая характеристика препаратов приведена ранее.

Методика определения. Основные положения. *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.

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

Диапазон определения концентраций 0,25—2,00 мкг в колориметрируемом объеме. Предел обнаружения 0,25 мкг, или 0,125 мг/кг.

Метрологическая характеристика метода дана в таблицах 1, 2.

Метод тонкослойной хроматографии определения, основанный на экстракции ртути из деструктата дитизоном, переэкстракции бромидом калия, последующем хроматографическом определении в виде дитизоната в тонком слое «Силуфола» или окиси алюминия. Подвижный растворитель – смесь гексана и ацетона (4 : 1). Предел обнаружения составляет 0,25 мкг, или 0,02 мг/кг. Метрологическая характеристика метода дана в таблице 3.

1. Метрологическая характеристика колориметрического метода определения общей ртути, основанного на осаждении ее из деструктата йодидом меди

Число определений n	Внесено, мг/кг	Среднее значение определения, $\bar{c}$, %	Стандартное отклонение S, %	Относительно стандартное отклонение Sr	Размах варьирования R, %
Мясо и мясопродукты					
13	0,0125	83,6	3,52	0,042	81,4—85,8
5	0,025	83,3	0,00	0,000	–
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
Яйца					
5	0,050	80,0	0,00	0,00	–

2. Метрологическая характеристика колориметрического метода определения общей ртути, основанного на экстракции ее из деструктата дитизоном и последующей визуальной колориметрии в виде тетрайодомеркуроата меди

Число определений n	Внесено, мг/кг	Среднее значение определения, $\bar{c}$, %	Стандартное отклонение S, %	Относительное стандартное отклонение Sr	Размах варьирования R, %
Рыба (мышечная ткань)					
4	0,014	92,9	14,3	0,153	85,7—114,7
4	0,028	107,1	8,2	0,076	100,0—111,3
4	0,068	97,1	3,4	0,035	94,1—100,0
Мясо говяжье					
4	0,012	95,8	8,3	0,086	83,3—100,0
4	0,036	99,9	9,0	0,090	88,8—111,0
Почва					
4	0,012	112,4	15,9	0,141	100,0—133,3
4	0,030	96,6	10,3	0,106	80,0—106,6
Шоколад					
4	0,012	120,8	15,9	0,131	100,0—133,3
4	0,036	107,1	5,4	0,050	100,0—111,6

3. Метрологическая характеристика метода тонкослойной хроматографии определения общей ртути

Число определений n	Внесено, мг/кг	Среднее значение определения, $\bar{c}$, %	Стандартное отклонение S, %	Относительное стандартное отклонение Sr	Размах варьирования R, %
Молоко, простокваша					
5	0,0075	68,0	2,24	0,033	66,0—70,0
5	0,0125	72,5	2,80	0,039	70,0—75,0
5	0,0250	72,5	2,80	0,039	70,0—75,0
5	0,0500	75,0	5,54	0,072	70,0—80,0
Масло, сметана					
5	0,0250	75,0	5,54	0,072	70,0—80,0

Реактивы и растворы. *Для деструкции.* Вода дистиллированная. Этиловый спирт 96 %-ный. Азотная кислота хч, концентрированная и разбавленная (1 : 3). Серная кислота хч, концентрированная. Натрий серно-кислый чда, 2,5 н. раствор (свежеприготовленный).

Для колориметрического определения. Медь серно-кислая чда, 10 %-ный раствор. Натрий серно-кислый чда, 1 %-ный и насыщенный раствор. Калий йодистый хч, 3 %-ный раствор. Барий хлористый ч., 20 %-ный раствор. Йод ч. или чда, предварительно, очищенный возгонкой, 0,25 %-ный и 0,35 %-ный растворы в 3 %-ном растворе йодистого калия. Составной раствор: готовят перед употреблением, сливая 10 %-ный раствор серно-кислой меди с 2,5 н. раствором серно-кислого натрия в отношении 1 : 5, смесь перемешивают до растворения образовавшегося осадка и почти полного обесцвечивания.

Взвесь йодида меди: 212 г йодистого калия растворяют в 1—2 л дистиллированной воды, смешивают с раствором серно-кислой меди (160 г в 1 л дистиллированной воды) и оставляют на 30 мин. С образовавшегося осадка декантируют жидкость, осадок многократно промывают дистиллированной водой (по 2—3 л) до светло-желтой окраски промывных вод. Добавляют сначала насыщенный раствор серно-кислого натрия (10—12 мл) для коагуляции осадка, а затем 2,5 н. раствор серно-кислого 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 %-ным раствором хлористого ба-

рия). Фильтр прокалывают, осадок смывают в мерный цилиндр и доводят объем до 1 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 (HgI_2) растворяют в 100 мл 0,25 %-ного раствора йода (100 мкг ртути в 1 мл). Рабочий раствор готовят разведением в 100 раз основного стандартного раствора 0,25 %-ным раствором йода (1 мкг ртути в 1 мл) непосредственно перед определением.

Для определения методом тонкослойной хроматографии. Аммиак чда, концентрированный и 5 %-ный водный раствор. Ацетон чда. Гексан хч. Буферный раствор: 150 г натрия фосфорно-кислого двухзамещенного, хч и 38 г углекислого калия хч растворяют в воде в мерной колбе на 1 л.

Основной раствор дитизона: 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 мин. После разделения фаз хлороформный слой отбрасывают, водный промывают 20 мл хлороформа, последний отбрасывают. Трубку делительной воронки высушивают фильтровальной бумагой, прибавляют в воронку 200 мл хлороформа и разбавленную (1 : 1) соляную кислоту до отчетливо кислой реакции. Смесь встряхивают до тех пор, пока дитизон не перейдет в хлороформ (слой хлороформа при этом окрашивается в темно-зеленый 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 холоде. Раствор устойчив в течение 1 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 хч, 40 %-ный водный раствор. Роданид калия хч или чда, 0,1 н. раствор (9,72 г растворяют в воде в мерной колбе на 1 л). Серная кислота хч, концентрированная. Комплексон III (трилон Б) чда, 0,1 н. раствор (растворяют 37,2 г в воде, в мерной колбе на 1 л). Стандартные растворы: растворяют 0,1668 г нитрата ртути $Hg(NO_3)_2 \cdot {}^1/_2H_2O$ 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 на 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 %-ного 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 холоде. Раствор устойчив 5 дней. Хлороформ перегнанный. Окись алюминия II степени активности для хроматографии. Кальций серно-кислый ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$), высушенный при температуре 160—180 °С в течение 6 ч.

Приборы и посуда. *Для деструкции.* Весы лабораторные технические. Гомогенизатор. Колбы конические на 500—750 мл. Пипетки градуированные. Цилиндры градуированные. Воронки химические диаметром 3—6 см. Баня водяная.

Для колориметрического определения. Весы аналитические. Колбы мерные на 100 мл. Пробирки для колориметрирования. Стаканы химические.

Для ТСХ определения. Воронки делительные на 50, 500 и 1 000 мл. Микропипетки на 0,1 мл. Капиллярные пипетки. Стеклянные пластинки размером 9 × 12 см. Ступка с пестиком. Камера хроматографическая или эксикатор. Чашки фарфоровые на 50—100 мл. Пластинки «Силуфол» или приготовленные следующим образом: 3 г просеянной окиси алюминия тщательно смешивают в ступке с 0,3 г серно-кислого кальция, суспендируют в 5 мл воды и равномерным слоем наносят на стеклянные пластинки размером 9 × 12 см, сушат пластины при комнатной температуре и течение 17—18 ч, хранят в эксикаторе над слоем осушителя.

Подготовка к определению. Пробу 200—250 г образца мяса, мясопродуктов, рыбы, шоколада измельчают на мясорубке и тщательно перемешивают. Среднюю пробу яиц на 10 штук смешивают в смесителе или гомогенизаторе при малом числе оборотов, избегая сильного вспенивания. Масло рекомендуется расплавить на водяной бане и отобрать среднюю пробу.

Ход анализа. *Деструкция пробы, мяса, мясных продуктов, рыбы, яиц, молочных продуктов.* От образца отбирают пробу 40 г, помещают в

коническую колбу на 750 мл и равномерно распределяют по дну. Последовательно прибавляют 1 мл этилового спирта, 15 мл дистиллированной воды, 15 мл концентрированной азотной кислоты и перемешивают.

Деструкция пробы шоколадных изделий. Образец 25 г помещают в коническую колбу на 750 мл и приливают 75 мл разбавленной азотной кислоты (1 : 3).

Деструкция почвы. Образец почвы 50 г помещают в коническую колбу на 750 мл, приливают 10 мл концентрированной азотной кислоты.

После добавления кислот пробы перемешивают и оставляют на 10 мин 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 15 мин 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 1—2 мин.

Деструкцию проводят до полного просветления придонного слоя жидкости в колбе.

К горячему деструктату добавляют 100 мл кипящей дистиллированной воды и фильтруют в коническую колбу (объем не менее 500 мл), содержащую 10 мл 2,5 н. раствора сернисто-кислого 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 ч до последующих операций.

Метод колориметрического определения. Последующую операцию выделения ртути из деструктата проводят одним из следующих способов.

*Первый способ**. В колбу с охлажденным фильтратом деструктата добавляют 10 мл взвеси йодида меди. Если содержимое колбы окрашивается в бурый цвет вследствие выделения йода, добавляют 5—10 мл сернисто-кислого 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 2 раза. При навеске 20 г сокращают количество азотной кислоты до 10 мл и время прогрева на водяной бане до 15 мин. Дальнейший ход анализа остается без изменений.

Когда же содержание ртути в 20 г пробы превышает 25 мкг, анализ может быть проведен по методу А. Н. Крыловой**.

Через час максимально возможно 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 %-ным раствором серно-кислого натрия до исчезновения желтой окраски. Осадок количественно переносят на фильтр и промывают его сначала смесью ацетона с 1 %-ным раствором серно-кислого натрия (1 : 1) около 50 мл, затем 1 %-ным раствором серно-кислого натрия, нанося жидкость по краю фильтра. Отмывание осадка проводят 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 15 мин. Затем его обрабатывают на фильтре определенным объемом 0,35 %-ного раствора йода в зависимости от цвета осадка (табл. 4). Для этого необходимое количество раствора йода отмеривают в цилиндр или пробирку и проводят обработку фильтра небольшими порциями из пипетки (по 1—2 мл), нанося жидкость по краю фильтра. Полученный

---

* Метод разработан А. Н. Крыловой (НИИ судебной медицины), В. Н. Жуленко, К. А. Большаковой, Г. Н. Георгиевой, Л. А. Смирновой (Московский технологический институт мясной и молочной промышленности), И. А. Шумковой, И. Н. Карповой (ВНИИ мясной промышленности).

** А. Н. Крылова. Исследование биологического материала на «металлические» яды дробным методом.—М.: Медицина, 1975, с. 12—18, 20—22.

фильтрат доводят до выбранного объема. Фильтрат можно хранить в пробирках с пришлифованными пробками в темном месте в течение суток.

4. Ориентировочная схема проведения анализа осадка при колориметрическом методе определения ртути

Цвет осадка	Примерное содержание ртути в образце, мкг	Объем 0,35 %-ного раствора йода для обработки осадка, мл	Объем раствора ртути для колориметрирования, мл
Белый	0—5	10	6—3
С розовым оттенком	5—15	15	3—1
Бледно-розовый	15—25	25	1
Ярко-розовый	Свыше 25	Повторить деструкцию, уменьшив навеску	

*Второй способ** извлечения ртути из деструктата. Охлажденный деструктат (или аликвотную часть его) помещают в делительную воронку соответствующего объема, прибавляют 1—2 мл разбавленного (0,001 %-ного) раствора дитизона, встряхивают в течение 1 мин, разделяют 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 %-ного раствора йода и встряхивают в течение 2 мин. Нижнюю фазу отбрасывают, а водную сливают в пробирку, прибавляют по каплям 1 н. раствор йода до уравнивания окраски исследуемого раствора с 0,25 %-ным раствором йода. Последующее определение проводят по обшей 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 (1—6 мл) помещают в пробирку, доводят объем до 6 мл 0,25 %-ным 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.

* Метод разработан Л. Р. Полищук, И. Н. Матвиенко, Т. М. Зубко. И. З. Зисерман (Киевский НИИ гигиены питания).

Одновременно готовят стандартную шкалу. Визуальное сравнение окраски пробы со стандартной шкалой производят через 15 мин после добавления составного раствора. Приготовление стандартной шкалы: в пробирки, отобранные для колориметрирования, вносят точное количество рабочего раствора ртути (1 мкг/мл), указанное в таблице 5, доводят объем до 6 мл 0,25 %-ным раствором йода, добавляют 3 мл составного раствора и тщательно перемешивают.

5. Схема подготовки стандартной шкалы

Количество рабочего раствора ртути, мл	Количество 0,25 %-ного раствора йода, мл	Содержание ртути, мкг	Количество рабочего раствора ртути, мл	Количество 0,25 %-ного раствора йода, мл	Содержание ртути, мкг
0,	6,00	0,	1,25	4,75	1,25
0,25	5,75	0,25	1,50	4,50	1,50
0,50	5,50	0,50	1,75	4,25	1,75
0,75	5,25	0,75	2,00	4,00	2,00
1,00	5,00	1,00	5,00*	1,00	5,00
* 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 (X, мг/кг) вычисляют по формулам. Для первого способа:

$$X = \frac{AV}{V_1 P}, \text{ где}$$

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

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

V_1 – объем анализируемого раствора, взятый для колориметрирования, мл;

P – навеска образца, г.

Для второго способа:

$$X = \frac{AV_1 6}{PV_2V_3}, \text{ где}$$

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

V_1 – объем деструктата всей пробы, мл;

V_2 – объем деструктата, взятый для анализа, мл;

V_3 – объем анализируемого раствора, взятый для колориметрирования, мл;

P – навеска образца, г;

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

Метод тонкослойного определения[*]. Охлажденный фильтрат деструктата переносят в делительную воронку на 500—1 000 мл, прибавляют по 20 мл растворов комплексона III 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 мин. 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 III и роданида калия и извлекают ртуть дитизоном (рабочий раствор Б) дважды порциями по 5 мл. Каждый раз пробу энергично встряхивают в течение 1 мин. Дитизоновые экстракты переносят в делительную воронку, содержащую 40 мл 5 %-ного раствора аммиака, по 10 мл растворов комплексона III 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 из чашки 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 предпола-

---

[*] Метод разработан М. А. Клисенко, А. М. Шмигидиной, Э. П. Чурпием (ВНИИГИНТОКС).

гаемое в пробе количество ртути, слева – «холостую» пробу. Пластинку помещают в затемненную камеру с системой растворителей смеси гексана и ацетона (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 с *Rf* 0,42—0,45.

Количество ртути определяют сравнением интенсивности окраски и площади пятен проб и стандартных растворов. Содержание ртути в пробе (X, мг/мл или мг/кг) вычисляют но формуле:

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

A – количество ртути в анализируемой навеске пробы, мкг;

B – объем (навеска) пробы, взятый 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 па чистоту реактивов.

Обработка результатов анализа. Содержание в анализируемых образцах ртути рассчитывают по формулам, приведенным в данном методическом указании ранее.

gost.e-ecolog.ru