



# **ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

---

## **ОВОЩИ, КОРМА И ПРОДУКТЫ ЖИВОТНОВОДСТВА**

**Определение ртутиорганических пестицидов  
хроматографическими методами**

**СТ РК 2040-2010**

**Издание официальное**

**Комитет технического регулирования и метрологии  
Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан  
(Госстандарт)**

**Астана**

## **Предисловие**

**1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** республиканским государственным предприятиям «Казахстанский институт стандартизации и сертификации», Товарищество с ограниченной ответственностью «Magzoom central group».

**2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 22 ноября 2010 года № 523-од

**3 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ  
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ**

2017 год  
5 лет

## **4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе «Нормативные документы по стандартизации», а текст изменений - в ежемесячных информационных указателях «Государственные стандарты». В случае пересмотра (отмены) или замены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Государственные стандарты»*

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

---

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН**

---

**ОВОЩИ, КОРМА И ПРОДУКТЫ ЖИВОТНОВОДСТВА**

**Определение ртутиорганических пестицидов  
хроматографическими методами**

---

**Дата введения 2012-01-01**

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на овощи, корма и продукты животноводства и устанавливает метод определения ртутиорганических пестицидов с использованием хроматографии.

Метод определения ртутиорганических пестицидов основан на реакции их йодистых солей с дитизоном, образовании окрашенных в оранжевый цвет дитизонатов алкил- и арилртути, которые разделяют в тонком слое окиси алюминия.

**2 Нормативные ссылки**

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия;

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия;

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия;

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия;

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры;

ГОСТ 25336-82 Воронка лабораторная

ГОСТ 29169-91 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой;

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

**ПРИМЕЧАНИЕ** При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Указатель нормативных документов по стандартизации» по состоянию на текущий год и соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям,

опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку

### 3. Принцип метода определения

Идентификация ртутьорганических пестицидов основана на:

- реакции их йодистых солей с дитизоном,
- образовании окрашенных в оранжевый цвет дитизонатов алкил- и арилртути, которые разделяют в тонком слое окиси алюминия.

Для извлечения соединений ртути из биологических материалов применяют два способа.

Первый способ заключается в экстрактивной перегонке алкил-ртути из солянокислой среды и последующей экстракции веществ толуолом.

Второй способ основан на жидкость-жидкостном распределении. Ртутьорганические пестициды извлекают смесью 1 н. соляной кислоты с этанолом, а из вытяжки вещества экстрагируют бензолом. Степень обнаружения добавок 1 мкг фенилртути составляет 55% - 60 %, а 1 мкг метил-, этил- и метоксиэтилртути составляет 80% - 90 %.

Полнота метода определения составляет 90 %. Относительная ошибка определения при полуколичественной оценке составит 30% - 40 %. Чувствительность метода 0,5 мкг органической ртути в пробе массой 50 г (10 мкг/кг).

### 4 Порядок подготовки к проведению метода определения

#### 4.1 Приготовление растворов и реактивов

##### 4.1.1 Приготовление 0,05 М раствора тиосульфата натрия.

Готовят из фиксанала и хранят в темной склянке.

##### 4.1.2 Приготовление рабочего 0,0025 М раствора тиосульфата натрия.

Готовят перед употреблением, смешивая 5 мл 0,05 М раствора, 45 мл дистиллированной воды и 50 мл этилового спирта.

##### 4.1.3 Приготовление 0,02 %-ного раствора дитизона в хлороформе.

В делительной воронке растворяют в хлороформе 50 мг дитизона, прибавляют 200 мл дистиллированной воды и 5 мл-10 мл концентрированного аммиака. Смесь энергично встряхивают 2 мин. После разделения слоев хлороформный слой отбрасывают, водный раствор дитизона промывают 20 мл хлороформа, слой хлороформа отбрасывают. Трубку делительной воронки высушивают фильтровальной бумагой, прибавляют в воронку 200 мл хлороформа и разбавляют (1:1) соляную кислоту до отчетливо кислой реакции. Смесь встряхивают до тех пор, пока дитизон не перейдет в

хлороформ (слой хлороформа окрашивается в темно-зеленый цвет, водная фаза обесцвечивается). Хлороформный слой отделяют в другую делительную воронку и промывают тремя порциями воды по 50 мл. Раствор дитизона в хлороформе сливают в темную склянку и хранят в темноте на холоде. Раствор устойчив в течение месяца

#### 4.1.4 Приготовление 0,002 %-ного раствора дитизона.

Готовят перед употреблением путем разбавления основного раствора хлороформом в 10 раз.

#### 4.1.5 Приготовление 3 М раствора йодистого калия.

10 г соли растворяют в 20 мл воды и добавляют 2 капли 1 н. раствора гидроокиси натрия. Применяют свежий раствор.

#### 4.1.6 Приготовление 1 н. раствора соляной кислоты.

50 мл концентрированной соляной кислоты (плотностью 1,19) смешивают с 550 мл дистиллированной воды.

Смесь 1 н. соляной кислоты с этанолом (7:3 по объему).

#### 4.1.7 Приготовление 0,5 М раствор хлорной меди в 2,5 н. соляной кислоте.

Можно использовать хлористую медь (5 г соли растворяют в 20 мл концентрированной соляной кислоты и добавляют и 80 мл дистиллированной воды).

#### 4.1.8 Приготовление стандартных растворов ртутьорганических пестицидов.

10 мг метилмеркурийодида, этилмеркурхлорида, метоксиэтилмеркурацетата или фенилмеркурацетата растворяют в 10 мл бензола.

Можно использовать препаративные формы пестицидов (взвешивают количество препарата, эквивалентное 10 мг действующего вещества, и вносят в 10 мл бензола). Растворы хранят на холоде. Могут храниться в течение трех месяцев.

#### 4.1.9 Приготовление рабочих растворов ртутьорганических соединений (2 мкг/мл).

0,1 мл основного раствора пестицида вносят в колбу вместимостью 50 мл доводят объем до метки ацетоном. Растворы устойчивы две недели.

#### 4.1.10 Реактивы: Бензол, толуол, хлороформ х.ч. или д.а.

#### 4.1.11 Приготовление метилртути.

В круглодонную колбу вместимостью 50 мл вносят 5 мл йодистого метила и 7 г металлической ртути. Колбу присоединяют к обратному холодильнику, смесь помещают на 6 ч – 10 ч под УФ-лампу низкого давления, чтобы смесь затвердела в виде желтой массы. Метилмеркурийодид экстрагируют ацетоном, фильтруют, концентрируют и перекристаллизовывают из метанола или ацетона. Температура плавления синтезированной метилртути 140,5 °С.

**4.1.12 Приготовление этилмеркурхлорида.**

К 100 г розового гранозана в сухой колбе вместимостью 1 л добавляют 250 мл горячего 1 н раствора соляной кислоты. Содержимое колбы взбалтывают 1 ч на механическом встряхивателе. Суспензию фильтруют через бумажный фильтр в колбу вместимостью 750 мл, осадок промывают 150 мл горячей 1 н. соляной кислоты. К фильтру добавляют 100 мл бензола, колбу помещают в встряхиватель на 1 ч. Содержимое колбы переливают в делительную воронку вместимостью 500 мл. Нижнюю солянокислую фазу сливают в колбу вместимостью 1 л, а бензольный экстракт фильтруют через воронку со стекловатой и хлористым натрием (слой толщиной 1 см) в фарфоровую чашку для выпаривания. Фильтр промывают 10 мл бензола, который присоединяют к экстракту. Растворитель отгоняют в струе воздуха (под тягой). Для удаления воды чашку оставляют на ночь. На следующий день остаток снимают со стенок чашки, растирают и используют в качестве стандарта. Выход продукта составляет 50 % при содержании действующего вещества 97,4 %.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Допускается применять другие оборудования, лабораторные посуды и химические реактивы с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

**5 Приготовление пластинок**

50 г окиси алюминия II степени активности (для хроматографии), просеянной через сито 100 меш, смешивают в фарфоровой ступке с 3,5 г просеянного и прокаленного гипса. Смесь высыпают в колбу вместимостью 500 мл и добавляют 60 мл воды. Смесь встряхивают 2 мин. Свободную от пузырьков воздуха массу распределяют на пластинках 9 см x 12 см (по две чайные ложки) и высушивают на воздухе. Перед употреблением пластинки со слоем адсорбента прокаливают 2 ч в сушильном шкафу при 105<sup>0</sup> С. Хранят пластинки в эксикаторе над безводным хлористым кальцием

**6 Оборудование и лабораторная посуда**

Аппарат для дистилляции на шлифах, состоящий из реакционной колбы вместимостью 250 мл, холодильника длиной 15 см - 20 см и делительной воронки (приемника) вместимостью 250 мл.

Гомогенизатор.

Механический встряхиватель.

Хроматографическая камера вместимостью 1-2 л.

Воронки для фильтрования диаметром 5-10 см.- по ГОСТ 25336;

Делительные воронки вместимостью 500,250 и 50 мл.- по ГОСТ 25336;

Мерные цилиндры на 25,50 и 100 мл. - по ГОСТ 1770, ГОСТ 25336;  
Пипетки на 1,2,5 и 10 мл. – по ГОСТ 25336, ГОСТ 29169, ГОСТ 29227;  
Микропипетки на 0,1-0,2 мл. – по ГОСТ 25336, ГОСТ 29169, ГОСТ 29227;

Пробирки вместимостью 10 мл, градуированные, с притертыми пробками - по ГОСТ 1770, ГОСТ 25336;

Чашки фарфоровые для выпаривания № 5 и 10 – по ГОСТ 9147;

Колбы вместимостью 250 и 500 мл. - по ГОСТ 1770, ГОСТ 25336

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается применять другие оборудования, лабораторные посуду с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

## **7. Процедура проведения анализа**

### **7.1 Экстракция метил- и этилмеркурхлорида из пробы**

10 г - 20 г гомогенизированной или растертой пробы (зерно, корм, рыба, мясо) помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 мл, добавляют 60 мл - 120 мл 1 н. раствора соляной кислоты, 2 мл 0,5 М раствора хлорной меди и несколько кусочков пемзы или стеклянных капилляров. Сухие образцы увлажняют 10 мл - 20 мл воды. Колбу присоединяют к холодильнику с помощью шлифа и нагревают на электроплитке с асбестовой прокладкой. При появлении пены верхнюю часть колбы охлаждают холодной водой. Как только вспенивание прекратится, нагревание усиливают.

Отгон (дистиллят) в объеме 50 мл - 100 мл собирают в делительную (первую) воронку, куда предварительно наливают 6 мл толуола. Колбу охлаждают, вносят в нее 20 мл толуола, присоединяют к холодильнику и повторяют дистилляцию в ту же делительную воронку. Холодильник промывают 5 мл смеси 1 н. соляной кислоты с этанолом (7:3) и раствор сливают в приемник (делительную воронку). Отгон энергично встряхивают 5 мин. После разделения слоев нижнюю фазу отбрасывают, а толуольный экстракт промывают 25 мл воды, встряхивая воронку 3-4 раза. Затем экстракт фильтруют через стекловату или промытую толуолом обычную вату во вторую делительную воронку вместимостью 50 мл. Фильтр промывают 5 мл растворителя.

К экстракту добавляют 5 мл 0,0025 М раствора тиосульфата натрия в разбавленном этаноле, смесь энергично встряхивают 2 мин. После разделения фаз нижний слой сливают в третью делительную воронку, а толуольный экстракт еще раз обрабатывают 5 мл раствора тиосульфата натрия. К объединенным этанольным растворам тиосульфата натрия добавляют 2,5 мл 3 М раствора йодистого калия и 5 мл бензола

.Содержимое воронки энергично встряхивают 2 мин. Верхний бензольный экстракт сливают в фарфоровую чашку. Если конечный экстракт содержит воду, то бензол осторожно переносят в другую сухую чашку, оставляя водную фазу. Экстракт концентрируют до 0,1 мл - 0,2 мл, предварительно добавив к нему 3-4 капли 0,02 %-ного раствора дитизона. Раствор обычно приобретает зеленоватый оттенок. Если экстракт желтеет, следует добавить еще 3-4 капли раствора дитизона до устойчивой зеленоватой окраски.

## **7.2 Экстракция метил, этил, метоксиэтил и фенилртути.**

25 г растертой или гомогенизированной пробы (рыба, мясо) или 50 г овощей, целого зерна, почвы, зеленых кормов помещают в колбу на 250 мл. Приливают 100 мл горячей (80 °С) смеси 1 н. соляной кислоты с этанолом (7:3) и 2 мл раствора хлорной меди. 25г комбикорма в колбе смачивают 20 мл воды.

В колбу вместимостью 250 мл вливают 50 мл молока, добавляют 50 мл спирта, 2 мл раствора хлорной меди и 10 мл концентрированной соляной кислоты. Содержимое колбы быстро перемешивают, добавляют 50 мл кипящей воды и опять перемешивают. Образцы встряхивают в течение часа. Вносят 10 мл 40 %-ного раствора фосфорновольфрамовой кислоты. Содержимое колбы перемешивают и через 10 мин фильтруют через складчатый бумажный фильтр. Остаток на фильтре промывают 50 мл смеси соляной кислоты с этанолом (7:3). Фильтрат собирают в чистую колбу на 500 мл, добавляют к нему 50 мл бензола и встряхивают 1,5 ч. Содержимое колбы переносят в делительную воронку вместимостью 250 мл, используя 10 мл бензола. После разделения слоев отделяют (отбрасывают) нижнюю водную фазу, а экстракт промывают 50 мл воды, слегка перемешивая его 3-4 раза. Нижнюю фазу опять отделяют (отбрасывают), а бензольный экстракт фильтруют через вату, промытую бензолом, в другую делительную воронку.

Резкстрагируют соединения ртути двумя порциями по 10 мл 0,0025 М раствора тиосульфата натрия в течение 2 мин каждый раз. К резкэкстракту добавляют 5 мл 3 М раствора йодистого калия. Ртутьорганические пестициды извлекают 5 мл бензола в течение 2 мин. Бензольный экстракт концентрируют, как и при первом способе, добавив к нему 3-4 капли раствора дитизона, или используют его для газохроматографического анализа.

## **7.3 Приготовление соединений**

0,5 мл - 1 мл стандартного разбавленного ацетоном раствора этилртутихлорида или других соединений (1 мкг - 4 мкг) вносят в



делительную воронку вместимостью 50 мл, содержащую 10 мл 0,0025 М раствора тиосульфата натрия. Раствор перемешивают, добавляют 2,5 мл 3 М раствора йодистого калия и 5 мл бензол. Экстракция соединений ртути продолжается 2 мин. Экстракты упаривают после обработки их 0,02 %-ным раствором дитизона до объема 0,1 мл -0,2 мл.

#### 7.4 Хроматографирование

Экстракт проб и свидетели наносят на пластинку микропипеткой или пипеткой Пастера в следующей последовательности:

- свидетель (1 мкг),
- проба (I повторность),
- проба (II повторность),
- свидетель (2 мкг).

Остаток со стенок чашки смывают 0,002 %-ным раствором дитизона в хлороформе и наносят на пластинку. Размер пятна не должен превышать 5 мм. Пятна наносят на расстоянии 1,5 см - 2 см от края пластинки. Часть пластинки с пятнами не погружают в растворитель.

В камеру для хроматографирования (эксикатор) наливают 50 мл смеси гексан с ацетоном (4:1), помещают ленту фильтровальной бумаги шириной 5 см, чтобы края ее достигали верхней кромки сосуда. Смачивают ленту смесью растворителей и через 20 мин -30 мин ставят пластинку в вертикальном положении. Камеру герметично закрывают, смазав крышку апиезоном или высоковакуумной смазкой. После того как растворитель поднимется на высоту 9 см - 10 см, пластинку вынимают, отмечают фронт растворителя и высушивают при комнатной температуре.

Органические соединения ртути выявляются в виде желто-оранжевых пятен со следующими значениями  $R_f$ :

- фенилртуть  $0,35 \pm 0,02$ ,
- этилртуть  $0,45 \pm 0,02$ ,
- метоксизтилртуть  $0,42 \pm 0,02$ ,
- метилртуть  $0,48 \pm 0,02$

Значение ртутьорганических соединений могут колебаться в зависимости от условий хроматографирования, поэтому идентификацию органической ртути в пробах следует проводить с учетом  $R_f$  свидетелей. Количество органической ртути в пробе определяют путем сравнения интенсивности окраски и площадей пятен свидетелей и проб не более чем через час после высушивания хроматограмм (пятна обесцвечиваются).

Для количественного определения веществ с пластинки соскабливают зоны, соответствующие пятнам органической ртути. Адсорбент помещают на промытый хлороформом бумажный фильтр, дитизонаты элюируют 2 мл хлороформа. Измеряют оптическую плотность экстракта с синим

светофильтром на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре при длине волны 485 нм. Параллельно измеряют оптическую плотность свидетелей (1 мкг -5 мкг). Для сравнения используют хлороформ.

### **8. Вычисления результатов анализа (расчет).**

Концентрацию органических соединений ртути вычисляют по Формуле:

$$X = \frac{A}{P}, \quad (1)$$

Где: X- содержание метил, этил, метоксилэтил или фенилртути в исследуемой пробе, мг/ кг;

A - содержание органической ртути в пробе, мкг;

P - масса пробы, г.

### **9 Оформление результатов анализа**

Полученные результаты регистрируют в протоколе, в котором указывают:

обозначение настоящего стандарта;

порядковый номер пробы;

отклонения при проведении определения, если таковые имелись, и факторы, отрицательно влияющие на результаты анализа;

дату отбора пробы и проведения анализа;

результат анализа;

фамилию исполнителя.

Басуға \_\_\_\_\_ ж. қол қойылды Пішімі 60x84 1/16  
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,  
«Times New Roman»  
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы \_\_\_\_\_ дана. Тапсырыс \_\_\_\_\_

---

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»  
республикалық мемлекеттік кәсіпорны  
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,  
«Эталон орталығы» ғимараты  
Тел.: 8 (7172) 79 33 24