ТОО «КонструктивЭнергоСтрой»

О Т Ч Е Т №1

Отчет по результатам обследования и отбора проб на участке, загрязненного опасными отходами Фосфогипс (пришедшими в негодность и перемешанных с землей), расположенных на земельном участке территории бывшей Атбасарской химической базы на границе города Атбасар.

Этап 1

Осмотр участка и отбор проб

Директор ТОО «КонструктивЭнергоСтрой» Бытимбаев М.С.

СОДЕРЖАНИЕ

Сокращения.....3

1. Описание проекта 4

1.1. Основания для проведения исследований:.....4

1.2. Цель проекта: 4

1.3. Задачи проекта:.....4

2. Введение 5

2.1. История объединения «Союзсельхозхимия» 8

3. Описание загрязненного участка 13

4. Отбор проб на участке. 19

4.1. Методики отбора проб.....19

4.2. Отбор проб 19

5. Описание лаборатории филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» Комитета контроля качества и безопасности товаров и услуг Министерства здравоохранения Республики Казахстан по городу Нур-Султан.....23

6. Описание лаборатории ТОО «ЭкоЛюкс Ас», г. Степногорск 23

Сокращения

1. ОВОС – Оценка воздействия на окружающую среду
2. СОЗ – Стойкие органические загрязнители
3. т.д. – так далее
4. АО – Акционерное общество
5. ТОО – Товарищество с ограниченной ответственностью
6. СССР – Сою́з Сове́тских Социалисти́ческих Респу́блик
7. Минсельхоз – Министерство сельского хозяйства
8. ЦК КПСС – Центральный комитет Коммунистической партии Советского Союза

Список таблиц

Таблица 1. Перечень отобранных проб на территории базы в Атбасаре
Таблица 2. Проведение лабораторно-инструментальных анализов испытательным центром согласно области аккредитации

Список рисунков и фото

1. Фото1. Снимок со спутника – 1.
2. Фото 2. Снимок со спутника – 2.
3. Фото 3. Общий план территории
4. Фото 4. Бывший крытый склад
5. Фото 5. Второй крытый склад.
6. Фото 6. Куча № 1
7. Фото 7. Куча № 2
8. Фото 8. Куча № 3
9. Фото 9. Кучи № 3 и № 4 (справа)
10. Фото 10.Куча № 5
11. Фото 11. Дорога загрязненная фоссфогипсом
12. Фото 12. Снимок со спутника – 3.
13. Фото 13. Розлив нефтепродуктов
14. Фото 14. Асфальтный завод
15. Фото 15. Остатки упаковки пестицидов
16. Фото 16-17. Отбор проб с кучи № 1 с двух сторон
17. Фото 18-19. Отбор проб с кучи № 3 с двух сторон
18. Фото 20. Отбор пробы с кучи № 4
19. Фото 21. Проба почвы на «возможно чистом» месте для контроля
20. Фото 22. Коллектив ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»

1. Описание проекта

1.1. Основания для проведения исследований:

Решением Атбасарского районного суда Акмолинской области, дело № 2-139/2016 от 12 апреля 2016 года фосфогипс (пришедший в негодность и перемешанный с землей) в 5 не до конца сформированных кучах и расположенный на земельном участке территории бывшей Атбасарской химической базы на границе города Атбасар в количестве 5 000 тонн признан бесхозяйным и актом передачи бесхозяйных опасных отходов от 27 июля 2017 года передан в республиканскую собственность.

В соответствии с Приказом Министра энергетики Республики Казахстан от 20 марта 2015 года № 229 «Об утверждении Правил управления бесхозяйными опасными отходами, признанными решением суда поступившими в республиканскую собственность» отданы под управление АО «Жасыл Даму».

АО «Жасыл Даму» объявил конкурс на Услуги на проведение лабораторных исследований, определения воздействия на окружающую среду бесхозяйных опасных отходов, расположенных на земельном участке территории бывшей Атбасарской химической базы на границе городе Атбасар Акмолинской области. Победителем данного конкурса стало ТОО «КонструктивЭнергоСтрой»

1.2. Цель проекта:

Проведение исследований по загрязнению фосфогипсом участка бывшей Атбасарской химической базы на границе городе Атбасар Акмолинской области и определению воздействия на окружающую среду бесхозяйных опасных отходов, признанными решением суда поступившими в республиканскую собственность.

1.3. Задачи проекта:

2. Осмотр и описание изучаемого участка, определение границ загрязнения.
3. Отбор проб, определение списка возможных загрязнителей.
4. Проведение лабораторных исследований и анализ полученных результатов.
5. Анализ степени и глубины загрязнения участка.
6. Определение возможного негативного влияния загрязненности участка на окружающую среду и здоровье населения.

2. Введение

Атбаса́р — город в Акмолинской области, центр одноимённого района. Расположен на правом берегу реки Жабай (приток реки Ишим) в 229 км к западу-северо-западу от г. Нур-Султан и в 196 км к югу от областного центра г. Кокшетау.

Характерный для окружающей местности рельеф — мелкосопочник, наряду с которым распространены холмисто-увалистые и плоско-равнинные пространства.

Основан в 1845 году как казачья станица Атбасарская. Предыстория основания Атбасара связана с постройкой пограничного поста (пикета) во второй половине 1830-х годов на почтовом тракте Кокчетав — Акмола, у слияния рек Атбасарка (старое название р. Жабай) и Керегетас.

Название города связано с названием реки и окружающей местности. Атбасар возник на пересечении караванных и скотопрогонных дорог, по которым перегонялись огромные табуны лошадей и другой скот. Это было известное место торговли скотом — «ат базар», то есть конский базар; по одной из версий слово «атбасар» происходит от казахских слов «ат»-лошадь и «басар»-топтать.

На границе города располагалось предприятие «Сельхозхимия», которое в настоящее время является заброшенным и полуразрушенным.

Фото1. Снимок со спутника – 1.

В 90-ые годы прошлого столетия некоторые предприятия горнодобывающей и перерабатывающей отраслей, военного назначения, колхозы и совхозы, склады хранения агрохимических препаратов были ликвидированы. Территории земельных участков были загрязнены радиоактивными, биологическими и химическими веществами в концентрациях, представляющих опасность для человека. В настоящее время данные объекты признаются судом бесхозными вместе со скопившимися отходами.

На территории бывшего предприятия «Сельхозхимия» в г.Атбасар находятся 2 полуразрушенных склада, где имеется приблизительно 5000 тонн остатков и смесей минеральных удобрений (суперфосфат простой, аммофос, фосфогипс и др.) перемешанные с грунтом.

Фото 2. Снимок со спутника – 2.

2.1. История объединения «Союзсельхозхимия»

Активное и целенаправленное использование химических средств защиты растений в Советском Союзе, в частности, пестицидов, относятся к 60 годам прошлого XX века, когда был провозглашен лозунг «Химизация всей страны». В это же время начинает формироваться и правовая база применения химических веществ в сельском хозяйстве.

Важнейшим направлением повышения урожайности сельскохозяйственных культур является сбалансированная и регламентированная агрохимизация или иными словами использование в сельском хозяйстве для этих целей специальных химических веществ, их соединений и препаратов. Химизация сельского хозяйства и других отраслей АПК имеет своей задачей обеспечение роста производства, сохранение и улучшение качества продукции земледелия и животноводства, повышение эффективности сельскохозяйственного производства за счет широкого применения минеральных удобрений, пестицидов., химических кормовых добавок, консервантов кормов.

Однако такой способ повышения урожайности сельскохозяйственных культур заострил экологическую проблему, поскольку агрохимизация представляет собой мощный фактор отрицательного воздействия современного сельского хозяйства на окружающую среду.

Постановлением ЦК КПСС и Совета Министров СССР от 18 апреля 1958 года «О дальнейшем развитии колхозного строя и реорганизации машинно-тракторных станций на ремонтно-технические станции было возложено проведение работ по борьбе с вредителями и болезнями сельскохозяйственных растений. Указывалось также, что надзор за проведением мероприятий по борьбе с вредителями и болезнями сельскохозяйственных растений должны осуществлять районные инспекции по сельскому хозяйству, которые образовывались при исполкомах районных Советов депутатов трудящихся. Тем самым впервые было закреплено, что защита сельскохозяйственных культур от болезней и вредителей является проблемой государственного значения.

В целях улучшения обеспечения сельского хозяйства техникой и удобрениями в 1961 году было образовано Всесоюзное объединение Совета Министров СССР по продаже сельскохозяйственной техники, запасных частей, минеральных удобрений и других материально-технических средств, организации ремонта и использования машин в колхозах и совхозах «Союзсельхозтехника». В союзных республиках создавались хозрасчетные объединения «Сельхозтехника».

Одной из главных задач Всесоюзного объединения «Союзсельхозтехника» было снабжение сельскохозяйственных предприятий

и организаций минеральными удобрениями, химическими средствами защиты растений и обеспечение потребностей организаций в машинах и механизмах для их внесения. В структуре центрального аппарата Минсельхоза предусматривалось создание Государственной инспекции по карантину и защите растений и Государственной комиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками «Госхимкомиссии». На уровне союзных республик эти функции возлагались соответственно на управления по защите растений, в областях на отделы защиты растений, а также на республиканские, областные станции по защите растений с межрайонными отрядами по борьбе с вредителями и болезнями растений.

Позднее, а точнее 9 августа 1979 года, в системе Министерства сельского хозяйства СССР было создано Всесоюзное производственно-научное объединение по агрохимическому обслуживанию сельского хозяйства «Союзсельхозхимия», которому перешли функции по обеспечению колхозов и совхозов необходимыми удобрениями и пестицидами. Подразделения «Союзсельхозхимия» были организованы во всех областных и районных центрах по всему Союзу, в том числе и в Казахстане.

При этом на объединение «Союзсельхозхимия» была возложена вся полнота ответственности за научно-обоснованное использование минеральных и органических удобрений, химических и биологических средств защиты растений, мелиорантов почв, кормовых добавок, ростовых веществ и других средств химизации сельского хозяйства во всех колхозах, совхозах и других государственных предприятиях. Функции единой специализированной агрохимической службы сводились к следующему:

- подготовка предложений по перспективам развития химизации сельского хозяйства, разработка проектов годовых и пятилетних планов экономического и социального развития по этим вопросам;
- снабжение сельскохозяйственных предприятий минеральными удобрениями, химическими и биологическими средствами защиты растений, мелиорантами почв, кормовыми добавками, пленками, а также другими химическими продуктами;
- организация работ по повышению плодородия земель и химической мелиорации почв, по внесению в почву органических удобрений, обработке посевов сельскохозяйственных культур химическими и биологическими средствами защиты растений и обслуживанию сельскохозяйственной авиации;
- проведение в сельскохозяйственных предприятиях комплекса почвенно-агрохимических исследований, а также анализа качества кормов и другой сельскохозяйственной продукции, выдача хозяйствам проектно-

сметной документации по эффективному использованию средств химизации, изучение и внедрение достижений науки, техники и передового опыта по агрохимическому обслуживанию;

- организация своевременного проведения мероприятий по борьбе с вредителями и болезнями сельскохозяйственных растений и применения химических средств для борьбы с сорняками, внедрение прогрессивных технологий для этих целей;
- государственный контроль за проведением всеми землепользователями рекомендуемых мероприятий по борьбе с вредителями и болезнями сельскохозяйственных растений и сорняками, за качеством выполнения данных работ, за строжайшим соблюдением сельскохозяйственными предприятиями установленных регламентов по применению пестицидов, обеспечивающих недопущение накопления ядохимикатов в сельскохозяйственной продукции, почве, в водных источниках и других объектах внешней среды свыше установленных безопасных норм;
- организация подготовки и переподготовки специалистов и кадров массовых профессий по химизации сельского хозяйства и защиты растений и т.д.

Таким образом, функции «Союзсельхозхимии» включали всю совокупность мероприятий, возникающих в области химизации сельского хозяйства, тем самым, ознаменовав собой выделение отрасли агрохимического обслуживания в самостоятельную сферу производственно-технического обслуживания сельского хозяйства, обладающую обособленной организационно-правовой структурой.

К сожалению, нормативно-правовому регулированию регламентов применения, средств химизации не уделялось должного внимания, поскольку оно сводилось в основном к утверждению государственных стандартов. В 1960-1966 годах наблюдался значительный рост производства химических средств защиты растений (пестицидов) в 3 раза, а расширение ассортимента более чем в 2 раза.

Следствием нарушения правил транспортировки, хранения, применения агрохимикатов стали массовые отравления людей, животных, повреждение и гибель посевов и насаждений.

С целью развития производства эффективных и более безопасных для населения средств защиты растений было принято решение о стандартизации химических средств защиты растений.

Отдельные императивные нормы, направленные, с одной стороны, на улучшение организации защиты сельскохозяйственных растений от вредителей и болезней, и с другой стороны на предотвращение негативных последствий такой защиты, были закреплены и в нормативных правовых

актах. Так, на Минсельхоз СССР было возложено осуществление систематического контроля за строжайшим соблюдением сельскохозяйственными предприятиями установленных регламентов по применению пестицидов, обеспечивающих недопущение накопления остаточных количеств ядохимикатов в сельскохозяйственной продукции, почве, водоисточниках и других объектах внешней среды выше установленных безопасных норм.

Природоохранные нормы в области использования химических веществ в сельском хозяйстве появились значительно позже, лишь в 1970х годах XX века. В то же время, выполнение ранее принятых установленных регламентов применения пестицидов и минеральных удобрений также способствовало недопущению загрязнения окружающей среды средствами химизации.

Поворотным моментом в связи с вышесказанным следует признать постановление ЦК КПСС и Совета Министров СССР от 29 декабря 1972 года №898 «Об усилении охраны природы и улучшении использования природных ресурсов». Впервые на законодательном уровне была закреплена не только необходимость предупреждения загрязнения почвы, водоемов и других объектов внешней среды ядохимикатами, применяемыми для борьбы с вредителями, болезнями растений, сорняками, а также вредными насекомыми и грызунами, но и предложены конкретные мероприятия с целью ее реализации.

Также на законодательном уровне были закреплены меры, направленные на охрану здоровья человека и окружающей среды.

Так, Постановлением ЦК КПСС и Совета Министров СССР от 1 декабря 1978 года №984 «О дополнительных мерах по усилению охраны природы и улучшению использования природных ресурсов» всем лицам, допущенным медкомиссией к работе с ядохимикатами, предписывалось оформлять медицинские книжки установленной формы. Главным государственным санитарным врачам областей, городов и районов предписывалось обеспечивать действенный санитарный надзор за соблюдением в сельскохозяйственных организациях санитарных правил по хранению, транспортировке и применению пестицидов в сельском хозяйстве. Устанавливался постоянный лабораторный контроль за содержанием пестицидов в пищевых продуктах и объектах внешней среды. Особое внимание обращалось на исследование воздуха рабочей зоны, почвы и воды вокруг источников загрязнения.

Постановлением ЦК КПСС и Совета Министров СССР от 7 января 1988 года № 32 «О коренной перестройке дела охраны природы в стране» был создан Союзный Государственный комитет по охране природы (Госкомприрода СССР), как центральный орган государственного

управления в области охраны природы и использования природных ресурсов.

На него возлагалось осуществление комплексного управления природоохранной деятельностью в стране, разработка и проведение единой научно-технической политики в области охраны природы и рационального использования природных ресурсов, координация деятельности министерств и ведомств в этой области, государственный контроль использования и охраны земель, поверхностных и подземных вод, атмосферного воздуха., растительного, (в том числе лесов) и животного мира, морской среды, континентального шельфа, а также общераспространенных полезных ископаемых. Но в декабре 1991 года Советского Союза не стало.

С развалом Советского Союза базы Союзсельхозхимии некоторое время продолжали еще функционировать, но из-за отсутствия централизованного снабжения постепенно перестали работать. В начале и середине 90х годов большую часть подразделений Союхсельхозхимии приватизировали. При этом в областных центрах склады с железнодорожными и автомобильными подъездами были перепрофилированы для хранения товаров. А в районных центрах приватизированные склады разбирали до фундамента и распродавали на стройматериалы и металлолом. Остатки удобрений и пестицидов по возможности также распродавали, но невостребованные пестициды из-за истечения срока годности остались на территории бывших складов, разносясь ветром и загрязняя все большие территории вокруг.

3. Описание загрязненного участка

28 августа 2020 года сотрудниками ТОО «КонструктивЭнергоСтрой» в составе 4 х человек и в присутствии представителя АО «Жасыл Даму» Сарсеновой Анары был произведен осмотр территории базы Атбасара. На территории бывшей базы имеются развалины бывшего склада ядохимикатов (фото 1-3) и 5 куч фосфогипса (фото 4-8).

Фото 3. Общий план территории.

Фото 4. Бывший крытый склад

Фото 5. Второй крытый склад.

По информации, собранной сотрудником поселкового Акимата … у людей, ранее работавших на данной базе, на скрытом складе хранились пестициды и другие ядохимикаты, а на открытой территории насыпью хранились фосфогипс и аммиачная селитра. Судя по состоянию на настоящий период, практически вся территория базы справа от склада была занята удобрениями.

Фото 6. Куча № 1

Фото 7. Куча № 2

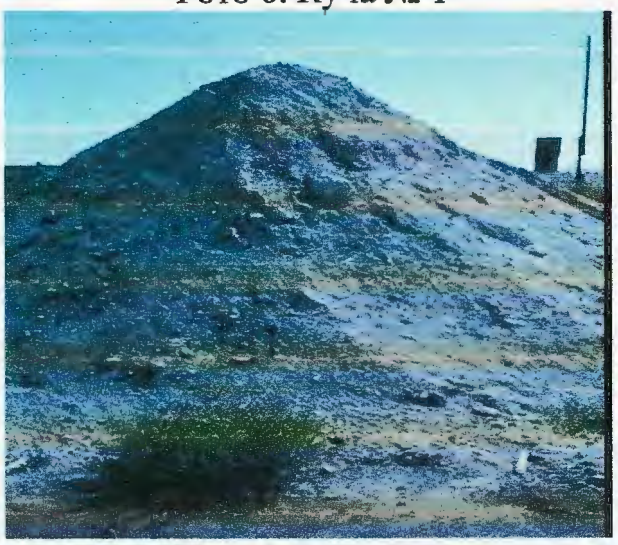


Фото 8. Куча № 3

Фото 9. Кучи № 3 и № 4 (справа)

Фото 10.Куча № 5

Как видно из фотографий, фосфогипс сильно загрязнен землей и по структуре рассыпчатый. По-видимому, фосфогипс сгребали в кучи тракторами. В тоже время фосфогипс на оставшихся участках очень плотный и настолько утрамбованный, так что простая лопата его не берет.

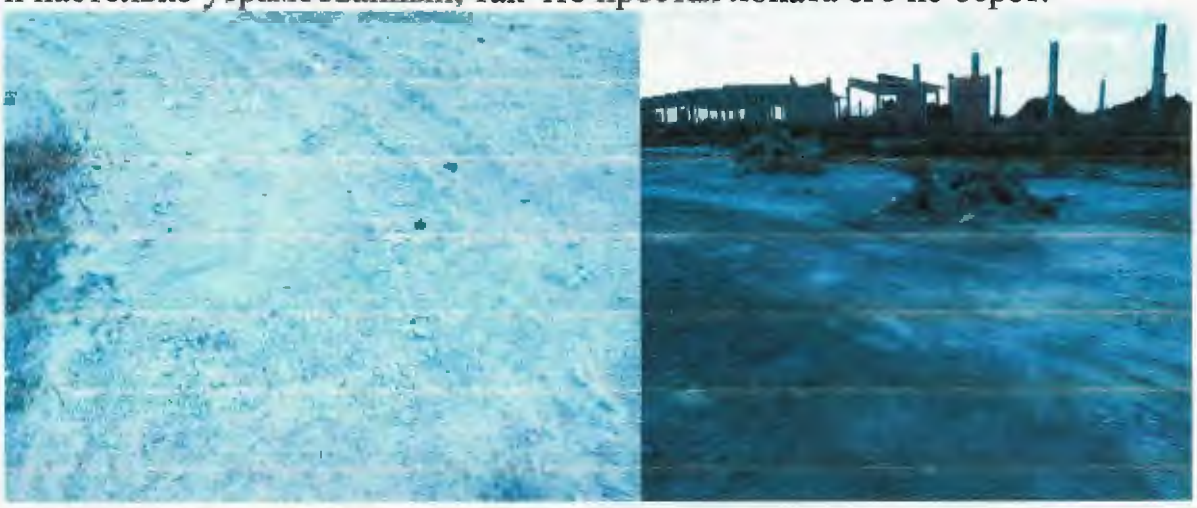


Фото 11. Дорога загрязненная фоссфогипсом

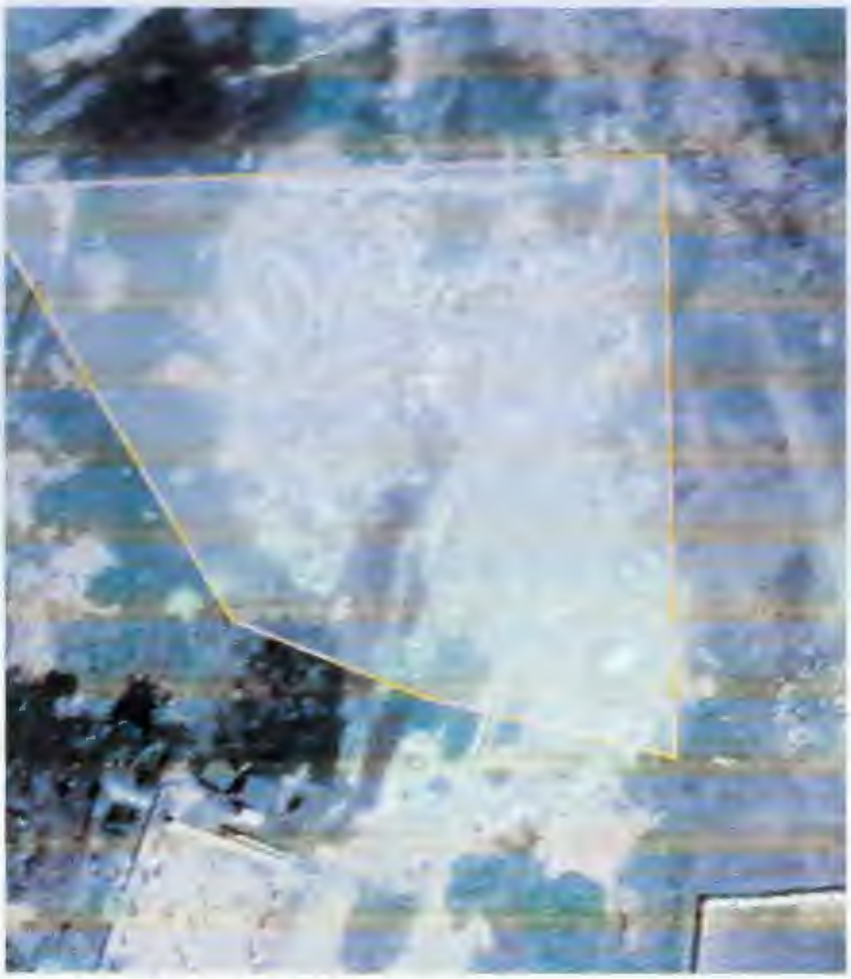


Фото 12. Снимок со спутника – 3.

Также на территории базы забывшим зданием склада обнаружен розлив нефтепродуктов. По-видимому, он был произведен сотрудниками асфальтного завода (сине – белый ангар и установка на фото ниже).

Фото 13. Розлив нефтепродуктов.

Фото 14. Асфальтный завод

Кроме того, там же были обнаружены остатки от целлофановых мешков из-под пестицидов, а также сами пестициды фиолетового цвета (отданы на анализ в лабораторию).

Фото 15. Остатки упаковки пестицидов

4. Отбор проб на участке

4.1. Методики отбора проб

Пробы отбирались согласно с «Межгосударственным стандартом охраны природы, почвы» ГОСТ 17.4.4.02-2017 (Приложение 1). Настоящий стандарт распространяется на случаи общего и локального загрязнения почв, происшедшего в результате аварийных розливов и просыпки токсичных материалов, аварийных залповых выбросов вредных и токсичных веществ, разрывов канализационных коллекторов, разрушения дамб и обваловок шламонакопителей и в других аварийных ситуациях для установления факта наличия загрязнения. Настоящий стандарт устанавливает методы отбора и подготовки проб почвы естественного и нарушенного сложения для химического, бактериологического и гельминтологического анализа. Настоящий стандарт предназначен для контроля общего и локального загрязнения почв в районах воздействия промышленных, сельскохозяйственных, хозяйственно-бытовых и транспортных источников загрязнения, при оценке качественного состояния почв, а также при контроле состояния плодородного слоя, предназначенного для землевания малопродуктивных угодий и при осуществлении государственного экологического надзора.

Помимо Стандарта аналогичная методика отбора проб прописана в СанПиН 6.01.001-97 и РД 52 Отбор проб почвы (Приложение 2).

4.2. Отбор проб

Пробы отбирали в 5 кучах на глубину до 1 метра. Поскольку в ТЗ было обозначено по 3 представительных проб с каждой кучи и главной задачей обследования является определение степени загрязнения участка и возможного влияния на окружающую среду и здоровье населения, то было решено отобрать пробы во всех кучах, но в трех уровнях (поверхность, глубина 50 см и 1-1,2 метра) для определения степени проникновения загрязнения в глубину. При этом на поверхности в каждой куче отбирали по три пробы с разных сторон кучи, при этом каждая из проб в свою очередь отбиралась по методу конверта с поверхности и из глубины кучи. для получения усредненной пробы согласно Таким образом, в каждой куче было отобрано 5 проб:

3 пробы с каждой кучи с разных сторон

1 проба на глубине 50 см

1 проба на глубине 100 -120 см

Фото 16-17. Отбор проб с кучи № 1 с двух сторон

Фото 18-19. Отбор проб с кучи № 3 с двух сторон

Фото 20. Отбор пробы с кучи № 4

Фото 21. Проба почвы на «возможно чистом» месте для контроля

Поскольку фосфогипс в каждой кучи довольно однороден, было решено из трех проб фосфогипса из каждой кучи подготовить усредненную пробу для каждой кучи. Для чего все три пробы с каждой кучи были перемешаны и методом конверта отобрана одна усредненная проба каждой кучи, поделена на две части. В соответствии с Конкурсной документацией ТОО «КонструктивЭнергоСтрой» одна часть усредненных проб была отдана на анализ в лабораторию филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» Комитета контроля качества и безопасности товаров и услуг Министерства здравоохранения Республики Казахстан по городу Нур-Султан и вторая часть - лаборатории ТОО «ЭкоЛюкс Ас», г. Степногорск.

Таблица 1. Перечень отобранных проб на территории базы в Атбасаре

Сынаманың тіркелу нөмірі Регистрационный номер	Алынған сынамалар тізімі (Перечень отобранных образцов)	Мөлшері, (грамм) Количество (грамм)	Алу терендігі (сантиметр) Глубина отбора (см	Орама түрі мен пломба нөмірі (Вид упаковки и номер печати(пломбы)
1 куча 1.1 проба	Усредненная проба с кучи №1	500	поверхность	1-1
1 куча 1.2 проба	куча №1	500	50 см	1-2
1 куча 1.3 проба	куча №1	500	100 см	1-3
2 куча 2.1 проба	Усредненная проба с кучи №2	500	поверхность	2-1
2 куча 2.2 проба	куча №2	500	50 см	2-2
2 куча 2.3 проба	куча №2	500	1 метр	2-3

3 куча 3.1 проба	Усредненная проба с кучи №3	500	поверхность	3-1
3 куча 3.2 проба	куча №3	500	50 см	3-2
3 куча 3.3 проба	куча №3	500	120 см	3-3
4 куча 4.1 проба	Усредненная проба с кучи №4	500	поверхность	4-1
4 куча 4.2 проба	куча №4	500	50 см	4-2
4 куча 4.3 проба	куча №4	500	120 см	4-3
5 куча 5.1 проба	Усредненная проба с кучи №5	500	поверхность	5-1
5 куча 5.2 проба	куча №5	500	150 см	5-2
6.0 проба	Рядом с территорией склада	500	поверхность	6-1

Таблица 2. Координаты точек отбора проб.

№	Широта	Долгота	Подпись
1	51.78375498590901	68.33322969332865	куча №1
2	51.78364851680276	68.3334013547056	Куча №2
3	51.78338234292689	68.3334228123776	куча №3
4	51.781951631294234	68.33244648829599	Куча №4
5	51.780055036271534	68.33177057162415	Куча №5

Координаты определяли с помощью программы GPS на телефоне.

5. Описание лаборатории филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» Комитета контроля качества и безопасности товаров и услуг Министерства здравоохранения Республики Казахстан по городу Нур-Султан

Лаборатория филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» Комитета контроля качества и безопасности товаров и услуг Министерства здравоохранения Республики Казахстан по городу Нур-Султан является сертифицированной и аккредитованной лабораторией на многие виды анализов, представленные в Приложении 3.

Лаборатория оснащена самыми современными приборами, такими, как Хромато-масс-спектрометр, газовые и газожидкостные хроматографы, атомно-адсорбционный спектрометр и т.д.

6. Описание лаборатории ТОО «ЭкоЛюкс Ас», г. Степногорск

ТОО «ЭкоЛюкс-Ас» образовано 25 июня 2009 году и расположено по адресу: 021500, Акмолинская область, г. Степногорск, 7 микрорайон, 55 здание.

В состав ТОО входит:

- Испытательная аккредитованная лаборатория,
- Проектная организация,
- Производственная база со складами для упаковки и хранения ПХД-отходов.

Фото 22. Коллектив ТОО «ЭкоЛюкс-Ас».

В настоящее время ТОО «ЭкоЛюкс-Ас» прошло переаккредитацию (Приложение 4) и получило статус испытательного центра экологического мониторинга (стационарный/мобильный).

Таблица 2. Проведение лабораторно-инструментальных анализов испытательным центром согласно области аккредитации:

1. Вода:	**2. Руды, металлы и концентраты:**	**3. Воздух, выбросы, физические факторы:**
• Вода природная (поверхностная, подземная) • Вода сточная (до очистки, после очистки) • Вода хоз. питьевого назначения • Вода питьевая • Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые • Вода морская • Атмосферные осадки • Вода плавательных бассейнов	• Руды, цветные металлы, концентраты и продукты технологического цикла их переработки • Концентрат молибденовый • Концентрат висмутовый • Концентрат вольфрамовый • Концентраты свинцовые • Концентраты цинковые • Руды хромовые и концентраты • Руды железные • Руды марганцевые, концентраты и агломераты • Руды медесодержащие и полиметаллические. Концентраты медные	• Физические факторы рабочей зоны, селитебной территории, жилых и общественных зданий • Рабочие производственные помещения в т.ч. для целей аттестации рабочих мест • Выбросы промышленных предприятий в атмосферу • Атмосферный воздух населенных мест • Атмосферный воздух СЗЗ, селитебной территории • Воздух рабочей зоны
4. Стойкие органические загрязнители, биологические объекты:	**5. Почва, отходы, шламы:**	**6. Радиационный контроль:**
• Пестициды • Биологические объекты (материалы) растительного и животного (рыбы, морские млекопитающие, беспозвоночные) происхождения • Негалогенизированные изоляционные жидкости (ПХД)	• Почва, грунты, донные отложения • Отходы нефтедобывающей и нефтеперерабатывающей промышленности • Промышленные и бытовые твердые отходы • Отходы вторичного сырья • Шламы • Топливо твердое (бурые и каменные угли, антрациты)	• Радиационный контроль окружающей среды (объектов окружающей среды, рабочих мест, установок, транспортных средств)

ПРИЛОЖЕНИЯ

А4 Форматы
Формат А4

ТОО «КонструктивЭнегоСтрой г. Нур-Султан, пр. Р. Кошкарбаева, 46 офис 220 тел. 87018801710, 87017506333	Нысанның БҚСЖ бойынша коды Код формы по ОКУД _____ ҚҰЖЖ бойынша ұйым коды Код организации по ОКПО _____

Топырақ үлгілерін алу
АКТІСІ
АКТ отбора образцов почвы
(от) «29» августа күні 2020 ж. (г.)

1. Объектінің атауы (Наименование объекта) Акмолинская область г.Атбасар, территория бывшего химсклада «Сельхозхимия»
2. Тексеру белгіленгені туралы актінің нөмірі мен күні (Номер и дата акта о назначении проверки) _____
3. Сынама алынған орын, ұсынушы (Место отбора) Акмолинская область г.Атбасар, территория бывшего химсклада «Сельхозхимия»
4. Сынамалар алу мақсаты (Цель отбора) на определение фосфогипса в почве
5. Алынған күні мен уақыты (Дата и время отбора) **17.09.2020 г.-25.09.2020г.**
6. Жеткізілген күні мен уақыты (Дата и время доставки) **25.09.2020г.**
7. Сынама алу әдісіне НҚ (НД на метод отбора) _____
8. Тасымалдау жағдайы (Условия транспортировки) **автомашина**
9. Сақтау жағдайы (Условия хранения) **термосумка**
10. Қосымша мәліметтер (Дополнительные сведения) **определение в почве состава фосфогипса**

Сынаманың тіркелу нөмірі Регистрационный номер	Алынған сынамалар тізімі (Перечень отобранных образцов)	Мөлшері, (грамм) Количество (грамм)	Алу терендігі (сантиметр) Глубина отбора (см	Орама түрі мен пломба нөмірі (Вид упаковки и номер печати(пломбы)
1 куча 1.1 проба	Усредненная куча №1	500	поверхность	1-1
1 куча 1.2 проба	Усредненная куча №1	500	50 см	1-2
1 куча 1.3 проба	Усредненная куча №1	500	100 см	1-3
2 куча 2.1 проба	Усредненная куча №2	500	поверхность	2-1
2 куча 2.2 проба	Усредненная куча №2	500	50 см	2-2
2 куча 2.3 проба	Усредненная куча №2	500	1 метр	2-3
3 куча 3.1 проба	Усредненная куча №3	500	поверхность	3-1
3 куча 3.2 проба	Усредненная куча №3	500	50 см	3-2
3 куча 3.3 проба	Усредненная куча №3	500	120 см	3-3
4 куча 4.1 проба	Усредненная куча №4	500	поверхность	4-1
4 куча 4.2 проба	Усредненная куча №4	500	50 см	4-2
4 куча 4.3 проба	Усредненная куча №4	500	120 см	4-3
5 куча 5.1 проба	Усредненная куча №5	500	поверхность	5-1

5 куча 5.2 проба	Усредненная куча №5	500	150 см	5-2
6 точка 6.0 проба	Территория склада	500	поверхность	6-1

Сынамалар алған адамның лауазымы, тегі, аты, әкесінің аты (Должность, фамилия, имя, отчество производившего отбор образцов) Санитарный врач ТОО „Конструктив Энерго Строй" Мадешов Бирлеан Абаевич Қолы
Подпись

Сынамалар алған адамның лауазымы, тегі, аты, әкесінің аты (Должность, фамилия, имя, отчество производившего отбор образцов) Эколог ТОО „Конструктив Энерго Строй" Кушенова Жансулу Куандыковна Қолы
Подпись

Акт үш данада толтырылды
(Акт составлен в трех экземплярах)

РД 52.18.156-99

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

Методические указания

Охрана природы. Почвы. Методы отбора объединенных проб почвы и оценки загрязнения сельскохозяйственного угодья остаточными количествами пестицидов

1 РАЗРАБОТАН Научно-производственным объединением "Тайфун"

2 РАЗРАБОТЧИКИ Э.И. Бабкина, канд. хим. наук; А.Ф. Ковалев, главный метролог; Ж.Н. Трублаевич, канд. биол. наук; В.А. Красовская, конструктор; Л.Н. Жарова, нормоконтролер

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Федеральной службой по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

4 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП 17.06.99

5 ВЗАМЕН РД 52.18.156-88

Содержание

1 Область применения
2 Нормативные ссылки
3 Определения
4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы
5 Подготовка к выполнению работ
6 Подготовка к отбору объединенных проб почвы
7 Отбор единичных проб почвы
8 Составление объединенной пробы почвы
9 Транспортировка и хранение объединенных проб почвы
10 Подготовка почвы к анализу
11 Оценка загрязнения сельскохозяйственного угодья
Приложение А Форма сопроводительного талона объединенной пробы почвы
Приложение Б Форма представления данных содержания пестицидов в почве сельскохозяйственного угодья
Приложение В Библиография

РД 52.18.156-99

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Охрана природы. Почвы. Методы отбора объединенных проб почвы и оценки загрязнения сельскохозяйственного угодья остаточными количествами пестицидов

Дата введения 1999-09-01

1 Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методы отбора объединенных проб почвы (далее - объединенная проба) пахотного горизонта и оценки загрязнения сельскохозяйственного угодья остаточными количествами (ОК) пестицидов, а также методы подготовки объединенных проб для химического анализа.

Настоящие методические указания распространяются на методы, используемые для отбора объединенных проб из пахотного горизонта при общем загрязнении в условиях сплошного способа обработки почв сельскохозяйственных угодий пестицидами при выращивании растительной продукции или при подготовке почвы для посева в процессе сельскохозяйственного производства.

Настоящие методические указания не распространяются на методы отбора объединенных проб и оценки загрязнения почв пестицидами заповедных, городских и других территорий, не связанных с сельскохозяйственным производством, а также загрязнения, происшедшего в результате неорганизованных выбросов или аварийных ситуаций.

Настоящие методические указания предназначены для использования в сетевых подразделениях Росгидромета при осуществлении наблюдений за содержанием в почве ОК пестицидов и в других организациях, осуществляющих мониторинг загрязнения почв.

2 Нормативные ссылки

В настоящих методических указаниях использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 5180-84 Грунты. Методы лабораторного определения физических характеристик;

ГОСТ 27593-88 Почвы. Термины и определения.

Примечание - Ссылки на остальные стандарты приведены в разделе 4.

3 Определения

В настоящих методических указаниях применяются следующие термины с соответствующими определениями:

- единичная проба почвы - проба определенного объема, взятая однократно из почвенного горизонта, слоя (ГОСТ 27593);

- объединенная проба почвы - проба почвы, состоящая из заданного количества единичных проб (ГОСТ 27593);

- воздушно-сухая проба почвы - проба почвы, высушенная до постоянной массы при температуре и влажности лабораторного помещения (ГОСТ 27593);

- квартование - прием механического усреднения пробы почвы. Измельченный почвенных материал после тщательного перемешивания располагают на бумаге в виде квадрата и делят диагоналями на четыре равновеликие части. Две противоположные части берут для дальнейших анализов;

- пробная площадка - репрезентативная часть исследуемой территории, предназначенная для отбора проб и детального исследования почвы (ГОСТ 27593);

- представительный участок - часть площади сельскохозяйственного угодья с однородными физико-географическими условиями (рельеф, влажность, тип почвы), определяющий однотипный характер изменений содержания остаточных количеств пестицидов;

- остаточное количество пестицида - количество пестицида после установленного срока ожидания с момента его применения (ГОСТ 27593);

- пахотный горизонт (слой) - слой почвы определенной глубины, подвергаемый регулярной механической обработке;

- пространственное загрязнение сельскохозяйственного угодья - величина загрязнения пахотного горизонта почв сельскохозяйственного угодья площадью до нескольких сотен гектаров, определяемая с учетом пространственной неоднородности содержания загрязняющих веществ (пестицидов) на сельскохозяйственном угодье.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

4.1 При выполнении работ применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы:

- лопаты - по ГОСТ 19596-87;

- ножи почвенные - по ГОСТ 23707-95;

- весы лабораторные общего назначения с предельной нагрузкой 200 г и 1000 г - по ГОСТ 24104-88;

- кюветы эмалированные размером 30´40 см;

- чашки кристаллизационные цилиндрические вместимостью 250, 500 мл - по ГОСТ 25336-82;

- сетки проволочные тканые с ячейкой 0,5 мм - по ГОСТ 6613-86;

- ступки и пестики фарфоровые - по ГОСТ 9147-80;

- буры почвенные - по ГОСТ 17.4.4.02-84;

- флаконы или банки стеклянные широкогорлые с притертыми пробками вместимостью 300, 500, 800, 1000 мл;

- шпатели керамические - по ГОСТ 9147-80;

- совки - по ГОСТ 23707-79;

- бумага оберточная - по ГОСТ 8273-75;

- клеенка медицинская подкладочная резинотканевая - по ГОСТ 3251-91;
- калька бумажная - по ГОСТ 892-89;
- мешочки тканевые размером 250´250 мм;
- пергамент - по ГОСТ 1341-97;
- ведро эмалированное емкостью 8-10 л;
- коробки картонные емкостью 0,8-1,2 л.

5 Подготовка к выполнению работ

5.1. Отбор объединенных проб на сельскохозяйственных угодьях для оценки их загрязнения ОК пестицидов проводится два раза в год:

- весной - после схода снежного покрова до внесения пестицидов;
- осенью - после уборки урожая.

Календарные сроки отбора объединенных проб устанавливают индивидуально для каждой агроклиматической зоны с учетом проведения агрохимических мероприятий на сельскохозяйственных угодьях, подлежащих контролю.

5.2. До выезда в поле проводят работы по подбору и подготовке средств измерений, вспомогательных устройств и материалов в соответствии с разделом 4.

5.3. Для объединенных проб подготавливают сопроводительные талоны по форме, представленной в приложении А.

6 Подготовка к отбору объединенных проб почвы

6.1. Сельскохозяйственное угодье, подлежащее контролю, условно разделяют на представительные участки, в пределах которых выбирают пробные площадки. Представительные участки должны накрывать все сельскохозяйственное угодье, подлежащее контролю.

6.2. Площадь представительного участка не должна превышать норм, установленных для следующих категорий местности:

- 1-я категория - лесная зона с волнистым рельефом, с неоднородной структурой почвенного покрова. Площадь представительного участка - от 1,0 до 3,0 га;
- 2-я категория - лесостепные и степные районы с расчлененным рельефом. Площадь представительного участка - от 10 до 20 га;
- 3-я категория - степные районы с равнинным и слаборасчлененным рельефом. Площадь представительного участка - от 10 до 20 га;
- 4-я категория - горные районы с мелкими ареалами сельскохозяйственных угодий и неоднородностью структуры почвенного покрова. Площадь представительного участка - от 0,5 до 3,0 га;
- 5-я категория - районы орошаемого земледелия. Площадь представительного участка - от 2,0 до 3,0 га.

6.3. В садах площадь представительного участка - от 2 до 4 га.

6.4. Представительный участок следует располагать только на одном элементе мезорельефа (вершина, холм, склон, подножие склона и т.д.), но при этом площадь не должна превышать норм, указанных в 6.2 и 6.3.

6.5. В пределах каждого представительного участка размещают одну пробную площадку.

6.6 Пробная площадка размером 100´100 или 100´200 м располагается в центральной части представительного участка. В садах пробная площадка размером 15´15 или 20´20 м также располагается в центральной части представительного участка.

6.7 Площадь представительного участка может совпадать с площадью пробной площадки.

7 Отбор единичных проб почвы

7.1. Для местности 1-5-й категорий единичные пробы почвы (далее - единичная проба) отбираются на пробной площадке вдоль той центральной оси, которая расположена поперек направления механической обработки почвы.

7.2. В садах единичные пробы отбирают на пробной площадке, состоящей из 9 квадратов. Сторонами каждого квадрата являются промежутки между 4 деревьями, находящимися на расстоянии друг от друга от 6 до 8 м. Единичную пробу отбирают в центральной части каждого квадрата.

7.3. Единичные пробы отбирают на глубину пахотного горизонта в равной мере как из рядков, так и из междурядий посева.

7.4. Единичные пробы отбирают на расстоянии от 10 до 20 м друг от друга в зависимости от размера пробной площадки от 1 до 2 га. В садах единичные пробы отбирают на расстоянии от 6 до 8 м друг от друга в зависимости от размера пробной площадки от 0,30 до 0,60 га.

7.5. Единичные пробы отбирают лопатой или почвенным буром. Одновременное использование лопаты и бура на пробной площадке для составления объединенной пробы почвы не допускается, так как масса единичных проб может не совпадать.

7.6. При отборе единичных проб лопатой из каждой прикопки ножом или шпателем вырезают монолит с размерами основания 10´10 см на всю глубину пахотного горизонта.

7.7. При отборе единичных проб почвенным буром в каждой точке отбора изымается по два керна (почвенных монолитов).

7.8. В пределах одной пробной площадки масса всех единичных проб должна быть одинаковой.

8 Составление объединенной пробы почвы

8.1. Объединенную пробу составляют непосредственно в поле путем механического перемешивания 10 единичных проб (при отборе лопатой) или 20 единичных проб (при отборе почвенным буром), отобранных на пробной площадке. Для почвы садов объединенную пробу составляют аналогично из 9 единичных проб (при отборе лопатой) или из 18 единичных проб (при отборе почвенным буром).

8.2. Единичные пробы ссыпают на оберточную бумагу. Из почвы удаляются комки, остатки растительности, насекомых. Крупные комки измельчают, почву тщательно перемешивают и три-четыре раза квартуют.

8.3. Часть почвы, оставшуюся после квартования, разравнивают слоем от 2 до 3 см, делят на 6-9 квадратов и из центра каждого берут одинаковое количество почвы и перемешивают.

8.4. Масса объединенной пробы должна быть не менее 1 кг.

8.5. Объединенную пробу упаковывают в оберточную бумагу, в тканевый мешочек или коробку (деревянную или бумажную), снабжают сопроводительным талоном, форма которого представлена в приложении А.

9 Транспортировка и хранение объединенных проб почвы

9.1. Объединенные пробы не должны подвергаться воздействию атмосферных осадков или источников вторичного загрязнения (твердых, жидких или газообразных).

9.2. Объединенная проба не позднее, чем через сутки должна быть высушена в защищенном от солнца месте при температуре не выше 30°С до воздушно-сухого состояния по ГОСТ 5180.

9.3. Объединенные пробы в воздушно-сухом состоянии хранят и транспортируют в любой таре, не загрязняющей пробы почвы:

- картонные коробки;
- тканевые, бумажные пакеты;
- стеклянные банки.

9.4. В оригинале документа отсутствует.

9.5. Сроки хранения объединенных проб определяют в зависимости от вида пестицида, типа почвы и ее биологической активности. Если в методике выполнения измерений (МВИ), предназначенной для химического анализа искомого пестицида отсутствуют сведения о сроках хранения объединенных проб, то в местах хранения проб закладывают пробы сравнения (ПС) или арбитражные пробы) с различными количествами пестицидов, определенными ранее в процессе анализа первой партии объединенных проб весеннего отбора. При незначительном содержании пестицидов в ПС в местах хранения проб закладывают контрольные образцы (КО) с искусственно внесенными количествами пестицидов в соответствии с [1], приложение В.

10 Подготовка почвы к анализу

10.1. Из объединенной пробы, приготовленной в соответствии с разделом 8 и высушенной в соответствии с разделом 9 в лаборатории методом квартования отбирают пробу массой не менее 0,2 кг.

10.2. Пробу растирают в фарфоровой ступке и просеивают через сито с диаметром отверстий 0,5 мм. Из просеянной почвы отбирают навеску для анализа массой от 10 до 30 г.

11 Оценка загрязнения сельскохозяйственного угодья

11.1. При оценке загрязнения сельскохозяйственного угодья количество объединенных проб должно равняться числу заложенных в поле пробных площадок.

Представительность результата оценки загрязнения сельскохозяйственного угодья обеспечивается однородностью физико-географических, ландшафтных условий (микрорельеф, влажность, климат) в пределах представительного участка в соответствии с с [2].

Анализ объединенных проб проводят по [3-8].

11.2. ОК пестицидов, содержащихся в объединенной пробе, характеризует загрязнение представительного участка площадью, соответствующей 1-5-й категории по 6.2. и 6.3.

11.3. Для химического анализа объединенной пробы отбирают одну навеску в соответствии с разделом 10; из каждой десятой объединенной пробы берут две параллельные навески.

11.4. Содержание ОК пестицидов в почве сельскохозяйственного угодья X_j, млн$^{-1}$, рассчитывают в виде среднеарифметического по формуле

$$\overline{X_j} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} X_{ij} \qquad (1)$$

где X_{ij} - содержание пестицидов в i-й объединенной пробе в j-ом сельскохозяйственном угодье, млн$^{-1}$;

n - количество объединенных проб.

11.5. Рассчитывается значение среднеквадратичного отклонения вариационного ряда s и коэффициент вариации n, %:

$$\sigma = \left[\frac{1}{n-1}\sum_{n=1}^{n}\left(X_{ij} - \overline{X_j}\right)^2\right]^{1/2}, \qquad (2)$$

$$\nu = \frac{\sigma}{\overline{X_j}} \cdot 100,\% \qquad (3)$$

11.6. Содержание ОК пестицидов в почве региона (почвы нескольких сельскохозяйственных угодий) Q, млн$^{-1}$, рассчитывают в виде средневзвешенного по формуле

$$Q = \frac{\sum_{j=1}^{N} \overline{X_j} \cdot S_j}{\sum_{j=1}^{N} S_j} \qquad (4)$$

где X_j - содержание пестицида в почве j-сельскохозяйственного угодья, млн$^{-1}$;

S_j - площадь j-сельскохозяйственного угодья, га;

N - количество сельскохозяйственных угодий.

11.7. В случае анализа объединенных проб после их длительного хранения (от 3 до 12 месяцев) содержание пестицидов в каждой объединенной пробе представляют в виде $X_{пр}$, млн$^{-1}$ и рассчитывают по формуле

$X_{пр} = X_{ij} \times K_{пр}$, (5)

где $K_{пр} = ПС_н/ПС_п$ или $K_{пр} = КО_н/КО_п$;

n = 3, 4 ... 12 месяцев;

$ПС_н$ или $КО_н$ - содержание пестицида в объединенной пробе партии первого анализа, проведенного в течение 2 месяцев после отбора проб, или количество внесенного пестицида, $млн^{-1}$;

$ПС_n$ или $КО_n$ - содержание пестицида, первоначально присутствующего или внесенного в КО после хранения в течение n-месяцев, $млн^{-1}$.

11.8. Информацию о содержании ОК пестицидов в почве сельскохозяйственного угодья представляют в рабочем журнале по форме, установленной приложением Б.

Приложение А

(обязательное)

Форма сопроводительного талона объединенной пробы почвы

Сопроводительный талон объединенной пробы почвы

1. Дата и час отбора единичных проб _____
2. Адрес организации, проводящей отбор проб _____
3. Адрес организации, проводящей химический анализ _____
4. Категория местности _____
5. Номер участка или поля _____
6. Номер пробной площадки _____
7. Культура или вид угодья _____
8. Тип почвы _____
9. Номер объединенной пробы, горизонт (слой), глубина взятия пробы (отметить, если она использована в качестве ПС или арбитражной пробы) _____
10. Средство отбора единичных проб почвы (лопата, бур) _____
11. Количество единичных проб _____
12. Характер метеорологических условий
    в день отбора пробы _____
13. Особенности, обнаруженные во время отбора проб (освещение солнцем, применение средств химизации, вида обработки почвы сельскохозяйственными машинами, наличие свалок) _____
14. Прочие особенности _____
15. Ответственный исполнитель за отбор проб:

Должность _____ _____ _____

Подпись Расшифровка подписи

Приложение Б

(обязательное)

Форма представления данных содержания остаточных количеств пестицидов в почве сельскохозяйственного угодья

Номер объединенной пробы в системе учета	Дата (число, месяц, год) отбора единичных проб	Место отбора единичных проб	Культура, под которой отобраны единичные пробы	Площадь, га		Наименование пестицида	Дата анализа (число, месяц, год)	Содержание пестицида, $млн^{-1}$		Дополнительная информация		
				поля	представительного участка			в объединенной пробе почвы (X_{ij})	почве угодья (X или $X_{пр}$)	Количество объединенных проб, n	Среднее значение ($\bar{X}_j \pm \sigma$) $млн^{-1}$	Коэффициент вариации (ν), %
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13

Реквизиты организаций, производивших отбор и анализ объединенных проб _____

Ответственные исполнители: _____ _____ _____

Должность Подпись Расшифровка подписи

Примечания

1. Представленные данные следует заносить в специальный журнал, предназначенный для регистрации информации о содержании ОК пестицидов в почве и о степени загрязнения обследуемых сельскохозяйственных угодий. Графы 1-7 совпадают с аналогичными графами рабочей таблицы результатов анализа объединенных проб, форма представления которой приведена в [2]. Представление информации в указанном объеме не является избыточным, так как позволяет количественно оценить неоднородность содержания ОК пестицидов в почве сельскохозяйственного угодья.

2. Для оценки степени загрязнения объединенной пробы почвы или почвы сельскохозяйственного угодья величины, приведенные в графах 9 и 10, могут быть представлены в виде значений ПДК или ориентировочно допустимых количеств (ОДК), если имеется разработанный норматив.

Приложение В
(справочное)
Библиография

1. РД 52.18.103-86 Методические указания. Охрана природы. Почвы. Оценка качества аналитических измерений содержания пестицидов и токсичных металлов в почве

2. РД 52.18.263-90 Положение. Охрана природы. Геосфера. Организация и порядок проведения наблюдений за содержанием остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и основных токсичных продуктов их разложения в объектах природной среды

3. РД 52.18.188-89 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой доли триазиновых гербицидов симазина и прометрина в пробах почвы методом газожидкостной хроматографии

4. РД 52.18.180-89 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой доли галоидоорганических пестицидов п,п`-ДДТ, п,п` -ДДЭ, альфа-ГХЦГ, гамма-ГХЦГ, трифлуралина в пробах почвы методом газожидкостной хроматографии

5. РД 52.18.264-90 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой доли 2,4-Д в пробах почвы методом газожидкостной хроматографии

6. РД 52.18.287-90 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой доли гербицида далапон-натрия в пробах почвы методом газожидкостной хроматографии

7. РД 52.18.288-90 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой доли гербицида трихлорацетата натрия в пробах почвы методом газожидкостной хроматографии

8. РД 52.18.310-92 Методические указания. Методика выполнения измерений массовой доли фосфорорганических пестицидов паратион-метила, фозалона и диметоата в пробах почвы методом газожидкостной хроматографии

Ключевые слова: охрана природы, почвы, пестициды, методы отбора, единичная проба, объединенная проба, оценка загрязнения

ГОСТ 17.4.4.02-2017

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Охрана природы

ПОЧВЫ

Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа

Nature protection. Soils. Methods for sampling and preparation of soil for chemical, bacteriological, helmintological analysis

МКС 13.080

Дата введения 2019-01-01

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0-2015 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2-2015 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены"

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Ассоциацией "Некоммерческое партнерство Координационно-информационный центр государств - участников СНГ по сближению регуляторных практик" (Ассоциация "НП КИЦ СНГ")

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 ноября 2017 г. N 52)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 апреля 2018 г. N 202-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 17.4.4.02-2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 17.4.4.02-84

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе "Национальные стандарты", а текст изменений и поправок - в ежемесячном информационном указателе "Национальные стандарты". В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе "Национальные стандарты". Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на случаи общего и локального загрязнения почв, происшедшего в результате аварийных розливов и просыпки токсичных материалов, аварийных залповых выбросов вредных и токсичных веществ, разрывов канализационных коллекторов, разрушения дамб и обваловок шламонакопителей и в других аварийных ситуациях для установления факта наличия загрязнения.

Настоящий стандарт устанавливает методы отбора и подготовки проб почвы естественного и нарушенного сложения для химического, бактериологического и гельминтологического анализа.

Настоящий стандарт предназначен для контроля общего и локального загрязнения почв в районах воздействия промышленных, сельскохозяйственных, хозяйственно-бытовых и транспортных источников загрязнения, при оценке качественного состояния почв, а также при контроле состояния плодородного слоя, предназначенного для землевания малопродуктивных угодий и при осуществлении государственного экологического надзора.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 17.4.2.01-81 Охрана природы. Почвы. Номенклатура показателей санитарного состояния

ГОСТ 17.4.2.02-83 Охрана природы. Почвы. Номенклатура показателей пригодности нарушенного плодородного слоя почв для землевания

ГОСТ 17.4.3.01-83 Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб

ГОСТ OIML R 76-1-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 892-89 Калька бумажная. Технические условия

ГОСТ 1341-97 Пергамент растительный. Технические условия

ГОСТ 1625-2016 Формалин технический. Технические условия

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3251-91 Клеенка подкладная резинотканевая. Технические условия

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5180-2015 Грунты. Методы лабораторного определения физических характеристик

ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 8273-75 Бумага оберточная. Технические условия

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

ГОСТ 12302-2013 Пакеты из полимерных пленок и комбинированных материалов. Общие технические условия

ГОСТ 16317-87 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18300-87* Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878-2013 "Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия".

ГОСТ 19126-2007 Инструменты медицинские металлические. Общие технические условия

ГОСТ 19596-87 Лопаты. Технические условия

ГОСТ 23707-95 Инструмент мелкий для обработки почвы. Технические условия

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

ГОСТ 30090-93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

ГОСТ 33781-2016 Упаковка потребительская из картона, бумаги и комбинированных материалов. Общие технические условия

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно

проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя "Национальные стандарты" за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Аппаратура, материалы, реактивы

Лопаты по ГОСТ 19596.

Ножи почвенные по ГОСТ 23707.

Ножи из полиэтилена или полистирола по технической документации.

Буры почвенные по технической документации.

Холодильник, поддерживающий температуру от 4°С до 6°С по ГОСТ 16317.

Холодильники-сумки по технической документации.

Весы лабораторные общего назначения с предельной нагрузкой 200 и 1000 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Кюветы эмалированные по технической документации.

Кристаллизаторы стеклянные по ГОСТ 25336.

Сита почвенные с сеткой 0,25; 0,5; 1; 3 мм по ГОСТ 6613.

Спиртовки лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Ступки и пестики фарфоровые по ГОСТ 9147.

Ступки и пестики яшмовые, агатовые или из плавленого корунда по технической документации.

Флаконы или банки стеклянные широкогорлые с притертыми пробками вместимостью 300, 500, 800, 1000 см^3 по технической документации.

Банки или коробки из пищевого полиэтилена или полистирола по технической документации.

Шпатели металлические по ГОСТ 19126.

Шпатели пластмассовые по ГОСТ 19126.

Совки по технической документации.

Бумага оберточная по ГОСТ 8273.

Клеенка медицинская по ГОСТ 3251.

Калька по ГОСТ 892.

Мешочки тканевые по ГОСТ 30090.

Пакеты и пленка полиэтиленовые по ГОСТ 12302.

Пергамент по ГОСТ 1341.

Тампоны ватно-марлевые стерильные по технической документации.

Коробки картонные по ГОСТ 12301.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., раствор с массовой долей 3% и 10%.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Формалин технический по ГОСТ 1625, сорт высший, раствор с массовой долей 3%.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, изотонический раствор с массовой долей 0,85%.

4 Подготовка к отбору проб

4.1 Отбор проб проводят для контроля загрязнения почв и оценки качественного состояния почв естественного и нарушенного сложения. Показатели, подлежащие контролю, выбирают из указанных в ГОСТ 17.4.2.01 и ГОСТ 17.4.2.02.

Отбор проб для химического, бактериологического и гельминтологического анализов проводят не менее одного раза в год. Для контроля загрязнения тяжелыми металлами отбор проб проводят не менее одного раза в три года.

Для контроля загрязнения почв детских садов, лечебно-профилактических учреждений и зон отдыха отбор проб проводят не менее двух раз в год - весной и осенью.

При возникновении аварийной ситуации отбор проводят в зоне распространения загрязнения. Показатели для контроля выбирают из указанных в ГОСТ 17.4.2.01 и ГОСТ 17.4.3.01 исходя из специфики аварийного случая.

При изучении динамики самоочищения отбор проб проводят в течение 1-го месяца еженедельно, а затем ежемесячно в течение вегетационного периода до завершения активной фазы самоочищения.

4.2 На территории, подлежащей контролю при необходимости, в зависимости от целей исследования, проводят рекогносцировочные выезды. Поданным рекогносцировочного выезда и на основании имеющейся документации заполняют паспорт обследуемого участка в соответствии с приложением А, рекомендуемого при осуществлении государственного экологического контроля, и делают описание почв в соответствии с приложением Б.

При контроле загрязнения почв предприятиями промышленности пробные площадки намечают вдоль векторов "розы ветров".

При неоднородном рельефе местности пробные площадки располагают по элементам рельефа.

На карты или планы наносят расположение источника загрязнения, пробных площадок и мест отбора точечных проб. Пробные площадки располагают в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01.

4.3 Пробные площадки закладывают на участках с однородным почвенным и растительным покровом, а также с учетом хозяйственного использования основных почвенных разновидностей. Описание пробной площадки делают в соответствии с приложением В, рекомендуемым при осуществлении государственного экологического контроля.

4.3.1 Для контроля загрязнения почв сельскохозяйственных угодий в зависимости от характера источника загрязнения, возделываемой культуры и рельефа местности на каждые 0,5-20,0 га территории закладывают не менее одной пробной площадки размером не менее 10×10 м.

4.3.2 Для контроля санитарного состояния почвы в зоне влияния промышленного источника загрязнения пробные площадки закладывают на площади, равной 3-кратной величине санитарно-защитной зоны.

4.3.3 Для контроля санитарного состояния почв на территории расположения детских садов, игровых площадок, выгребов, мусорных ящиков и других объектов, занимающих небольшие площади, размер пробной площадки должен быть не более 5×5 м.

5 Отбор проб почвы

5.1 Точечные пробы отбирают на пробной площадке из одного или нескольких слоев, или горизонтов методом конверта, по диагонали либо любым другим способом с таким расчетом, чтобы каждая проба представляла собой часть почвы, типичной для генетических горизонтов или слоев данного типа почвы. Количество точечных проб должно соответствовать ГОСТ 17.4.3.01.

Точечные пробы отбирают ножом или шпателем из прикопок или почвенным буром.

5.2 Объединенную пробу составляют путем смешивания точечных проб, отобранных на одной пробной площадке.

5.3 Для химического анализа объединенную пробу составляют не менее чем из пяти точечных проб, взятых с одной пробной площадки. Масса объединенной пробы должна быть не менее 1 кг.

Для контроля загрязнения поверхностно распределяющимися веществами - нефть, нефтепродукты, тяжелые металлы и др. - точечные пробы отбирают послойно с глубины 0-5 и 5-20 см массой не более 200 г каждая.

Для контроля загрязнения легко мигрирующими веществами точечные пробы отбирают по генетическим горизонтам на всю глубину почвенного профиля.

5.4 При отборе точечных проб и составлении объединенной пробы должна быть исключена возможность их вторичного загрязнения.

Точечные пробы почвы, предназначенные для определения тяжелых металлов, отбирают инструментом, не содержащим металлов. Перед отбором точечных проб стенку прикопки или поверхность керна следует зачистить ножом из полиэтилена или полистирола либо пластмассовым шпателем.

Точечные пробы почвы, предназначенные для определения летучих химических веществ, следует сразу поместить во флаконы или стеклянные банки с притертыми пробками, заполнив их полностью до пробки.

Точечные пробы почвы, предназначенные для определения пестицидов, не следует отбирать в полиэтиленовую или пластмассовую тару.

5.5 Для бактериологического анализа с одной пробной площадки составляют 10 объединенных проб. Каждую объединенную пробу составляют из трех точечных проб массой от 200 до 250 г каждая, отобранных послойно с глубины 0-5 и 5-20 см.

5.6 Пробы почвы, предназначенные для бактериологического анализа, в целях предотвращения их вторичного загрязнения следует отбирать с соблюдением условий асептики: отбирать стерильным инструментом, перемешивать на стерильной поверхности, помещать в стерильную тару.

5.7 Для гельминтологического анализа с каждой пробной площадки берут одну объединенную пробу массой 200 г, составленную из десяти точечных проб массой 20 г каждая, отобранных послойно с глубины 0-5 и 5-10 см. При необходимости отбор проб проводят из глубоких слоев почвы послойно или по генетическим горизонтам.

5.8 Все объединенные пробы должны быть зарегистрированы в журнале и пронумерованы. На каждую пробу должен быть заполнен сопроводительный талон в соответствии с приложением Г, рекомендуемым при осуществлении государственного экологического контроля.

5.9 В процессе транспортирования и хранения почвенных проб должны быть приняты меры по предупреждению возможности их вторичного загрязнения.

5.10 Пробы почвы для химического анализа высушивают до воздушно-сухого состояния по ГОСТ 5180. Воздушно-сухие пробы хранят в матерчатых мешочках, в картонных коробках или в стеклянной таре.

Пробы почвы, предназначенные для определения летучих и химически нестойких веществ, доставляют в лабораторию и сразу анализируют.

5.11 Пробы почвы, предназначенные для бактериологического анализа, упаковывают в сумки-холодильники и сразу доставляют в лабораторию на анализ. При невозможности проведения анализа в течение одного дня пробы почвы хранят в холодильнике при температуре от 4°С до 5°С не более 24 ч.

При анализе на кишечные палочки и энтерококки пробы почвы хранят в холодильнике не более 3 сут.

5.12 Пробы почвы, предназначенные для гельминтологического анализа, доставляют в лабораторию на анализ сразу после отбора. При невозможности немедленного проведения анализа пробы хранят в холодильнике при температуре от 4°С до 5°С.

Для исследования на яйца биогельминтов почву без обработки хранят не более 7 сут, для исследования на яйца геогельминтов - не более 1 мес. При хранении проб для предотвращения высыхания и развития личинок в яйцах геогельминтов почву увлажняют и аэрируют один раз в неделю, для чего пробы вынимают из холодильника и оставляют на 3 ч при комнатной температуре, увлажняют водой по мере потери влаги и снова помещают для хранения в холодильник.

При необходимости хранения проб почвы более 1 мес применяют консервирующие средства: почву пересыпают в кристаллизатор, заливают раствором формалина с массовой долей 3%, приготовленным на изотоническом растворе натрия хлористого с массовой долей 0,85% (жидкость Барбагалло), или раствором соляной кислоты с массовой долей 3%, а затем ставят в холодильник.

6 Подготовка проб к анализу

6.1 Для определения химических веществ пробу почвы в лаборатории рассыпают на бумаге или кальке и разминают пестиком крупные комки. Затем выбирают включения - корни растений, насекомых, камни, стекло, уголь, кости животных, а также новообразования - друзы гипса, известковые журавчики и др. Почву растирают в ступке пестиком и просеивают через сито с диаметром отверстий 1 мм. Отобранные новообразования анализируют отдельно, подготавливая их к анализу так же, как пробу почвы.

6.1.1 Для определения валового содержания минеральных компонентов из просеянной пробы отбирают представительную пробу массой не более 20 г и растирают ее в ступке из агата, яшмы или плавленого корунда до пудрообразного состояния.

6.1.2 Для анализа на содержание летучих веществ навески почвы берут без указанных в 5.1 предварительных операций.

6.1.3 Для бактериологического анализа подготовку проб почвы проводят, как описано в 5.1, но со строгим соблюдением условий асептики: почву рассыпают на стерильную поверхность, все операции проводят стерильными инструментами, просеивают почву через стерильное сито с диаметром ячеек 3 мм, накрытое стерильной бумагой. Растирают почву в стерильной ступке.

6.1.4 Для гельминтологического анализа почву готовят, как описано в 5.1.

" " 20 г.

(месяц прописью)

1 Разрез N

2 Адрес

3 Общий рельеф

4 Микрорельеф

5 Положение разреза относительно рельефа и экспозиция

6 Растительный покров

7 Угодье и его культурное состояние

8 Признаки заболоченности, засоленности и другие характерные особенности

9 Глубина и характер вскипания от соляной кислоты:

слабо

бурно

10 Уровень почвенно-грунтовых вод

11 Материнская и подстилающая порода

12 Название почвы

Схема почвенного разреза	Горизонт и мощность, см	Описание разреза: механический состав, влажность, окраска, структура, плотность, сложение, новообразования, включения, характер вскипания, характер перехода горизонта и другие особенности	Глубина взятия образцов, см

Исполнитель,

должность	Личная подпись	Расшифровка подписи

Приложение В (рекомендуемое). Бланк описания пробной площадки

Приложение В
(рекомендуемое)

" " 20 г.

(месяц прописью)

1 Номер обследуемого участка

2 Номер пробной площадки

3 Адрес пробной площадки

4 Рельеф

5 Название почвы с указанием механического состава

6 Растительный покров

7 Угодье и его культурное состояние

8 Характерные особенности почвы (заболоченность, засоленность, карбонатность и др.)

9 Наличие почвенно-грунтовых вод

10 Характер хозяйственного использования

11 Наличие включений антропогенного происхождения (камни, резина, стекло, строительный и

бытовой мусор и др.)

Исполнитель,

должность	Личная подпись	Расшифровка подписи

Приложение Г (рекомендуемое). Сопроводительный талон

9 Характеристика источника загрязнения (характер производства, используемое сырье, мощность производства, объем газопылевых выбросов, жидких и твердых отходов, удаление от жилых зданий, игровых площадок, мест водозабора и т.д.)

---

10 Характер использования участка в год обследования (предприятие, сельскохозяйственное угодье, полоса отчуждения дороги, детская площадка и др.)

---

11 Сведения об использовании участка в предыдущие годы (мелиорация, севообороты, применение средств химизации, наличие свалок, очистных сооружений и т.д.)

Исполнитель,

должность	Личная подпись	Расшифровка подписи

Приложение Б (рекомендуемое). Бланк описания почвы

Приложение Б
(рекомендуемое)

1 Номер участка

2 Адрес участка и его привязка к источнику загрязнения

3 Дата обследования

4 Размер участка

5 Название почв

6 Рельеф

7 Уровень залегания грунтовых вод

8 Растительный покров территории

56

КОМИТЕТ ТЕХНИЧЕСКОГО РЕГУЛИРОВАНИЯ И МЕТРОЛОГИИ МИНИСТЕРСТВА ИНДУСТРИИ И ИНФРАСТРУКТУРНОГО РАЗВИТИЯ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АККРЕДИТАЦИИ

АТТЕСТАТ АККРЕДИТАЦИИ

Зарегистрирован в реестре субъектов аккредитации

№ KZ.T.03.1460
от «28» февраля 2019 года
действителен до «28» февраля 2024 года

Испытательный центр (стационарный/мобильный)
экологического мониторинга
Товарищества с ограниченной ответственностью «ЭкоЛюкс-Ас»
Акмолинская область, город Степногорск, 7 микрорайон, здание 55
(наименование, организационно-правовая форма, место нахождение субъекта аккредитации)

аккредитован(а) в системе аккредитации Республики Казахстан на соответствие требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий».
(наименование нормативного документа)

Объекты оценки соответствия: испытание продукции согласно области аккредитации.

Область аккредитации приведена в приложении.

Руководитель
органа по аккредитации _____ **М. Омирханов**
(подпись)

М.П.

002446

56

57

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ
ИНДУСТРИЯ ЖӘНЕ ИНФРАҚҰРЫЛЫМДЫҚ ДАМУ МИНИСТРЛІГІ
ТЕХНИКАЛЫҚ РЕТТЕУ ЖӘНЕ МЕТРОЛОГИЯ КОМИТЕТІ

ҰЛТТЫҚ АККРЕДИТТЕУ ОРТАЛЫҒЫ

АККРЕДИТТЕУ АТТЕСТАТЫ

Аккредиттеу субъектілерінің тізілімінде тіркелген

№ KZ.T.03.1460
2019 жылғы «28» ақпаннан
2024 жылғы «28» ақпанға дейін жарамды

«ЭкоЛюкс-Ас» жауапкершілігі шектеулі серіктестігінің

экологиялық мониторинг

сынақ орталығы (стационарлық/мобильдік)

Ақмола облысы, Степногорск қаласы, 7 шағын ауданы, 55 ғимарат

(аккредиттеу субъектісінің атауы, ұйымдастырушылық-құқықтық нысаны, тұрғылықты орны)

Қазақстан Республикасының аккредиттеу жүйесінде «Сынақ және калибрлеу зертханаларының құзыреттілігіне қойылатын жалпы талаптар» ГОСТ ИСО/ХЭК 17025-2009 талаптарына сәйкес аккредиттелген.

(нормативтік құжаттың атауы)

Сәйкестікті бағалаудың объектілері: аккредиттеу саласына сәйкес өнімдерді сынау.

Аккредиттеу саласы қосымшада берілген.

Аккредиттеу жөніндегі орган басшысы _____ **М. Өмірханов**

(қолы)

М.О.

002446

57

Утверждаю
Заместитель Генерального директора
ТОО «Национальный центр аккредитации»
Комитет технического регулирования
и метрологии Министерства
торговли и интеграции Республики Казахстан
_____ К.Н. Тайжанов
«_____ » _____20___ г.
Приложение № __ к Аттестату аккредитации
_____ от «___» _____ 20___ г

страницах 186

ОБЛАСТЬ АККРЕДИТАЦИИ
ФИЛИАЛА РГП на ПХВ «НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР ЭКСПЕРТИЗЫ»
КОМИТЕТА КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ ТОВАРОВ И УСЛУГ МИНИСТЕРСТВА
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН по городу Нур-Султан
010000, г.АСТАНА, ул. ЖЕЛТОКСАН, 46 тел. 31-54-09; ул. КАРАСАЙ БАТЫРА 2а тел. 54-71-47;
МЕЖДУНАРОДНЫЙ АЭРОПОРТ, проезд 77, д.7 тел. 28-65-11

1	2	3	4	5
Наименование продукции (объекта)	**Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС**	**Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)**	**Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)**	**Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)**
Мясо и мясные продукты Оленина, мясо диких животных Мясо свежее, охлажденное и мороженое.	0201 10 000 0201 10 000 1 0202 10 000 1 0203 11 100 1 0204 10 000 0 0204 50 390 0 0205 00 200 0	ГОСТ 779-55 ГОСТ 31777-2012 СТ РК 1731-2007 ГОСТ 31476-2012 ГОСТ 16867-71 ГОСТ 32225-2013	Отбор проб	СТ РК 1731-2007, СТ РК 1729-2007 ГОСТ 7269-2015
			Органолептические показатели -цвет	СТ РК 1731-2007
			-консистенция	ГОСТ 23392-2016
			-запах	СТ РК 1731-2007

ГОСУДАРСТВЕННАЯ ЛИЦЕНЗИЯ

08.07.2016 года **01846Р**

Выдана **Товарищество с ограниченной ответственностью "ЭкоЛюкс-Ас"**

021500, Республика Казахстан, Акмолинская область, Степногорск Г.А., г.Степногорск, МИКРОРАЙОН 7, дом № здание 55., БИН: 090640019958

(полное наименование, местонахождение, бизнес-идентификационный номер юридического лица (в том числе иностранного юридического лица), бизнес -идентификационный номер филиала или представительства иностранного юридического лица – в случае отсутствия бизнес-идентификационного номера у юридического лица/полностью фамилия, имя, отчество (в случае наличия), индивидуальный идентификационный номер физического лица)

на занятие **Выполнение работ и оказание услуг в области охраны окружающей среды**

(наименование лицензируемого вида деятельности в соответствии с Законом Республики Казахстан «О разрешениях и уведомлениях»)

Особые условия

(в соответствии со статьей 36 Закона Республики Казахстан «О разрешениях и уведомлениях»)

Примечание **Неотчуждаемая, класс 1**

(отчуждаемость, класс разрешения)

Лицензиар **Комитет экологического регулирования, контроля и государственной инспекции в нефтегазовом комплексе. Министерство энергетики Республики Казахстан.**

(полное наименование лицензиара)

Руководитель (уполномоченное лицо) **ЖОЛДАСОВ ЗУЛФУХАР САНСЫЗБАЕВИЧ**

(фамилия, имя, отчество (в случае наличия)

Дата первичной выдачи **16.10.2009**

Срок действия лицензии

Место выдачи **г.Астана**

ПРИЛОЖЕНИЕ К ГОСУДАРСТВЕННОЙ ЛИЦЕНЗИИ

Номер лицензии 01846Р

Дата выдачи лицензии 08.07.2016 год

Подвид(ы) лицензируемого вида деятельности:

- Природоохранное проектирование, нормирование для 1 категории хозяйственной и иной деятельности

(наименование подвида лицензируемого вида деятельности в соответствии с Законом Республики Казахстан «О разрешениях и уведомлениях»)

Лицензиат **Товарищество с ограниченной ответственностью "ЭкоЛюкс-Ас"**

021500, Республика Казахстан, Акмолинская область, Степногорск Г.А., г. Степногорск, МИКРОРАЙОН 7, дом № здание 55., БИН: 090640019958

(полное наименование, местонахождение, бизнес-идентификационный номер юридического лица (в том числе иностранного юридического лица), бизнес-идентификационный номер филиала или представительства иностранного юридического лица – в случае отсутствия бизнес-идентификационного номера у юридического лица/полностью фамилия, имя, отчество (в случае наличия), индивидуальный идентификационный номер физического лица)

Производственная база

(местонахождение)

Особые условия действия лицензии

(в соответствии со статьей 36 Закона Республики Казахстан «О разрешениях и уведомлениях»)

Лицензиар **Комитет экологического регулирования, контроля и государственной инспекции в нефтегазовом комплексе. Министерство энергетики Республики Казахстан.**

(полное наименование органа, выдавшего приложение к лицензии)

Руководитель (уполномоченное лицо) **ЖОЛДАСОВ ЗУЛФУХАР САНСЫЗБАЕВИЧ**

(фамилия, имя, отчество (в случае наличия)

Номер приложения 001

Срок действия

Дата выдачи приложения 08.07.2016

Место выдачи г.Астана

Осы құжат «Электрондық құжат және электрондық цифрлық қолтаңба туралы» Қазақстан Республикасының 2003 жылғы 7 қаңтардағы Заңы 7 бабының 1 тармағына сәйкес қағаз тасығыштағы құжатпен мағынасы бірдей. Данный документ согласно пункту 1 статьи 7 ЗРК от 7 января 2003 года "Об электронном документе и электронной цифровой подписи" равнозначен документу на бумажном носителе.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя правления
ТОО «Национальный центр аккредитации»
_____К.Н.Тайжанов
«21» _____2019г.

Приложение к Аттестату аккредитации
№ KZ.T.03.1460 от 28.02.2019г.
на 112 стр.

ОБЛАСТЬ АККРЕДИТАЦИИ

Испытательного центра (стационарный/мобильный) экологического мониторинга ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»

Адрес: 021500, Республики Казахстан, Акмолинская область, г.Степногорск, 7 микрорайон, здание 55

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
Радиационный контроль окружающей среды (объектов окружающей среды, рабочих мест, установок, транспортных средств)		Гигиенические нормативы и СП "Санитарно-эпидемиологические требования к обеспечению радиационной безопасности", Приказ МНЭ РК от 27.02.15 № 155, от 27.03.15 № 261, Приказ № 194 от 08.09.11г.	1.Поверхностное загрязнение радиоактивными веществами (альфа-бета-, гамма-) Объемная активность радиоактивных аэрозолей	СП и Гигиенические нормативы "Санитарно-эпидемиологические требования к обеспечению радиационной безопасности", Приказ МНЭ РК от 27.03.15 № 261 Приказ МНЭ РК от 27.02.15 № 155 ГОСТ 29074-91
			Концентрация радона в окружающей среде (воздух, вода, почва)	Руководство по эксплуатации «Альфарад плюс-АРП»
			Концентрация торона в окружающей среде (воздух, вода, почва)	Руководство по эксплуатации «Альфарад плюс-АРП»

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			2.Общие технические требования и методы испытаний	ГОСТ 28271-89
			Основные параметры дозиметров	
			Альфа -излучения Бета-излучения Гамма-излучения	
			3.Вода питьевая, природная, сточная, хоз.питьевого назначения, нормативно-очищенная	
			Суммарная альфа-активность	KZ.07.00.01995-2014 ГОСТ 31864-12
			Суммарная бета-активность	KZ.07.00.01995-2014 СТ РК ISO 9697-2017
			Объемная активность изотопов:	
			Урана (^{238}U, ^{234}U, ^{235}U)	*KZ.07.00.03549-2017*
			Тория (^{232}Th, ^{227}Th, ^{230}Th, ^{228}Th)	*KZ.07.00.03509-2017*
			Радия (^{226}Ra, ^{228}Ra)	*KZ.07.00.03547-2017*
			Полония (^{210}Po)	*KZ.07.00.03146-2015*
			Свинца (^{210}Pb)	*KZ.07.00.03146-2015*
			Определение изотопов	СТ РК ИСО 17294-2-2006
			Объемная активность радона (^{222}Rn)	СТ РК 2391-2013
			Отбор проб воды	СТ РК 1545-2006
			Содержание радия и радона в природных водах	KZ.07.00.02064-2014

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			4.Твердые сыпучие пробы (горные породы, руды, минеральные концентраты, почвы, грунты, донные отложения, строительные материалы, растения, сухие остатки водных проб, препараты после радиохимического выделения или технологической переработки)	
			Мощность экспозиционной дозы	Руковод. по эксплуатации «Радио-метр-дозиметр» РКС-01-СОЛО
			Суммарная альфа-, бета-активности	*KZ.07.00.03599-2017*
			Отбор проб	ГОСТ 17.4.3.01-83
			Плотность, влажность	ГОСТ 23061-2012
			Объемная активность радона (^{222}Rn)	СТ РК 2391-2013
			Удельная активность изотопов урана: ^{238}U, ^{234}U, ^{235}U	KZ.07.00.03144-2015
			Удельная активность стронция(^{90}Sr)	KZ.07.00.03435-2016
			Удельная активность естественных техногенных радионуклидов:	KZ.07.00.03150-2015
			Радий (^{226}Ra, ^{228}Ra, ^{224}Ra)	
			Калий (^{40}K)	
			Цезий (^{137}Cs, ^{134}Cs)	
			Кобальт (^{60}Co)	
			Америций (^{241}Am)	
			Европий (^{152}Eu)	
			Удельная активность изотопов тория: ^{227}Th, ^{228}Th, ^{230}Th, ^{232}Th	KZ.07.00.03424-2016

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			5.Атмосферный воздух	
			Отбор проб атмосферного воздуха для радиологии	СТ РК СТБ 1058-2006
			Мощность экспозиционной дозы гамма-излучения	ГОСТ 25935-83, ГОСТ 28271-89 Приказ № 194 от 08.09.11 г. Прил.4
			Объемная активность радона (^{222}Rn) в почвенном воздухе	СТ РК 2391-2013
			Объемная активность радона (^{222}Rn) в воздухе жилых и производственных помещений	СТ РК 2391-2013, Приказ № 194 от 08.09.11 г. Прил. 3
			Суммарная альфа-, бета- активность Осадков и оседающей пыли	Приказ № 194 от 08.09.11 г. Прил. 6
			6.Строительные материалы: (щебень, гравий, песок, цемент, гипс) и отходы промышленного производства	
			Удельная активность радионуклидов: Радий (^{226}Ra), Торий (^{232}Th), Калий (^{40}K)	ГОСТ 30108-94
			Плотность потока радона с поверхности земли и строительных конструкций	KZ.07.00.02065-2014
			7.Древесное сырье, лесоматериалы, полуфабрикаты и изделия из древесины и древесных материалов	
			Удельная активность радионуклидов: Цезий (Cs-137) Стронций (Sr-90)	СТ РК ГОСТ Р 50801-2008

64

69

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
Вода природная (поверхностная, подземная)		Приказ МНЭ РК 16.03.2015 № 209	1. Отбор проб	СТ РК ГОСТ Р 51592-2003 ГОСТ 17.1.5.05-85, ГОСТ 31942-2012 СТ РК ИСО 5667-11-2012
			2. Физические свойства:	
			Водородный показатель (pH)	ГОСТ 26449.1-85, *СТ РК ISO 10523-2013*
			Температура, прозрачность, запах, цветность, мутность	ГОСТ 31868-2012, СТ РК ИСО 7027-07, *СТ РК 3060-2017*
			Органолептические и физико-химические показатели в полевых условиях	ГОСТ 24902-81
			Кислотность	ГОСТ 26449.1-85
			Электропроводность	ГОСТ 26449.1-85, СТ РК ИСО 7888-06
			Остаточный озон	ГОСТ 18301-72
			Щелочность, общая и композитная щелочность	ГОСТ 26449.1-85, ГОСТ 31957-12 СТ РК ИСО 9963-1-2008
			Перманганатная окисляемость	ГОСТ 26449.1-85, ГОСТ 26449.2-85
			Перманганатное число	СТ РК 1498-2006
			Остаточный активный хлор	ГОСТ 18190-72
			Азот общий, азот аммонийный, аммоний, ионы аммония	ГОСТ 26449.2-85, СТ РК ИСО 5664-2006, ГОСТ 33045-2014
			Статистический и динамический уровень, уровень и расход	ГОСТ 25855-83, СТ РК 2.199-2010 *СТ РК ИСО 22475-1-2011*
			Аммиак, ионы аммония, аммонийный азот	ГОСТ 33045-2014 KZ.07.00.01184-2015

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			Жесткость общая	СТ РК 1514-2006.
			Сухой остаток, минерализация	ГОСТ 18164-72
			Взвешенные вещества	СТ РК 2015-2010
			Фенол	ГОСТ 26449.1-85
			Цианиды	KZ.07.00.01855-2018
			Бенз(а)пирен, мкг/дм^3	СТ РК ГОСТ Р 51310-03
			ПАВ	KZ.07.00.01694-2018
			Сульфид-ионы	СТ РК 2275-2013
			Нефтепродукты	ГОСТ 26449.1-85
			Сероводород	ГОСТ 26449.3-85 п.3
			Органический углерод	СТ РК 1097-2002
			Алюминий	ГОСТ 18165-14СТ РК ГОСТ Р 51309-03
			Барий	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Бериллий	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Бор	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003 СТРК 1016-2000
			Ванадий	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Висмут	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Вольфрам	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Железо общее, (II, III)	ГОСТ 23268.11-78, СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Кадмий	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Кальций	ГОСТ 26449.1-85
			Калий	ГОСТ 26449.1-85

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			Кобальт	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Кремний, двуокись кремния	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003,
			Литий	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Марганец	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Магний	ГОСТ 26449.1-85
			Молибден	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Медь	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Мышьяк	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Натрий	ГОСТ 26449.1-85
			Никель	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Олово	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Ртуть	СТ РК ИСО 16590-2007
			Свинец	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Селен	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Серебро	СТ РК ГОСТ 51309-2003
			Стронций	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Сурьма	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Титан	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Теллур	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Хром общий, хром (III), (VI)	ГОСТ 31956-2012 СТ РК ГОСТ Р 51309-2003
			Цинк	ГОСТ 18293-72 СТ РК ГОСТ Р 51309-2003,
			ПХБ, ПХН, ПХДД/ПХДФ	СТ РК ИСО 17858-12, СТ РК 2813-2016

67

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			Хлорорганические пестициды	ГОСТ 31858-2012, СТ РК 2011-2010
			Хроматы, йодиды, сульфиты, тиоцианаты, тиосульфаты	СТ РК 1881-3-2009
			Фосфорорганические пестициды	СТ РК 2044-2010
			Летучие галогенорганические соединения	СТ РК ГОСТ Р 51392-2003
			Массовая концентрация алюминия, сурьмы, мышьяка, бария, бериллия, висмута, бора, кадмия, цезия, кальция, церия, хрома, кобальта, меди, эрбия, диспрозия, европия, гадолиния, галлия, германия, золота, гафния, гольмия, индия, иридия, лантана, свинца, лития, лютеция, магния, марганца, молибдена, неодима, никеля, палладия, фосфора, платины, калия, празеодима, рубидия, рения, родия, рутения, самария, селена, скандия, серебра, натрия, стронция, тербия, теллура, тория, таллия, тулия, олова, вольфрама, урана, ванадия, иттрия, иттербия, цинка и циркония	СТ РК ИСО 17294-2-2006
Вода плавательных бассейнов		СП утв. Приказом МНЭ РК 20.03.2015г. № 237	1. Отбор проб	СТ РК ГОСТ Р 51592-2003
			Мутность, цветность, запах	ГОСТ 3351-74, СТ РК ИСО 7027-07

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			Кислотность	ГОСТ 26449.1-85
			Жесткость	СТ РК 1514-2006
			Щелочность, общая и композитная щелочность	ГОСТ 26449.1-85 СТ РК ИСО 9963-1-2008
			Азот аммонийный (по азоту)	ГОСТ 33045-2014
			Хлор остаточный, связанный, свободный, суммарный	ГОСТ 18190-72
			Водородный показатель (pH)	СТ РК ISO 10523-13
			Перманганатная окисляемость	ГОСТ 26449.1-85
			Перманганатное число	СТ РК 1498-2006
			Азот общий	ГОСТ 26449.1-85
			Аммиак	ГОСТ 26449.2-85
			Железо общее, ионы железа	ГОСТ 26449.1-85, KZ.07.00.01695-2018
			Хлориды	ГОСТ 26449.1-85, ГОСТ 4245-72
			ПАВ	KZ.07.00.01694-2018
			Ионы магния	KZ.07.00.01698-2018
			Ионы марганца	KZ.07.00.01699-2018
			Ионы меди	KZ.07.00.01700-2018
			Нитрат-ионы	KZ.07.00.01701-2018
			Нитрит-ионы	KZ.07.00.01702-2018
			Общий неорганический фосфор и фосфат-ионы	KZ.07.00.01712-2018
Почва, грунты, донные отложения		ГН № 452 от 25.06.2015г. Сводный приказ Минздравоохранения от 30.01.2004 № 99 и МООС	1. Отбор проб	ГОСТ 28168-89, ГОСТ 17.1.5.01-80 ГОСТ 17.4.4.02-84 ГОСТ 12071-2014 ГОСТ 17.4.3.01-83

69

69

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
		от 27.01.2004 № 21-II	Приготовление водной вытяжки	ГОСТ 27753.2-88
			Плотный остаток водной вытяжки, катионо-анионный состав	ГОСТ 26423-85
			Приготовление солевой вытяжки	ГОСТ 26483-85
			2. Физические свойства:	
			pH, удельная элетропроводимость	ГОСТ 26423-85, СТ РК ISO 11265-12 СТ РК ИСО 10390-2007
			Коэффициент фильтрации	ГОСТ 25584-2016
			Влажность	ГОСТ 28268-89, СТ РК 1290-2004
			Органические вещества	ГОСТ 26213-91, ГОСТ 23740-2016
			Сумма поглощенных оснований	ГОСТ 27821-88
			Гумус	ГОСТ 26213-91
			Водопроницаемость	ГОСТ 17.4.2.02-83 СТ РК 1291-2004
			Емкость катионного обмена	ГОСТ 17.4.4.01-84
			Гидролитическая кислотность	ГОСТ 26212-91
			Физические характеристики	ГОСТ 5180-2015
			Обменная кислотность	ГОСТ 26484-85
			Сумма поглощенных оснований	ГОСТ 27821-88
			Сухой остаток, токсичные соли	ГОСТ 17.5.4.02-84
			Сухие вещества и вода по массе	СТ РК ISO 11465-2013
			Органические загрязняющие вещества	СТ РК ИСО 14507-2010

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			Потеря массы при прокаливании	ГОСТ 27800-93
			Плотность	СТ РК 1285-2004
			Набухание, усадка	СТ РК 1550-2006
			Гранулометрический состав	СТ РК 1273-2004
			Классификация почв (водонасыщение, выветрелость, пористость, пустотность, пластичность, засоленность, суммарная льдистость)	*ГОСТ 25100-2011 ГОСТ 27753.4-88*
			3. Содержание веществ:	
			Азот (общий, аммонийный, нитратный, нитритный, органический)	ГОСТ 26107-84, ГОСТ 27753.8-88 СТ РК ISO 14255-12, СТ РК 1986-2010
			Нитраты	ГОСТ 26488-85
			Ионы-хлорида	ГОСТ 26425-85
			Сульфат-ионы	ГОСТ 26426-85
			Водорастворимые и кислорастворимые сульфаты	СТ РК ИСО 11048-2007
			Фтор (подвижный, водорастворимый)	СанПиН 42-128-4433-87
			Карбонаты, ионы карбоната и бикарбоната	ГОСТ 26424-85, СТ РК ISO 10693-2012
			Сероводород	СанПиН 42-128-4433-87
			Кальций, магний в водной вытяжке	ГОСТ 26428-85
			Обменный кальций, обменный (подвижный) магний	ГОСТ 26487-85
			Обменный калий	ГОСТ 26210-91
			Углеводород	СанПиН 42-128-4433-87

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			Калий, натрий	ГОСТ 26427-85
			Валовый фосфор, валовый калий	ГОСТ 26261-84
			Оксид натрия, оксид калия	ГОСТ 25542.3-93
			Подвижные соединения фосфора и калия	ГОСТ 26211-91, ГОСТ 26204-91
			Обменный аммоний по методу ЦИНАО	ГОСТ 26489-85
			Органический углерод	*СТ РК ISO 14235-2013*
			Формальдегид	СанПиН 42-128-4433-87
			Алюминий обменный (подвижный)	ГОСТ 26485-85
			Бор	ГОСТ Р 50688-94
			Ванадий	СТ РК 2.377-2015
			Железо подвижное (+II) (+III)	ГОСТ 27395-87
			Кадмий	СТ РК ИСО 11047-08 СТ РК 2.377-2015
			Кобальт, подвижные соединения кобальта	СТ РК ИСО 11047-2008, СТ РК 2.377-2015, СТ РК ГОСТ Р 50683-2008
			Стирол (винилбензол, фенилэтилен)	СанПиН 42-128-4433-87
			Марганец, подвижные соединения марганца, обменный марганец*	СТ РК ГОСТ Р 50685-2008, СТ РК ИСО 11047-2008, СТ РК 2.377-2015 ГОСТ 26486-85
			Медь, подвижные соединения меди	СТ РК ИСО 11047-08, СТ РК ГОСТ Р 50683-2008,СТ РК 2.377-2015
			Ксилолы (орто-, мета-,пара-)	СанПиН 42-128-4433-87
			Молибден	СТ РК ГОСТ Р 50689-2008

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			Мышьяк	СТ РК 2.377-2015
			Никель	СТ РК ИСО 11047-08, СТ РК 2.377-2015
			Ртуть	СТ РК 2.377-2015, СТ РК 2344-2013
			Свинец	СТ РК ИСО 11047-2008, СТ РК 2.377-2015
			Сера, подвижная сера	ГОСТ 26490-85, СТ РК 2276-2013
			Хром, хром (VI)	СТ РК ИСО 11047-2008 СТ РК 2.377-2015
			Цинк	СТ РК ИСО 11047-08, СТ РК 2.377-2015
			ПХДД/ПХДФ, ПХБ, ПХН	СТ РК 2815-2016, СТ РК ISO 17858-12
			Полициклические ароматические углеводороды (ПАУ)	СТ РК ISO 13877-2013
			Хлорорганические пестициды и ПХБ, ДДТ и его метаболиты	СТ РК ISO 10382-2013,СТ РК 2131-2011 СТ РК ИСО 14507-2010
			Нефтепродукты	РД 52.18.647-2003, СТ РК 2.378-2015
			Ксантогенаты	*KZ.07.00.03764-2018*
			Газовая составляющая нефтепродуктов (метан, этан, этилен, пропан, пропилен, изо- и н-бутан)	СТ РК 1098-2002
			Массовая концентрация содержания нефтепродуктов и n-алканов (С-12-С-29, пристана, фитана)	СТ РК 1098-2002
			Цианиды	СТ РК ISO 17380-2014 *KZ.07.00.01722-2018*
			Экстракция микроэлементов	СТ РК ИСО 11466-2010

73

73

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			Фосфорорганические пестициды	СТ РК 2044-2010
			2,4-Д (2,4-дихлорфенокси-уксусной кислоты)	СТ РК 2010-2010
			Определение микроэлементов и массовой доли алюминия, бария, бериллия, бора, ванадия, висмута, вольфрама, железа, иттрия, кадмия, кальция, калия, кобальта, кремния, лантана, лития, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, натрия, никеля, олова, рубидия, ртути, свинца, селена, серы, серебра, скандия, стронция, сурьмы, таллия, теллура, титана, тория, урана, фосфора, хрома, церия, цезия, цинка	ПНД Ф 16.1:2.3:3.11-98 ГОСТ ISO 22036-2014
			Метил, этилмеркурхлорид	СТ РК 2786-2015
			Методы химического анализа	ГОСТ 8269.1-97
			Санитарно-бактериологические показатели	МУ 2.1.7.730-99
			Гербициды	СТ РК ISO 11264-2012
			Карате, циболт, децис, фастак, данитол	МУ 4344-87
			Труднолетучие органические вещества	МУК 4.1.1062-01
			Квазалофоп-п-тефурил	МУК 4.1.1137-02
			Лонтрел	МУ 2427-81

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
Руды, цветные металлы, концентраты и продукты технологического цикла их переработки.		ГОСТ 22772.0-96, ГОСТ 16598-80, ГОСТ 14180-80, *СТ РК 1085-2002* *СТ РК 2691-2015*	Пробоподготовка	СТ РК 1199-2003
			Определение массовой доли влаги	ГОСТ 13170-80, ГОСТ 23581-79
			Фракционный состав	ГОСТ 24598-1981
			Сера, сера сульфатная	СТ РК 1354-2005, СТ РК 1355-2005
			Молибден	СТ РК 2003-2010
			Селен	СТ РК 2004-2010
			Сульфат бария	СТ РК 2201-2012
			Ванадий	СТ РК 1356-2005
			Уран	*СТ РК 2.319-2015*
			Сернокислый стронций	ГОСТ 25702.12-83
			Пятиокись тантала	ГОСТ 25702.13-83
			Алюминий	ГОСТ 27225-87
			Диоксид титана	ГОСТ 14657.5-96
			Бериллий	ГОСТ 11739.3-99
			Платина, палладий, родий	ГОСТ 27973.3-88
			Олово	ГОСТ 23957.2-2003
			Цинк, свинец, медь, кадмий, хром, железо, кобальт, никель, марганец, ванадий, мышьяк, ртуть	ГОСТ 31875-2012 СТ РК 2.377-2015
			Истинная, объемная, насыпная плотность и пористость	ГОСТ 25732-88
			Железо общее, металлическое	ГОСТ 18262.4-88
			Натрий, калий, кальций, магний	*ГОСТ 32325-2013*

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			Электрические поля промышленной частоты (50 Гц)	ГОСТ 12.1.002-84
			Магнитные поля промышленной частоты (50 Гц)	СТ РК 1150-2002 СТ РК 1151-2002
			Микроклимат:	
			Температура воздуха	ГОСТ 12.1.005-88
			Скорость движения воздуха	ГОСТ 12.1.005-88
			Влажность воздуха	ГОСТ 12.1.005-88
			Тепловое излучение	ГОСТ 12.1.005-88
			Кратность воздухообмена	СН СЭТкОЗ утвержденные приказом № 357 от 31.05.2017г. СТ РК ИСО 14644-2-2011
			Естественное освещение:	
			Коэффициент естественной освещенности	ГОСТ 24940-96
			Коэффициент пульсации освещенности	*СТ РК ГОСТ Р 54945-2014*
			Искусственное освещение: Освещенность рабочей поверхности Показатель ослепленности Отраженная блескость Коэффициент пульсации освещенности. Яркость.	Приказы Мин труда и соц. защиты населения РК об утверждении отраслевых норм выдачи работникам сертифицированных средств индивидуальной защиты ГОСТ 26824-2010
			Ультрафиолетовое излучение	РМГ 77-2005

Наименование продукции (объекта)	Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС	Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)	Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)	Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)
			Оценка наличия СИЗ: Оценка обеспеченности работников СИЗ	Приказы Мин труда и соц. защиты населения РК об утверждении отраслевых норм выдачи работникам сертифицированных средств индивидуальной защиты
			Травмоопасность:	Трудовой кодекс РК от 23.11.2015 г. № 414-V
			Оценка производственного оборудования, приспособлений, инструмента, обеспеченности средствами обучения и инструктажа	
			Тяжесть трудового процесса	
			Напряженность трудового процесса	

Директор ТОО «ЭкоЛюкс-Ас» **Х.З.Амриев**

20 ОКТ 2018
УТВЕРЖДЕНО

«24» 12 2018 г.

78

Договор о возмездном оказании услуг (разовый) № 29

г. Нур-Султан «07» июля 2020г.

РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» КККБТУ МЗ РК, именуемое в дальнейшем «Исполнитель», в лице директора филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» КККБТУ МЗ РК по г. Нур-Султан Тунгушбаева Т.К. действующего на основании Генеральной доверенности №854 от «15» октября 2019 г. с одной стороны, и (Ф.И.О) ТОО „Конструктив Энерго Строй"

(Наименование ИП, ТОО)

именуемое в дальнейшем «Заказчик», с другой стороны, при совместном упоминании именуемые «Стороны», а по отдельности «Сторона» или как указано выше, заключили настоящий договор (далее - Договор) о нижеследующем:

1. Предмет договора

1.1 Исполнитель обязуется оказать Заказчику услуги согласно приложению к настоящему Договору (далее – Услуги), а Заказчик оплатить и принять Услуги на условиях настоящего Договора.

1.2 Перечисленные ниже документы и условия, оговоренные в них, образуют данный Договор и считаются его неотъемлемой частью, а именно: 1) настоящий Договор, 2) перечень закупаемых услуг (Приложение 1).

2. Стоимость Договора и условия оплаты

2.1 Общая сумма Договора указана в Приложении 1 и включает все расходы, связанные с выполнением услуг, а также все налоги и сборы, предусмотренные законодательством Республики Казахстан.

2.2 Заказчик в течение 10 календарных дней со дня вступления Договора в силу, производит на расчетный счет/кассу Исполнителя авансовый платеж в размере 100%.

2.3 Объем оказываемых Услуг в количественном и стоимостном выражении оговорен в Приложении 1 к Договору.

Примечание: Выберите один из следующих вариантов:

- ☐ Пробы для оказания Услуг предоставляются Исполнителем самостоятельно.
- ☐ Выезд специалистов для оказания услуг осуществляется на автотранспорте Заказчика.
- ☐ Выезд специалистов для оказания услуг осуществляется на автотранспорте Исполнителя, согласно Прейскуранту цен Исполнителя.

3. Обязательства Сторон

3.1 Исполнитель обязуется

1) обеспечить полное и надлежащее исполнение взятых на себя обязательств по Договору, а также по требованию Заказчика предоставлять информацию о ходе исполнения обязательств по Договору.

2) выдать протоколы результатов по завершении оказания услуг и при условии исполнения Заказчиком п. 2.2 настоящего Договора;

3.2 Заказчик обязуется:

1) обеспечить доступ специалистов Исполнителя для оказания Услуг;

2) в соответствии с условиями Договора принимать и оплачивать Услуги, оказанные Исполнителем по Договору;

4. Ответственность сторон

4.1 В случае нарушения Заказчиком п. 2.2. настоящего договора, Исполнитель вправе расторгнуть настоящий договор в одностороннем порядке, а Заказчик обязуется возместить все убытки Исполнителя

4.2 В случае нарушения установленных Договором сроков оказания Услуг со стороны Исполнителя, Заказчик вправе прекратить исполнение своих обязательств по Договору, направив уведомление о неисполнении обязательств по настоящему договору, оплатив Исполнителю фактически оказанные услуги.

4.3 Если любое изменение ведет к уменьшению или увеличению стоимости, или сроков, необходимых Исполнителю для оказания Услуг по Договору, то сумма Договора или срок оказания Услуг, или и то и другое соответствующим образом корректируется, а к Договору составляется Дополнительное соглашение с внесенными поправками.

5. Срок действия и условия расторжения договора

5.1 Договор вступает в силу со дня подписания и действует до 31 декабря 2020 года.

5.2 Договор может быть расторгнут по соглашению сторон.

5.3.Стороны не несут ответственность за неисполнение условий Договора, если оно явилось результатом форс-мажорных обстоятельств.

6. Прочие условия

6.1 Любые изменения и дополнения к Договору действительны лишь при условии, если они совершены в письменной форме и подписаны Сторонами.

6.2 Заказчик и Исполнитель должны прилагать все усилия к тому, чтобы разрешать в процессе прямых переговоров все разногласия или споры, возникающие между ними по Договору или в связи с ним.

6.3 Неурегулированные вопросы Договором, Стороны руководствуются законодательством Республики Казахстан.

7. Реквизиты сторон

Исполнитель	**Заказчик**
РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» КККБТУ МЗ РК в лице Филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» КККБТУ МЗ РК по г. Нур-Султан	Наименование организации ТОО „Конструктив Энерго Строй"
Адрес: г. Нур-Султан, ул. Желтоксан, д 46	Юр.адрес: ул Кошкарбаева, д 16, кв 20
БИН 150741024821	Факт.адрес: ул. Кенесары, д 1, оф 301
ИИК KZ336017111000000264	ИИН: 121140005239
АО «Народный банк Казахстана»	ИИК: KZ909988TB0000197316
БИК HSBKKZKX	Банк: АО „First Heartland Jysan Bank"
КБе 16	БИК: TSESKZKA КБе 17
Тел.: 8 7172 486276	Тел.: 8 701 880 1710
8 702 846 33 92	Факс, email: kes-2014@bk.ru

Начальник отдела ОПиОП

_____ Э.А. Кобейкулова

МП

Директор

_____ Битимбаев М.С. Ф.И.О.

КОНСТРУКТИВ ЭНЕРГО СТРОЙ

ЗАПОЛНЯТЬ ПЕЧАТНЫМИ БУКВАМИ

78

Приложение №1
к Договору
№_____

Перечень закупаемых услуг

№ пп	Наименование услуги	Вид исследования	Количество	Сроки оказания услуги	Цена за единицу услуг	Сумма
1	микробиологические			До 10 календарных дней	По факту	По факту
2	санитарно-гигиенические			До 10 календарных дней	По факту	По факту
3	токсикологические	на определение степени токсичности почвы		До 10 календарных дней	По факту	По факту
4	радиологические замеры			До 10 календарных дней	По факту	По факту
5	замеры шума и вибрации			До 10 календарных дней	По факту	По факту
6	дезинфекционные услуги			До 10 календарных дней	По факту	По факту
7	вирусологические			До 10 календарных дней	По факту	По факту
8	Другие исследования			До 10 календарных дней	По факту	По факту
	ИТОГО					

Исполнитель
РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» КККБТУ МЗ РК в лице Филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» КККБТУ МЗ РК по г. Нур-Султан
Адрес: г. Нур-Султан, ул. Жетекшан, д. 46
БИН 150741024821
ИИК KZ336017111000000264
АО «Народный банк Казахстана»
БИК HSBKKZKX
КБе 16
Тел.: 8 7172 486276
8 702 846 33 92
Начальник отдела ОПиОП
_____ **Э.А. Кобейкулова**
МП

Заказчик
Наименование организации ТОО „Конструктив Энерго Строй"
Юр адрес: ул Кенкарбаева, д.46, кв 220
Факт адрес: ул Кенесары, д 1, оф. 301
ИИН: 121140006239
ИИК: KZ90998BTB0000197316
Банк AO „First Heart Band Jusan Bank"
БИК TSESKZKA
Тел 8701 880 1710
Факс, E-mail kes_2014@bk.ru
Объект: _____
Должность Директор
_____ Батимбаев Н.С. **Ф.И.О.**

ЗАПОЛНЯТЬ ПЕЧАТНЫМИ БУКВАМИ

Утверждаю
Заместитель Генерального директора
ТОО «Национальный центр аккредитации»
Комитет технического регулирования
и метрологии Министерства
торговли и интеграции Республики Казахстан
_____ К.Н. Тайжанов
«_____» _____20___ г.
Приложение № __ к Аттестату аккредитации
_____ от «___» _____ 20___ г

страницах 186

ОБЛАСТЬ АККРЕДИТАЦИИ
ФИЛИАЛА РГП на ПХВ «НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР ЭКСПЕРТИЗЫ»
КОМИТЕТА КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ ТОВАРОВ И УСЛУГ МИНИСТЕРСТВА
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН по городу Нур-Султан
010000, г.АСТАНА, ул. ЖЕЛТОКСАН, 46 тел. 31-54-09; ул. КАРАСАЙ БАТЫРА 2а тел. 54-71-47;
МЕЖДУНАРОДНЫЙ АЭРОПОРТ, проезд 77, д.7 тел. 28-65-11

1	2	3	4	5
Наименование продукции (объекта)	**Код ТН ВЭД ЕВРАЗЭС**	**Обозначение нормативных правовых актов, нормативных документов на продукцию (объект)**	**Определяемые характеристики (показатели) продукции (объекта)**	**Обозначение нормативных документов на методы испытаний для определения характеристик (показателей)**
Мясо и мясные продукты Оленина, мясо диких животных Мясо свежее, охлажденное и мороженое.	0201 10 000 0201 10 000 1 0202 10 000 1 0203 11 100 1 0204 10 000 0 0204 50 390 0 0205 00 200 0	ГОСТ 779-55 ГОСТ 31777-2012 СТ РК 1731-2007 ГОСТ 31476-2012 ГОСТ 16867-71 ГОСТ 32225-2013	Отбор проб	СТ РК 1731-2007, СТ РК 1729-2007 ГОСТ 7269-2015
			Органолептические показатели -цвет	СТ РК 1731-2007
			-консистенция	ГОСТ 23392-2016
			-запах	СТ РК 1731-2007

1	2	3	4	5
	0205 00 800 0	Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам, подлежащих санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю) Глава II Раздел 1. Требования безопасности и пищевой ценности пищевых продуктов №299 от 28.05.2010г.	-свежесть	СТ РК 1731-2007, ГОСТ 13392-2016
			Физико-химические показатели: -белок (по показаниям)	ГОСТ 25011-2017
			-Жир	ГОСТ 23042-86 МУ 4.05.025.97 №4237-86
			-Углеводы	МУ 4.05.025.97 №4237-86
			-Энергетическая ценность	МУ 4.05.025.97 №4237-86
			-влага	СТРК 1484-2007
			-pH	СТРК ИСО 2917-2009
			Выявление факта радиационного облучения (радиационной стерилизации)	СТ РК ГОСТ Р 52529-2007
			Видовая идентификация ДНК животных	СТ РК ГОСТ Р 52723-2010
			Токсичные элементы пробоподготовка	ГОСТ 26929-94
			-свинец	ГОСТ 30178-96 ГОСТ 33824-2016
			-мышьяк	ГОСТ 31266-2004 ГОСТ 31628-2012
			-кадмий	ГОСТ 30178-96 ГОСТ 33824-2016
			-ртуть	ГОСТ 26927-86, СТ РК 2350-2013
			Отбор проб	СанПиН 6.01.001-97

1	2	3	4	5
			Пестициды -ГХЦГ (α, β, γ-изомеры) -ДДТ и его метаболиты - гептахлор -Альдрин -Кельтан -Гексахлорбензол	СТ РК 2011-2010 МУ № 2142-80
			Хлорофос Карбофос Метафос Базудин	МУ № 3222-85 СТ РК 2044-2010
			2,4- Д	МУ №1541-76 СТ РК 2010-2010
			Радионуклиды - цезий – 137	ГОСТ 32161-2013
			- стронций – 90	ГОСТ 32163-2013
			Микробиологические показатели Отбор проб	ГОСТ 31904-2012
			1. КМАФАнМ	ГОСТ 10444.15-94
			2. БГКП	ГОСТ 31747-2012
			3. Патогенные, в т.ч. сальмонеллы	ГОСТ 31659-2012
			4. Плесень	ГОСТ 10444.12-2013
			5. L. monocytogenes	ГОСТ 32031-2012, СТ РК ГОСТ Р 51921-2010, МУК 4.2.1122-2002
			Антибиотики -тетрациклиновая группа	МУК 4.1.2158-2007 KZ. 07.00.03642-2017
			- левомицетин	МУК 4.1.1912-2004 KZ. 07.00.03642-2017

1	2	3	4	5
			-сульфонамиды (сульфаниламиды)	МУК 4.1.2158-2007
			Гормональные вещества: Тестостерон	Инструкция к Т-системе №R2401
			Кленбутерол	СТ РК ГОСТ Р 53594-2011
			Тренболон	СТ РК ГОСТ Р 53594-2011
			Меленгестролацетат	Инструкция к Т-системе №R6502
			Рактопамин	Инструкция к Т-системе №R9901
			Паразитологические показатели -личинки гельминтов, финны бычьего и свиного цепней	СТ РК 2781-2015
Колбасные изделия, копчености, кулинарные изделия из мяса	1601 00 1601 00 100 0 1601 00 910 0 1601 00 990 0	ГОСТ 9792-73 СТ РК 1353-05 ГОСТ 16594-85 ГОСТ 17482-85 ГОСТ 18255-85 ГОСТ 18256-85 СТ РК 243-2013 СТ РК 1034-2000 СТ РК 1035-2013 СТ РК 1131-2015 Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам, подлежащих санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю) Глава II Раздел 1. Требования безопасности и	Отбор проб	ГОСТ 9792-73
			Органолептические показатели -внешний вид	ГОСТ 4288-76, ГОСТ 34135-2017
			-консистенция	ГОСТ 4288-76, ГОСТ 34135-2017
			-вид на разрезе	ГОСТ 4288-76, ГОСТ 34135-2017
			-запах и вкус	СТ РК 1731-2007
			Физико-химические показатели -массовая доля влаги	ГОСТ 9793-2016
			-качественное определение наполнителя (кулинарные изделия и полуфабрикаты из рубленого мяса)	ГОСТ 4288-76, ГОСТ 34135-2017
			- нитрозоамины	МУК 4.4.1.011-93, МУ 4.02.001.97
			-углеводы	МУ 4.05.025.97 №4237-86
			-энергетическая ценность	МУ 4.05.025.97 №4237-86
			- массовая доля хлеба	ГОСТ 34135-2017

1	2	3	4	5
		пищевой ценности пищевых продуктов №299 от 28.05.2010г.	**Токсичные элементы** -свинец	ГОСТ 30178-96 ГОСТ 33824-2016
			-мышьяк	ГОСТ 31266-2004 ГОСТ 31628-2012
			-кадмий	ГОСТ 30178-96 ГОСТ 33824-2016
			-ртуть	СТ РК 2350-2013
			Отбор проб	СанПиН 6.01.001-97
			Пестициды: -гептахлор	СТ РК 2011-2010 МУ № 2142-80
			Радионуклиды - цезий – 137	ГОСТ 32161-2013
			- стронций – 90	ГОСТ 32163-2013
			Микробиологические показатели: 1. КМАФАнМ	МР № 55 от 05.03.2015
			2. L. monocytogenes	ГОСТ 32031-2012, СТ РК ГОСТ Р 51921-2010, МУК 4.2.1122-2002
			Антибиотики: -сульфонамиды (сульфаниламиды)	МУК 4.1.2158-2007
			Определение компонентов, полученных с применением генно-инженерно-модифицированных организмов: -выявление ДНК генномодифицированных ингредиентов сои, -идентификация линии ГМО,	ГОСТ ISO 24276-2017 СТ РК 1346-2005 ГОСТ ИСО 21571-2009 ГОСТ ИСО 21569-2009

1	2	3	4	5
			Ксилол (смесь)	МВИ-4215-001А-56591409-2012(KZ. 07.00.01799-2018) МВИ-4215-005-56591409-2009(KZ. 07.00.01841-2018)
			Уксусная кислота	МВИ-4215-002-56591409-2009 (KZ. 07.00.01664-2017) МВИ-4215-003-56591409-2009(KZ. 07.00.01665-2017)
			Метилметакрилат	МВИ-4215-002-56591409-2009(KZ. 07.00.01664-2017)
			Углеводороды алифатические предельные С1-С 10	МВИ-4215-002-56591409-2009(KZ. 07.00.01664-2017)
			Углеводороды предельные С12-С19	МВИ-4215-002-56591409-2009(KZ. 07.00.01664-2017) МВИ-4215-007-56591409-2009(KZ. 07.00.01143/3-2015)
			Эпихлоргидрин	МВИ-4215-002-56591409-2009(KZ. 07.00.01664-2017)
			Этиленгликоль	МВИ-4215-002-56591409-2009(KZ. 07.00.01664-2017)
Почва.[1]		МР №3.05.061.97 «Методические указания санитарно-микробиологическому исследованию почвы»	**Микробиологические показатели** 1. ОМЧ	МУ 3.05.061.97
			2. БГКП	МУ 3.05.061.97
			3. Cl. perfringens	МУ 3.05.061.97
			4. Патогенные в т.ч. сальмонеллы	МУ 3.05.061.97
			5. Термофильные бактерии	МУ 3.05.061.97

1	2	3	4	5
			6. Обнаружение возбудителя сибирской язвы	МР к приказу № 725/575 от 01.10.04. Инструкция к Т-системе
			Паразитологические показатели: - Обнаружение личинок и яиц гельминтов, цист патогенных простейших	МР.от 27.12.05г МР №35-ОД от 25.02.2016
			Отбор проб	СанПин 6.01.001-97
			Пестициды: ГХЦГ (λ,β,γ - изомеры) ДДТ и его метаболиты	МУ 1766-77 МУ № 2142-80
			цимбуш амбуш децис каратэ суми- λ	МУ № 2473-81 МУ № 4344-87
			Атразин Прометрин	МУ №1803-77 МУ №1803-77
			Карбофос Метафос Хлорофос Хлорпирифос	МУ № 5040-89 МУ № 3222-85 СТ РК 2044-2010 МУ № 1799-77
			Токсичные элементы: свинец кадмий мышьяк ртуть -массовая доля нефтепродуктов	СТ РК ИСО11047-08 СТ РК 2.378-2015
Парфюмерно-косметические средства.	3304 99 000 0 3307 30 000 0	СТ РК ГОСТ Р 51579-2003 ГОСТ 32117-2013 ГОСТ 32048-2013	**Органолептические показатели:** - запах, цвет	ГОСТ 31649-2012

1	2	3	4	5
Средства ухода за кожей лица и тела Кремы косметические: жировые эмульсионные гидрофильные		ГОСТ 31088-2002 ГОСТ 31460-2012 СТ РК ГОСТ Р52343-2007 Едины е санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам, подлежащих санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю) Глава II Раздел 4 №299 от 28.05.2010г.	-консистенция	ГОСТ 790-89
			Физико-химические показатели: -массовая доля свободной и связанной щелочи, кислотное число	ГОСТ 29188.5-91
			Токсикологические показатели: - ирритативное действие	ИМ№1.1.11-12-35-2004
			- определение этилового спирта в парфюмерно-косметических средствах	ГОСТ 29188.6-91
			- индекс токсичности	ИМ№ 1.1.11-12-35-2004;
			-определение индекса токсичности	ИМ№ 1.1.11-12-35-2004;
			-Отбор проб	ГОСТ 29188.0-2014 МУК 4.2.801-99 СТ РК ИСО 21148-2008
			Микробиологические показатели: - Staphylococcus aureus;	ГОСТ ISO 22718-2018
			- Pseudomonas aeruginosa	ГОСТ ISO 22717-2018
Средства ухода за кожей лица Гели (желе), гели-муссы, гели-пенки и др. Концентраты, сыворотки, масла Солнцезащитные средства и средства для автозагара Отбеливающие средства		СТ РК ГОСТ Р51579-2003 ГОСТ 32117-2013 ГОСТ 32048-2013 ГОСТ 31088-2002 ГОСТ 31460-2012 СТ РК ГОСТ Р52343-2007 Едины е санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к	**Органолептические показатели:** - внешний вид, запах, цвет	СТ РК ГОСТ Р 52343-2007
			Физико-химические показатели: -водородный показатель	СТ РК ГОСТ Р 52343-2007
			Токсикологические показатели: - ирритативное действие	ИМ№1.1.11-12-35-2004

1	2	3	4	5
1.14. Полимерные материалы на основе эпоксидных смол		Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам, подлежащих санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю) Гл. II, Раздел 3. Требования к материалам, реагентам, оборудованию, используемым для водоочистки и водоподготовки №299 от 28.05.2010г	**Миграция химических веществ:** - дифинилолпропан	И 7.04.001.97 РД 52.24.492-2006 И 7.04.001-97 ГОСТ 22648-77 РД 52.24.492-2006
1.15. Иономерные смолы, в том числе серлин		Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам, подлежащих санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю) Гл. II, Раздел 3. Требования к материалам, реагентам, оборудованию, используемым для водоочистки и водоподготовки №299 от 28.05.2010г	- цинк (Zn);	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003 ГОСТ 31870-2012
Картон фильтровальный	4805 40 000 0 4823 20 000 1 4823 20 000 9	Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам, подлежащих санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю) Гл. II, Раздел 3.	**Миграция химических веществ:** - этилацетат	МУК 4.1.3166-2014
			- ацетальдегид	МУК 4.1.3166-2014
			- формальдегид;	ГОСТ 22648-77 И 7.04.001-97
			- спирт метиловый	МУК 4.1.3166-2014

1	2	3	4	5
		Требования к материалам, реагентам, оборудованию, используемым для водоочистки и водоподготовки №299 от 28.05.2010г	Мышьяк (As)	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003 ГОСТ 31870-2012
			Свинец (Pb)	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003 ГОСТ 31870-2012
			Кадмий (Cd)	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003 ГОСТ 31870-2012
			Хром (Cr)	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003 ГОСТ 31870-2012
			Цинк	СТ РК ГОСТ Р 51309-2003 ГОСТ 31870-2012

Примечание: Продукция не входящая в перечень обязательной сертификации

Директор филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы»
Комитета контроля качества и безопасности товаров и услуг
Министерства здравоохранения РК по городу Нур-Султан **Тунгушбаев Т.К.**

О Т Ч Е Т №2

Отчет по результатам обследования и отбора проб на участке, загрязненного опасными отходами Фосфогипс (пришедшими в негодность и перемешанных с землей), расположенных на земельном участке территории бывшей Атбасарской химической базы на границе города Атбасар.

Этап 2

Отчет с приложением протоколов лабораторных испытаний

Директор ТОО «КонструктивЭнергоСтрой» Ситимбаев М.С.

КОНСТРУКТИВ ЭНЕРГО СТРОЙ

СОДЕРЖАНИЕ

1. ОПИСАНИЕ ПРИБОРОВ 3
1.1. Газовый хроматограф 3
1.1.1. Принцип работы газового хроматографа 3
1.1.2. Порядок исследования 3
1.2. Устройство 4
1.2.1. Колонки газового хроматографа 5
1.2.2. Детекторы в газовой хроматографии 6
1.2.3. Объекты анализа 7
1.2.4. Сферы применения 7
1.3. Атомно-абсорбционная спектрометрия 9
1.3.1. Основной принцип 9
1.3.2. Прибор 9
1.3.3. Преимущества метода 9
1.3.4. Области применения абсорбционных спектрометров 11
1.4. Фотоколориметр. 12
1.4.1. Достоинства фотоколориметра 12
2. ПЕРЕДАЧА ПРОБ НА АНАЛИЗЫ 14

1. ОПИСАНИЕ ПРИБОРОВ

1.1. Газовый хроматограф

Газовый хроматограф представляет собой устройство для анализа сложных газовых веществ путем их дифференцирования на монокомпоненты. Далее компоненты смеси подвергаются анализу на предмет качественных и количественных характеристик. При этом исследования можно проводить с применением любых физических и химических способов. Если хроматографу не удалось разделить пробу на элементы, то вещество принято считать однородным. Газовые хроматографы являются неотъемлемой частью хроматографии и широко используются в исследовательской деятельности различных профилей, начиная от фармацевтики и заканчивая добывающей промышленностью.

1.1.1. Принцип работы газового хроматографа

Газовый хроматограф работает согласно общим принципам хроматографии. Это значит, что элементы смеси распределяются между двумя фазами: подвижной (элюентом) и неподвижной. Для газового хроматографа характерно проведение исследований, где в качестве подвижной фазы выступает газ или пар. Чаще всего в качестве элюента выступают гелий, водород и азот. Неподвижной фазой может быть как твердое тело (тогда речь идет о газообсорбционной хроматографии), так и жидкое вещество (в таком случае, принято говорить о газожидкостной хроматографии).

1.1.2. Порядок исследования

Само исследование смесей в газовом хроматографе выглядит следующим образом:

- Поступление пробы в устройство ввода. Небольшое количество исследуемого вещества помещается в устройство ввода при помощи специального дозатора. Здесь же происходит испарение жидких проб с последующим поступлением в хроматографическую колонку.
- Разделение смеси на монокомпоненты. Смесь делится на отдельные элементы при одновременном протекании процессов сорбции-десорбции веществ между элюентом и неподвижной фазой.
- Перемещение в детектор монокомпонентов и газа-носителя. Здесь происходит регистрация веществ, которые по своим физико-химическим свойствам отличаются от газа-носителя, и преобразование их в электросигнал.

- Усиление электрического сигнала и преобразование его в аналоговое напряжение. На этом этапе данные получают цифровую форму.
- Составление хроматограммы. Регистратор (как правило, это ПК) выстраивает график зависимости сигнала от времени. Этот график принято называть хроматограммой.

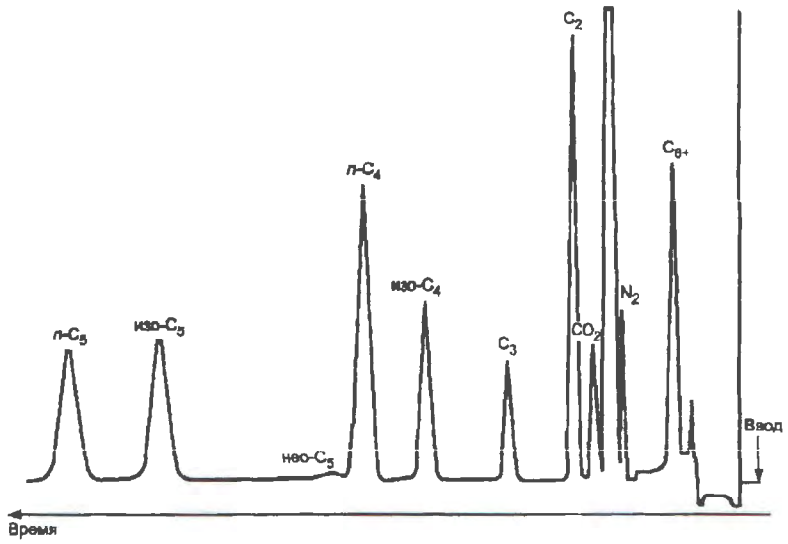


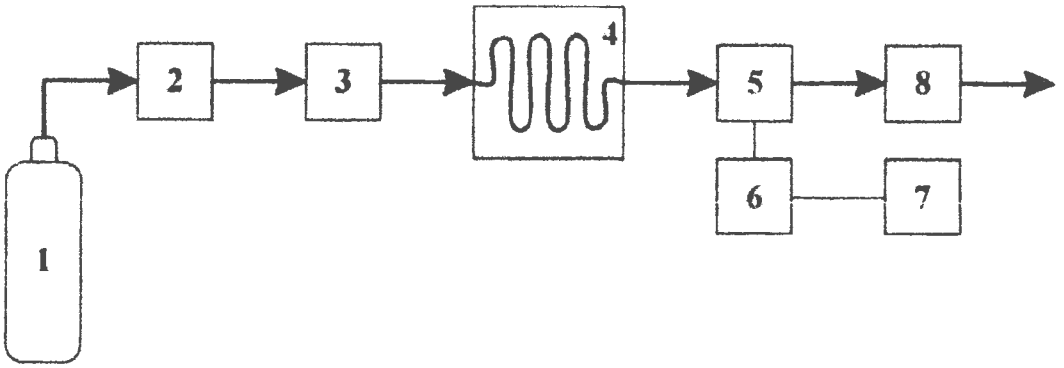
Рисунок 1.

1.2. Устройство

Хроматограф газа имеет достаточно сложную конструкцию, где каждый элемент выполняет определенную функцию. Стандартный прибор состоит из следующих узлов:

- Источник газа-носителя (элюента). Как правило, в качестве источника газа-носителя используют баллон объемом 40 литров с сжатым или сжиженным газом, находящимся под большим давлением.
- Регулятор расхода элюента. Этот элемент отвечает за контроль расхода газа и обеспечение необходимого давления на входе в систему.
- Устройство ввода проб. Через него образец подается в колонку.
- Хроматографическая колонка — сосуды, диаметр которых намного меньше длины. В этом сосуде и происходит дифференцирование сложной смеси.
- Детекторы. На выходе из системы фиксируют концентрацию веществ и регистрируют отличные от газа-носителя свойства.
- Электронный усилитель. Служит для усиления электрического сигнала.

Конструкция газового хроматографа включает в себя также расходомер, отвечающий за контроль расхода газа, и регистратор, который служит для построения хроматограммы. В качестве регистратора в современных приборах чаще всего используется ПК, реже — самописец.



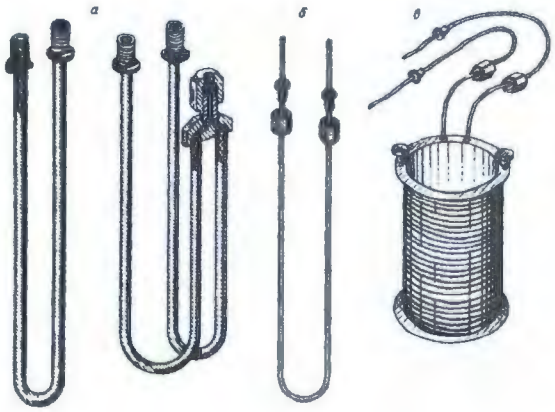
1 — источник газа-носителя;
2 — регулятор расхода подвижной фазы;
3 — устройство ввода образца;
4 — колонка;
5 — детектор;
6 — электроусилитель;
7 — регистратор;
8 — расходомер.

Рисунок 2.

1.2.1. Колонки газового хроматографа

Хроматографические колонки можно считать одним из важнейших элементом хроматографа. В ходе исследования трубки наполняют неподвижной фазой. Разделение вещества на компоненты происходит именно в хроматографических колонках. Различают два типа колонок:

- Насадочные — трубки большого диаметра (ориентировочно — около 2 мм), которые заранее наполняют адсорбентом. Такие колонки можно изготовить самостоятельно, их также называют «набивными».
- Капиллярные — полые или открытые колонки. Состоят из капилляров малого диаметра (как правило, 0,53 мм, 0,32 мм, 0,25 мм, 0,1 мм). За счет малого диаметра существенно снижается размытие пиков в результате диффузии, а значит — повышается эффективность. Использование капиллярных колонок способствует сокращению времени проводимого анализа и улучшению дифференцирования веществ на компоненты.



а — насадочная колонка;
б — микронасадочная колонка;
в — капиллярная колонка.

Рисунок 3.

1.2.2. Детекторы в газовой хроматографии

Детекторы также считаются важнейшими элементами газового хроматографа, поскольку именно эти элементы отвечают за определение качественных и количественных характеристик анализируемых веществ. В данной таблице приведены наиболее распространенные виды детекторов, используемых в газовых приборах.

Таблица 1. Детекторы

Детектор	Область применения	Нижний предел детектирования, пг	Линейный диапазон (отношение наибольшего содержания вещества к наименьшему)
Детектор по теплопроводности (катарометр)	Все вещества	10	104
Пламенно-ионизационный детектор (ПИД)	Все виды органических веществ	100	106
Термоионный детектор (ТИД)	Вещества, содержащие азот и фосфор	1–10	103–104
Детектор	Вещества,	0,001–1,0	102

электронного захвата (ЭЗД)	содержащие серу, галоген и азот		
Пламенно-фотометрический детектор (ПФД)	Вещества, содержащие серу и фосфор	100	103–105

1.2.3. Объекты анализа

Объекты анализа для газового хроматографа должны обладать рядом свойств, а именно — летучестью, термостабильностью, инертностью, молекулярной массой не более 400 единиц, простотой получения. Все эти характеристики в совокупности обычно присутствуют в органических веществах. Однако хроматограф газа может использоваться и для исследования смесей неорганической природы.

1.2.4. Сферы применения

Рисунок 4.

Использование газовых хроматографов актуально в различных промышленных отраслях, медицине и криминалистике. С помощью таких хроматографов обычно исследуют:

- Продукты горения. Анализу могут подвергаться продукты горения, образовавшиеся при использовании топлива различных видов.
- Результаты работы промышленных печей, топочных приборов, парогенераторов и т. д. Посредством газового хроматографа можно анализировать и контролировать результаты работы технического оборудования.
- Состав воздуха. Обычно исследуют воздух в рудниках, складских и промышленных помещениях.
- Медикаменты. Речь идет об анализе количественного и качественного состава лекарственных средств.

1.3. Атомно-абсорбционная спектрометрия

1.3.1. Основной принцип

Атомная абсорбция — процесс поглощения электромагнитного излучения специфической длины волны атомом в основном состоянии с переходом в возбужденное состояние. Атомы в основном состоянии поглощают энергию с резонансной частотой, и вследствие такого резонансного поглощения электромагнитное излучение ослабляется. Поглощенная энергия фактически прямо пропорциональна количеству присутствующих атомов. Данная общая фармакопейная статья приводит общую информацию и определяет порядок действия при определении элементов атомно-абсорбционной спектрометрией либо с помощью атомизации с использованием пламени, электротермического испарения в графитовой печи, получения гидридов, либо способом холодного пара для определения ртути. Атомно-абсорбционная спектрометрия — техника определения концентрации элемента в испытуемом образце путем измерения поглощения электромагнитного излучения атомным паром элемента испытуемого образца. Испытание проводят при длине волны одной из линий поглощения (резонансных линий) определяемого элемента. Количество поглощенного излучения, в соответствии с законом Бугера-Ламберта-Бера, пропорционально концентрации элемента.

1.3.2. Прибор

Атомно-абсорбционные спектрометры состоят из следующих основных частей:

- источник излучения,
- атомизатор,
- монохроматор,
- детектор.

1.3.3. Преимущества метода

Среди различных типов спектрометрического оборудования абсорбционные спектрометры обладают наибольшей точностью при высокой чувствительности и быстроте работы и способны идентифицировать около 67 элементов (металлы и ряд переходных элементов) в растворе. Для определения содержания исследуемого элемента достаточно малой массы пробы, поэтому цена анализа на атомно-абсорбционном спектрометре довольно низкая.

Прибор обычно оснащают системой коррекции фона. В качестве источника излучения используют лампы с полым катодом (ЛПК, HCL — hollow-cathode lamp) и безэлектродные газоразрядные лампы (БЭГЛ, EDL — electrodeless discharge lamp). Излучение таких ламп имеет спектр определяемого элемента, состоящий из очень узких линий с полушириной около 0,002 нм.

Существует три типа атомизаторов:

– Пламенный способ. Пламенный атомизатор состоит из системы распыления с пневматическим приспособлением для получения аэрозоля, регулятора газа и горелки. Для получения температуры от 2000 К до 3000 К используют различные смеси горючего газа (пропан, водород и ацетилен) и окислителя (воздух и оксид азота). Конфигурацию горелки адаптируют под используемые газы, скорость подачи газа регулируется. Образцы распыляют, используя подкисленную воду как предпочтительный растворитель для приготовления испытуемых растворов и растворов сравнения. Могут быть использованы и органические растворители, если гарантировано, что они не влияют на стабильность пламени.

– Способ электротермической атомизации. Основными составляющими электротермического атомизатора являются графитовая трубчатая печь и источник электроэнергии. При использовании графитовой трубчатой печи происходит полная атомизация образца и атомный пар удерживается на пути излучения в течение длительного времени, что улучшает предел определения. Образцы (жидкости и твердые вещества) вводят непосредственно в графитовую трубчатую печь, которая нагревается постепенно по заданной программе, сначала высушивая образец, затем удаляя основные компоненты матрикса путем пиролиза, после чего атомизируя весь определяемый элемент. Очищают печь, нагревая ее до температуры более высокой, чем температура атомизации. Продувание графитовой печи инертным газом во время пиролиза приводит к более качественному процессу атомизации.

– Способ холодного пара и гидридный метод. Атомный пар может быть получен и вне спектрометра. Такой способ получения атомного пара используют в методе холодного пара при определении ртути или для определения таких элементов, образующих гидриды, как мышьяк, сурьма, висмут, селен и олово. В случае определения ртути, атомы генерируют химическим восстановлением с помощью хлорида олова или боргидрида

натрия, после чего атомный пар быстро переносят с помощью инертного газа в холодную кварцевую кювету, расположенную на пути излучения, испускаемого лампой. Гидриды, генерированные таким образом, переносятся с помощью инертного газа в горячую кювету, где они диссоциируют на атомы.

Рисунок 5.

1.3.4. Области применения абсорбционных спектрометров

Атомно-абсорбционные спектрофотометры применяются во многих отраслях:

- охрана окружающей среды,
- геология и минералогия,
- металлургия, нефтяная, химическая, пищевая промышленность,
- научные исследования,
- клинические анализы.

1.4. Фотоколориметр.

Фотоколориметр фотоэлектрический предназначен для выполнения химических и клинических анализов растворов.

Фотоколориметр обеспечивает:

- определение содержания веществ (напр. меди, железа, хлора, серебра) в различных растворах;
- определение содержания в крови и моче сахара, билирубина, глюкозы, холестерина, креатина;
- определение содержания в химических растворах мочевины, общего белка, щелочей, фосфатов.

Фотоколориметр выдает результаты измерения на цифровом табло в единицах коэффициентов пропускания t, оптической плотности D, концентрации C и позволяет выполнять кинетические измерения за 1, 2, 3, 4, 5 мин.

Рисунок 6.

1.4.1. Достоинства фотоколориметра

- широкий и непрерывный спектральный диапазон, который обеспечивается встроенным монохроматором на дифракционной решетке;
- набор кювет с различной длиной от 0,1 до 10 см и микрокюветой с объемом исследуемого раствора на 0,6 см^3;

- возможность выполнения микроанализа как в непрерывном потоке жидкости, так и с порциальным заполнением;
- обработка результатов и выдача их на табло с высокой точностью благодаря микропроцессорной системе.

Таблица 2. Технические характеристики.

коэффициент пропускания t , %	0-100
оптическая плотность D	2-0
концентрация С, единицы концентрации	0,001-9999
Спектральный диапазон работы, нм	315-990
Выделяемый спектральный интервал, нм, не более	7
Предел допускаемого значения основной абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания , %	0,5
Напряжение питания, В	220
Габаритные размеры, мм	500x330x165
Масса, кг, не более	15

2. ПЕРЕДАЧА ПРОБ НА АНАЛИЗЫ

В соответствии с Технической спецификацией на бывшей химической базе г. Атбасара было отобрано по три пробы с разных сторон каждой кучи и по две пробы на глубине 50 и 100-120 см возле каждой кучи. Всего 25 проб.

Поскольку фосфогипс в каждой кучи довольно однороден, было решено из трех проб фосфогипса из каждой кучи подготовить усредненную пробу для каждой кучи. Для чего все три пробы с каждой кучи были перемешаны и методом конверта отобрана одна усредненная проба каждой кучи, поделена на две части. В соответствии с Конкурсной документацией ТОО «КонструктивЭнергоСтрой» одна часть усредненных проб была отдана на анализ в лабораторию филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» Комитета контроля качества и безопасности товаров и услуг Министерства здравоохранения Республики Казахстан по городу Нур-Султан и вторая часть - лаборатории ТОО «ЭкоЛюкс Ас», г. Степногорск.

Таблица 3. Перечень отобранных проб на территории базы в Атбасаре.

Сынаманың тіркелу нөмірі Регистрационный номер	Алынған сынамалар тізімі (Перечень отобранных образцов)	Мөлшері, (грамм) Количество (грамм)	Алу тереңдігі (сантиметр) Глубина отбора (см	Орама түрі мен пломба нөмірі (Вид упаковки и номер печати(пломбы)
1 куча 1.1 проба	Усредненная проба с кучи №1	500	поверхность	1-1
1 куча 1.2 проба	куча №1	500	50 см	1-2
1 куча 1.3 проба	куча №1	500	100 см	1-3
2 куча 2.1 проба	Усредненная проба с кучи №2	500	поверхность	2-1
2 куча 2.2 проба	куча №2	500	50 см	2-2
2 куча 2.3 проба	куча №2	500	1 метр	2-3
3 куча 3.1 проба	Усредненная проба с кучи №3	500	поверхность	3-1
3 куча 3.2 проба	куча №3	500	50 см	3-2
3 куча 3.3 проба	куча №3	500	120 см	3-3

4 куча 4.1 проба	Усредненная проба с кучи №4	500	поверхность	4-1
4 куча 4.2 проба	куча №4	500	50 см	4-2
4 куча 4.3 проба	куча №4	500	120 см	4-3
5 куча 5.1 проба	Усредненная проба с кучи №5	500	поверхность	5-1
5 куча 5.2 проба	куча №5	500	150 см	5-2
6.0 проба	Рядом с территорией склада	500	поверхность	6-1

В лабораторию филиала РГП «Национальный центр экспертизы» были переданы 7 усредненных проб и проведены анализы на хлорсодержащие пестициды и на тяжелые металлы в соответствии с их областью аккредитации. Для проведения анализов были использованы следующие стандарты РК (прилагаются):

- МУ 1766-77 Методические указания по определению остаточных количеств хлорсодержащих пестицидов (гексахлорбензола, альфа и гамма-изомеров ГХЦГ, ДДЭ, ДДТ) в почве методом газо-жидкостной хроматографии
- СТ РК ИСО11047-2008 Тяжелые металлы
- СТ РК 2350-2013 Тяжелые металлы

Анализы проб на хлорорганические пестициды проводились на хромато-масс-спектрометре и показали следующие результаты.

Таблица 4. Результаты.

Определяемое вещество	Содержание в пробы фосфогипса и грунта, мг/кг						
	Куча 1	Куча 2	Куча 3	Куча 4	Куча 5	Глубина 30 см	Глубина 1 м
α-, β-, γ-ГХЦГ	0,0001	Не обн.	0,0001	0,0001	Не обн.	Не обн.	Не обн.
ДДТ и его метаболиты	Не обн.	0,0007	Не обн.	Не обн.	Не обн.	0,0003	Не обн.
Гептахлор	0,0002	Не обн.	Не обн.	Не обн.	Не обн.	Не обн.	Не обн.
Гексахлорбензол	Не обн.	Не обн.	Не обн.	Не обн.	Не обн.	Не обн.	Не обн.
Альдрин	0,0001	0,0001	Не обн.	Не обн.	Не обн.	0,0001	Не обн.
Кельтан	Не обн.	Не обн.	Не обн.	Не обн.	Не обн.	Не обн.	Не обн.

- не обн. – не обнаружен

Нормативные показатели МДУ мг/кг хлорорганических пестицидов соответствует следующим значениям:

α-, β-, γ-ГХЦГ	0,1
ДДТ и его метаболиты	0,1
Гептахлор	0,05
Гексахлорбензол	0,03
Альдрин	Не норм.
Кельтан	1,0

Таким образом, лабораторией Национального центра экспертизы были обнаружены следовые концентрации хлорорганических пестицидов, не превышающие значения МДУ.

Таблица 5. Картина по тяжелым металлам наблюдалась следующая.

Определяемое вещество	Содержание в пробы фосфогипса и грунта, мг/кг						
	Куча 1	Куча 2	Куча 3	Куча 4	Куча 5	Глубина 30 см	Глубина 1 м
Свинец	0,34	0,48	0,56	1,61	1,74	1,39	1,88
мышьяк	0,0006	0,0008	0,010	0,0014	0,0036	0,0006	0,0012
кадмий	1000	1208	290	1086	1374	1569	1769

Нормативные показатели МДУ мг/кг тяжелых металлов соответствует следующим значениям:

Свинец	32
мышьяк	0,0036
кадмий	Не норм.*

Как видно из таблицы, содержание свинца и мышьяка не превышают нормы, в то время как содержания кадмия очень высокое.

В лаборатории ТОО Эколюкс были переданы 16 проб, из них 5 усредненных проб по одной с каждой кучи, 10 проб по две пробы с глубины 50 см и 100-120см для каждой кучи

Анализы по каждой кучи (три пробы) представлены в таблицах 6-11.

Таблица 6. Химический состав отходов Куча 1:

Наименование компонента отходов	**Фактическая концентрация, мг/кг**			**НД на метод определения.**
	Проба 1.1	**Проба 1.2**	**Проба 1.3**	
Фосфаты	520,00	370,00	420,00	ГОСТ 26261-84
Кальций сульфат дигидрат (CaSO4* 2H2O)	4157,00	2013,00	2057,00	ГОСТ ISO 22036-2014
Кадмий	2,02	0,04	6,05	ГОСТ ISO 22036-2014
Глифосат	540,1	-	904,2	МУ №2434-81
ГХЦГ	57,08	-	70,46	СТ РК 2131-2011
2-4 Д эфир	-	-	Менее 0,01	СТ РК 2010-2010

Таблица 7. Химический состав отходов Куча 2:

Наименование компонента отходов	**Фактическая концентрация, мг/кг**			**НД на метод определения.**
	Проба 2.1	**Проба 2.2**	**Проба 2.3**	ГОСТ 26261-84
Фосфаты	450,00	570,00	550,00	ГОСТ ISO 22036-2014
Кальций сульфат дигидрат (CaSO4* 2H2O)	6614,00	3933,00	3616,00	ГОСТ ISO 22036-2014
Кадмий	1,37	8,68	1,33	МУ №2434-81
Глифосат	Менее 0,0025	-	Менее 0,0025	СТ РК 2131-2011
ГХЦГ	202,78	-	1530,67	СТ РК 2010-2010
2-4 Д эфир	-	-	Менее 0,01	ГОСТ 26261-84

Таблица 8. Химический состав отходов Куча 3:

Наименование компонента отходов	**Фактическая концентрация, мг/кг**			**НД на метод определения.**
	Проба 3.1	**Проба 3.2**	**Проба 3.3**	
1	2	3	4	5

Фосфаты	520,00	570,00	460,00	ГОСТ 26261-84
1	2	3	4	5
Кальций сульфат дигидрат (CaSO4* 2H2O)	-	3176,00	-	ГОСТ ISO 22036-2014
Кадмий	10,76	2,17	5,10	ГОСТ ISO 22036-2014
Глифосат	-	-	Менее 0,0025	МУ №2434-81
ГХЦГ	-	-	246,95	СТ РК 2131-2011
2-4 Д эфир	-	-	Менее 0,01	СТ РК 2010-2010

Таблица 9. Химический состав отходов Куча 4:

Наименование компонента отходов	**Фактическая концентрация, мг/кг**			**НД на метод определения.**
	Проба4.1	**Проба 4.2**	**Проба 4.3**	
Фосфаты	430,00	280,00	350,00	ГОСТ 26261-84
Кальций сульфат дигидрат (CaSO4* 2H2O)	2001,00	2017,00	-	ГОСТ ISO 22036-2014
Кадмий	6,40	5,31	-	ГОСТ ISO 22036-2014
Глифосат	-	-	-	МУ №2434-81
ГХЦГ	-	-	695,05	СТ РК 2131-2011
2-4 Д эфир	-	-	2,54	СТ РК 2010-2010

Таблица 10. Химический состав отходов Куча 5:

Наименование компонента отходов	**Фактическая концентрация, мг/кг**		**НД на метод определения.**
	Проба 5.1	**Проба 5.2**	
1	2	3	6
Фосфаты	410,00	-	ГОСТ 26261-84
Кальций сульфат дигидрат (CaSO4*	1556,00	-	ГОСТ ISO 22036-2014

2H2O)			
Кадмий	4,43	-	ГОСТ ISO 22036-2014
1	2	3	6
Глифосат	-	Менее 0,0025	МУ №2434-81
ГХЦГ	-	239,70	СТ РК 2131-2011
2-4 Д эфир	-	-	СТ РК 2010-2010

Как видно из приведенных результатов, концентрация кальция в пробах колеблется от 1550 мг/кг в пятой куче до 6614 мг/кг во второй куче.

При пересчете с концентрации кальция на гипс $CaSO_4x2H_2O$ (молекулярный вес 172) получаем следующее процентное содержание фосфогипса в кучах, Таблица 11.

Таблица 11. Процентное содержание фосфогипса.

Кучи	Концентрация кальция, мг/кг	Содержание гипса, мг/кг	Гипс + фосфат	% содержание фосфогипса
Куча 1	1457	6265,1	6785,1	0,67%
Куча 2	6614	28440,2	28890,2	2,9%
Куча 3	-	-		
Куча 4	2001	8604,3	9034,3	0,9%
Куча 5	1556	6690,8	7100,8	0,7%

Как видно из таблиц, концентрация кадмия колеблется от 1,37мг/кг во второй куче до 10,76 мг/кг в третьей куче.

Что касается пестицидов, то глифосат в значительном количестве (540 мг/кг в куче и 904 мг/кг на глубине 1 м при норме 0,1мг/кг) был обнаружен только в куче № 1. В остальных кучах ни на поверхности , ни на глубине глифосата нет.

ГХЦГ присутствует практически во всех пробах от 57 мг/кг в первой куче до 695 мг/кг на глубине 1 метр в третьей куче.

2,4 Д эфир присутствует в незначительной концентрации 2,54 мг/кг только в четвертой куче на глубине 1 м. Видимо, это связано с проливом пестицида здесь до появления в этом месте фосфогипса.

109

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА СССР
ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ
БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРО-КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Справочное
издание

Под редакцией
доктора биологических наук М. А. КЛИСЕНКО

МОСКВА «КОЛОС» 1983

20

А. П. Мартынова, Г. К. Марина, Ю. Ф. Маркаля, В. И. Михалов, В. И. Мурой, А. А. Неприменко, И. П. Нестерова, К. Ф. Новикова, Л. В. Новикова, Н. И. Пальмин, Ф. И. Патрикеу, К. И. Пашкевич, С. Д. Павлов, Т. М. Петрова, Н. В. Перегудова, Р. Д. Петухов, М. С. Петросян, А. Л. Перцовский, И. Н. Пономарева, М. В. Письменная, Т. В. Пластинина, Л. Р. Полищук, В. Н. Полякова, Н. Г. Попова, Н. Я. Постовский, Л. С. Прянуткин, Ю. А. Просмотров, Н. В. Пушкина, У. Ф. Пулатов, Г. П. Пушкина, Б. А. Рехтер, Л. Д. Руванкова, Н. И. Ржесько, П. А. Самсон, Э. О. Саакиан, В. А. Сидоров, М. А. Стемковская, Л. С. Симонат, Л. А. Смирнова, А. А. Сотерина, Л. К. Фирсова, Ж. С. Степанов, Н. Г. Степанченко, В. В. Стенкин, Г. А. Тавров, С. М. Тихомиров, Г. А. Трифонов, Г. П. Угрюмова, А. Д. Фатьянова, В. Ф. Филимонов, М. М. Фаттахова, Л. А. Хилик, Л. И. Хлопова, В. Д. Чмиль, Д. И. Чашников, Л. Д. Чуванова, Э. П. Чурина, Н. И. Шадрин, А. М. Шмигавка, А. И. Шумейко, З. Ф. Юрьева.

Методические указания разработаны группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками Министерства сельского хозяйства СССР, одобрены лабораторным советом при Министерстве здравоохранения СССР и утверждены заместителем Главного государственного санитарного врача СССР в качестве официальных.

Методические указания предназначены для контроля за содержанием остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктах, кормах, объектах окружающей среды агрохимическими, ветеринарными, контрольно-токсикологическими лабораториями Министерства сельского хозяйства СССР, санитарно-эпидемиологическими станциями и научно-исследовательскими институтами Министерства здравоохранения СССР, лабораториями Госкомгидромета СССР, а также лабораториями научно-исследовательских институтов других министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Утверждаю
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
А. Н. Заиченко
12.10.77 № 1766—77

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ХЛОРСОДЕРЖАЩИХ ПЕСТИЦИДОВ (ГЕКСАХЛОРБЕНЗОЛА, α- И γ-ИЗОМЕРОВ ГХЦГ, ДДЭ, ДДТ) В ПОЧВЕ МЕТОДОМ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ*

Краткая характеристика препаратов дана в таблице 1.

1. Физико-химические свойства пестицидов

Препарат	Эмпирическая формула	Молекулярная масса	Т. пл., °С	Растворимость: в воде, мг/л (20°С)	Растворимость: органических растворителях	ПДК в почве, мг/кг	LD_{50} для крыс, мг/кг
1,4'-дихлорфенилтрихлорметилметан-4,4'-ДДТ (п, п'-ДДТ)	$C_{14}H_9Cl_5$	354,5	108—109	0,005	Ацетон, гексан, бензол, ксилол, толуол, спирт, хлороформ	1,0	250—400
2,4'-дихлорфенилтрихлорметилметан 2,4-ДДТ (о, п'-ДДТ)	$C_{14}H_9Cl_5$	354,5		0,025	То же		
4,4'-дихлорбензгидилхлорметилметан-4,4'-ДДД (п, п'-ДДД)—метаболит ДДТ	$C_{14}H_{10}Cl_4$	320,0	112,0	0,020	Ацетон, бензол, гексан, метанол		3400
1,2,3,4,5,6-гексахлорциклогексан, α-ГХЦГ	$C_6H_6Cl_6$	290,6	157—158	2,00	Бензол, гексан, эфир, четыреххлористый углерод, ацетон, хлороформ, ксилол, пиридин, эфир, метанол, циклогексан		

* Методические указания разработаны З. И. Бабкиной, Н. Н. Гробовниковой, Г. Ж. Мироновой, В. В. Бочаровым (Институт экспериментальной метеорологии).

Продолжение

Пестицид	Эмпирическая формула	Молекулярная масса	$T_{кип}$, °C	Растворимость: вода, мг/л (20°C)	Растворимость: органические растворители	$K_{ст}$, мг/м³	$ЛД_{50}$, для крыс, мг/кг
1,2,3,4,5,6-гексахлорциклогексан γ-ГХЦГ	$C_6H_6Cl_6$	290,86	112,8	7,80	То же	1,0	125
1,2,3,4,5,6-гексахлорбензол—гексахлорбензол	C_6Cl_6	284,8	226—231	0,005	Бензол, спирт, хлороформ, гексан		3500
4,4'-дихлордифенилдихлорэтилен-4,4'-ДДЭ (п,п'-ДДЭ) — метаболит ДДТ	$C_{14}H_8Cl_4$	319,0		0,014	Ацетон, гексан, бензол		

Методика определения хлорорганических пестицидов в почве газо-жидкостной хроматографией. Основные положения. Принцип метода. Метод основан на извлечении хлорорганических пестицидов из исследуемой пробы почвы, предварительно увлажненной, экстракции пестицидов органическими растворителями — смесью гексана и ацетона (1:1), перераспределении пестицидов из водно-ацетонового раствора в гексан с последующей сернокислотной очисткой и количественном определении методом газо-жидкостной хроматографии с детектором по захвату электронов. Нижний предел определения 0,005—0,07 мг/кг. Минимально детектируемые количества гексахлорбензола и γ-ГХЦГ в хроматографируемом объеме (4 мкл) — 0,003 нг, γ-ГХЦГ — 0,004 нг, п,п'-ДДЭ — 0,012 нг, п,п'-ДДД — 0,02 нг, п,п'-ДДТ — 0,05 нг, п,п'-ДДТ — 0,05 нг. Схемы определения пестицидов в пробах почв разного типа показаны в таблице 2.

2. Значения К (степень определения) хлорорганических пестицидов в почвах разного типа при экстракции различными органическими растворителями, %

Тип почвы	Экстрагент	п,п'-ДДТ	п,п'-ДДТ	п,п'-ДДД	п,п'-ДДЭ	γ-ГХЦГ	α-ГХЦГ	ГХБ
Дерново-подзолистая	Ацетон	90,0	90,0	90,0	90,0	65,0	65,0	65,0
	Гексан-ацетон*	80,0	95,0	80,0	80,0	65,0	65,0	60,0
Пойменная	Ацетон	70,0	90,0	80,0	80,0	70,0	70,0	70,0
	Гексан-ацетон	45,0	70,0	50,0	50,0	45,0	65,0	35,0
Каштановая	Ацетон	70,0	70,0	70,0	70,0	60,0	60,0	60,0
	Гексан-ацетон	80,0	80,0	80,0	80,0	70,0	65,0	55,0
Чернозем	Ацетон	65,0	65,0	65,0	65,0	55,0	55,0	50,0
	Гексан-ацетон	75,0	75,0	70,0	80,0	65,0	65,0	40,0
Сероземы	Ацетон	90,0	95,0	90,0	90,0	60,0	55,0	60,0
	Гексан-ацетон	70,0	80,0	65,0	70,0	50,0	55,0	40,0

*Экстракт — ацетон-гексан (1:1).

Метрологические характеристики метода приведены в таблице 3. Определению хлорорганических пестицидов мешают полихлорбифенилы,

3. Метрологическая характеристика метода определения хлорорганическим пестицидам с помощью газо-жидкостной хроматографии. Анализируемая проба — почва, $n = 4$, доверительная вероятность $\alpha = 0,95$

Препарат	Предел обнаружения, мг	Среднее истинное значение определяемой, %	Среднее квадратическое отклонение единичного измерения S_0	Среднее квадратическое отклонение среднего арифметического $S_{\bar{x}}$	Коэффициент вариации единичного измерения S', %	Доверительный $\bar{\Delta}$ интервал, %	Относительная погрешность δ_x измерения, %
ГХБ	0,003	63,1	9,62	4,80	15,20	11,00	18,25
α-ГХЦГ	0,003	72,5	3,44	1,72	4,74	4,12	5,68
γ-ГХЦГ	0,004	79,1	4,03	2,12	6,07	5,06	7,35
п,п'-ДДЭ	0,012	78,9	6,45	3,23	8,25	7,72	9,80
п,п'-ДДД	0,020	90,0	4,71	2,36	5,23	5,66	6,28
о,п'-ДДТ	0,050	84,5	5,40	2,70	6,39	6,43	7,76
п,п'-ДДТ	0,060	76,5	6,92	4,96	11,60	7,93	10,44

Реактивы и растворы. Гексан х. ч. Петролейный эфир (40—70°С) ч., перегнанный (используется только фракция 38—50°С). Ацетон х. ч. Кислота серная х. ч., удельный вес 1,84. Натрия бикарбонат х. ч. Натрий сернокислый безводный х. ч. Вата обезжиренная (ату несколько раз промывают диэтиловым эфиром, высушивают и хранят в стеклянной посуде). Стандартные растворы х. ч. препаратов, гексахлорбензола (ГХБ), α- и γ-ГХЦГ в гексане, массой 0,020, п, п'-ДДД и п, п'-ДДЭ — 0,100; о, п'- и п, п'-ДДТ — 0,200, приготовленные из стандартных растворов в гексане, емкостью 100 мл/мл пестицида. Носитель — хроматон-N-AW DMCS (0,16—0,20 мм). Неподвижная фаза — метилсиликон SE-30 (5%); метилфенилсиликон, XE-60 (5%). Индикаторная бумага универсальная.

Приборы и посуда. Газовый хроматограф «Газохром 1109-3», «Газохром 1109-3Т», «Цвет-106», «Цвет-5» с детектором по захвату электронов. Колонки стеклянные: длина 1,0—1,5 м, диаметр 3 мм. Микрошпатель на 10 мм. Фарфоровая ступка с пестиком. Сито с диаметром отверстий 0,5 мм. Колбы конические на 250, 500 мл с притертыми пробками. Мерные цилиндры на 100 мл. Колбочка с Г-образным отводом для отгонки гексана (см. рис. 1). Круглодонные колбочки на 50 мл с притертыми пробками для сбора растворов (рис. 1, А). Пипетки на 2, 5 и 10 мл. Воронки химические диаметром 4—6 см. Баня водяная. Аппарат для встряхивания (АВУ-1, АВУ-2) или аналогичный. Центрифуга ЦЛС-3.

Подготовка к определению. Отбор проб. Из воздушно-сухой почвенного образца методом квартования берут среднюю пробу. Для этого весь образец высыпают ровным слоем на лист бумаги, делят на четыре равные части по диагонали, две из них отбрасывают в коробку, оставшиеся перемешивают и вновь квартуют. Оставшуюся пробу делят на квадратики и из каждого квадратика берут пропорциональные количества пробы для навесок (около 200 г). Отобранную среднюю пробу растирают в ступке, просеивают через сито 0,5 мм и помещают в картонную коробку. Из просеянной пробы берут для анализа 10—50 г.

Ход анализа. Экстракция смесью гексана и ацетона (1:1). Воздушно-сухую почву (10 г), отобранную методом квартования, помещают в коническую колбу на 250 мл, добавляют 20 мл дистиллированной воды и оставляют закрытой на сутки. Затем в увлажненной почве приливают 50 мл смеси гексана (или петролейного эфира, т. кип. 38—55°С) и ацетона (40 мл гексана и 10 мл ацетона). Смесь в колбе энергично перемешивают в течение часа на аппарате для встряхивания или вручную, после чего ее из колбы переносят в центрифужные пробирки, центрифугируют 15 мин и декантируют жидкую часть в делительную воронку на 500 мл.

К оставшейся почве приливают 10 мл дистиллированной воды и 10 мл ацетона и все переносят в первую колбу для встряхивания. Затем приливают 40 мл гексана (или петролейного эфира) и образец встряхивают 30 мин. Снова

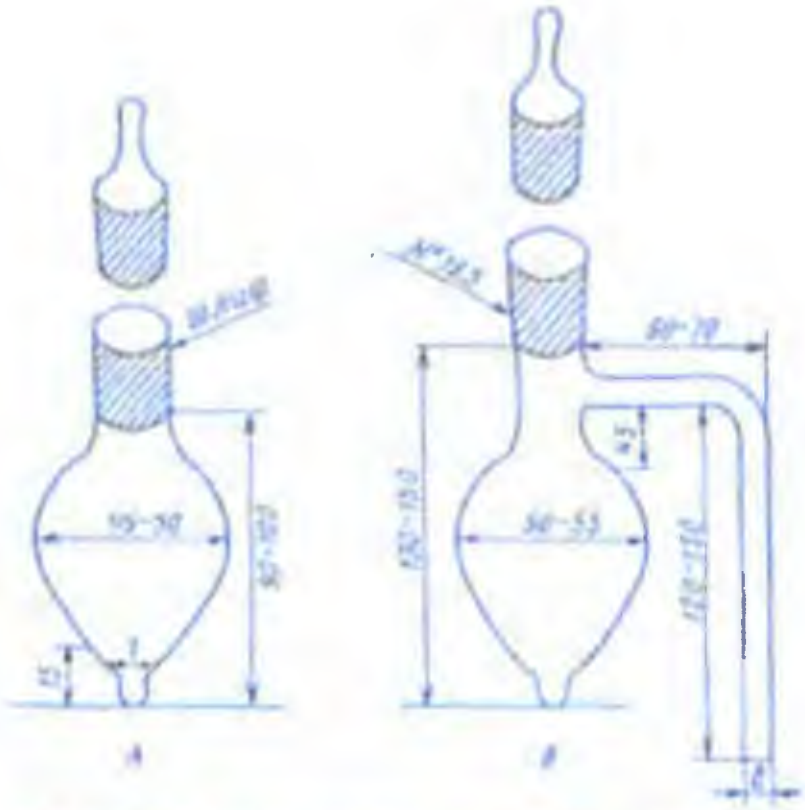


Рис. 1. Колба для испарения гексана (*А*) до конечного объема (1—5 мл) или досуха после очистки экстракта; колба для отгонки гексана (*Б*). Размеры указаны в миллиметрах.

центрифугируют, жидкую часть декантируют в делительную воронку в первой партии экстракта, а оставшуюся в центрифужной пробирке почву обмывают 10 мл гексана (или петролейного эфира) и сливают в воронку. К содержимому в делительной воронке добавляют 80 мл воды, встряхивают и водно-ацетоновый слой сливают в стакан, гексановый — в колбу для сбора экстракта, фильтруя его через безводный сульфат натрия, предварительно смоченный гексаном (20—30 г сульфата натрия помещают в гексановую воронку с подложкой из обезжиренной ваты), сульфат натрия промывают 5—7 мл гексана и отжимают стеклянной пробкой.

Водно-ацетоновый слой экстрагируют еще 10 и 5 мл гексана по 2 мин. Объединенные гексановые экстракты концентрируют, испаряя гексан из колбочек с Г-образным отводом на водяной бане при температуре 72—75°С (60—65°С для петролейного эфира) (см. рис. 1, *Б*). При повышении температуры бани выше 78°С происходит заметное улетучивание ГХЦГ.

Конечный объем концентрированного экстракта 3—5 мл переносят в делительную воронку на 50 мл, прибавляют 3—5 мл концентрированной серной кислоты и смесь осторожно перемешивают движением вверх — вниз, оставляют для разделения слоев и нижний слой отработанной серной кислоты сливают. Очистку повторяют до получения бесцветного слоя серной кислоты. К гексановому экстракту в делительной воронке добавляют 2—4 мл 2%-ного раствора $NaHCO_3$, осторожно перемешивают, нижний слой сливают, а гексановый экстракт промывают дистиллированной водой до нейтральных промывных вод.

Экстракт сушат путем фильтрования через воронку с безводным сульфатом натрия (сульфат предварительно смачивают гексаном), после фильтрования слой осушителя промывают 2—3 мл гексана и отжимают стеклянной пробкой. Затем экстракт упаривают на водяной бане при температуре 40—50°С до 3—5 мл и (или) до 1 мл при комнатной температуре, перед хроматографированием

измеряют объем. Аликвотную (гексановую) часть этого экстракта вводят в хроматограф.

Экстракция ацетоном. 10 г воздушно-сухой почвы помещают в коническую колбу на 250 мл, добавляют 20 мл дистиллированной воды и оставляют на сутки колбу закрытой. Через сутки к увлажненной почве прибавляют 40 мл ацетона и колбу встряхивают в течение часа на устройстве для встряхивания или вручную. После этого экстракт изделяют от почвы центрифугированием или фильтрованием смеси через складчатый фильтр из фильтровальной бумаги (предварительно промытый гексаном), помещенный в химическую воронку диаметром 7—8 см.

После фильтрования почву на фильтре промывают 10 мл ацетона (с ту же делительную воронку на 500 мл, в которую фильтровали раньше), затем почву с фильтра переносят в плоскую коническую колбу, добавляют 10 мл дистиллированной воды и 30 мл ацетона и встряхивают колбу со смесью 30 мин на аппарате или вручную. Фильтрование производят в делительную воронку с первоначальным фильтром. После фильтрования колбу, в которой проводили встряхивание образца почвы, промывают 10 мл ацетона, с этим же ацетоном промывают воронку со фильтром.

К объединенным фильтратам в делительной воронке на 500 мл добавляют 450 мл дистиллированной воды и 40 мл гексана (или петролейного эфира, т. кип. 38—55°С) и экстрагируют водно-ацетоновую смесь этим гексаном 5—10 мин встряхиванием вверх — вниз. После экстракции водно-ацетоновую смесь сливают в химический стакан, а гексановый экстракт — в коническую колбу. Затем водно-ацетоновый слой возвращают в делительную воронку, добавляют 30 мл гексана (или петролейного эфира) и экстрагируют таким же образом 5 мин.

Каждый раз при сливании гексанового экстракта в коническую колбу его пропускают через безводный сульфат натрия, предварительно промытый гексаном (для двух экстрактов одного и того же образца 20—30 г сульфата натрия, помещенного в химическую воронку с подложкой из обезжиренной ваты), промывая его затем 5—7 мл гексана и отжимая стеклянной пробкой. Объединенные гексановые экстракты далее концентрируют так, как описано выше.

Условия хроматографирования на хроматографе «Цвет-106». Скорость протяжки ленты 10 см/мин. Рабочая шкала электрометра $2 \cdot 10^{-11}$ А. Колонка стеклянная, 1 м×3 мм. Температурные режимы испарителя 220°С, колонки 200°С, детектора 230°С. Скорость газа-носителя азота 30 см/мин.

Относительное время удерживания гексахлана ($t_{отн}$)

Показатель	Фаза ПС-200		Фаза ПС-100	
	гексахлорбензол	гексахлорбензол, п,п'-ДДЭ	гексахлорбензол	гексахлорбензол, п,п'-ДДЭ
Гексахлорбензол	0,53	0,26	0,45	0,11
α-ГХЦГ	0,43	0,21	1,00	0,35
γ-ГХЦГ	0,53	0,26	1,45	0,51
Алдрин	1,00	0,50	1,00	0,35
п, п'-ДДЭ	2,02	1,00	2,83	1,00
о, п'-ДДТ	2,61	1,30	3,74	1,32
п, п'-ДДД	2,67	1,33	7,00	2,48
п, п'-ДДТ	3,22	1,60	6,40	2,26

Линейность детектирования наблюдается в пределах от 0,01 до 0,30 нг для алдрина, α- и γ-изомеров ГХЦГ и от 0,10 до 3,00 нг для ДДТ и его метаболитов.

Обработка результатов анализа. Количественное определение проводят методом сравнения со стандартом по высоте пиков, расчет содержания пестицидов (X, мг/кг) ведут по формуле:

$$X = \frac{AH_2V_2 100}{H_1V_1PK},$$

где A — количество препарата (пестицида) в стандартном растворе, введенном в хроматограф, мг; H_1 — высота пика стандартного раствора пестицида, введенного в хроматограф, мм; H_2 — высота пика пестицида на хроматограмме экстракта, мм; V_1 — объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл; V_2 — общий объем экстракта после упаривания или разведения, мл; P — навеска анализируемой пробы почвы, кг; K — процент определения каждого пестицида в данном типе почвы (см. табл. 2), обусловленный как удерживающей способностью почвы, так и потерями при отгонке гексана из Г-образных колбочек. При отгонке на ротационном испарителе (ИР-1) K увеличивается для ДДТ и его метаболитов на 5—8%, для ГХЦГ и ГХБ на 10—15%.

117

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СУ, ТОПЫРАҚ, МАЛ АЗЫҒЫ, ӨСІМДІК ЖӘНЕ МАЛДАН АЛЫНАТЫН ТАМАҚ ӨНІМДЕРІ

Хроматографиялық әдістермен 2,4-Д (2,4-дихлорфеноксисірке қышқылы) анықтау

ВОДА, ПОЧВА, ФУРАЖ, ПРОДУКТЫ ПИТАНИЯ РАСТИТЕЛЬНОГО И ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Определение 2,4-Д (2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты) хроматографическими методами

ҚР СТ 2010-2010

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

28

118

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СУ, ТОПЫРАҚ, МАЛ АЗЫҒЫ, ӨСІМДІК ЖӘНЕ МАЛДАН АЛЫНАТЫН ТАМАҚ ӨНІМДЕРІ

Хроматографиялық әдістермен 2,4-Д (2,4-дихлорфеноксисірке қышқылы) анықтау

ҚР СТ 2010-2010

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

29

Алғысөз

1 Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны және Экологиялық қауіпсіздік саласындағы стандарттау жөніндегі № 71 «Қоршаған орта объектілері. Өнеркәсіптік қалдықтар» ТК **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2010 жылғы 8 қарашадағы № 500-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандартта «Техникалық реттеу туралы» Қазақстан Республикасының 2004 жылғы 9 қарашадағы № 603-II Заңының ережелері жүзеге асырылды

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2014 жыл
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау бойынша нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгерістер мәтіні – ай сайынғы «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады. Осы стандартты қайта қараған немесе ауыстырған (жойған) жағдайда, тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланатын болады

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

Мазмұны

1 Қолданылу саласы	1
2 Нормативтік сілтемелер	1
3 Әдістің мәні	2
4 Әдістің метрологиялық сипаттамасы	2
5 Өлшеуді орындауға қойылатын талаптар	3
6 Сынамаларды іріктеу	4
7 Аппаратура, материалдар мен реактивтер	4
8 Газ сұйықтықты хроматография әдісімен сынақ өткізу	5
9 Жұқа кабатты хроматография әдісімен сынақ өткізу	11
10 Судағы 2,4-Д анықтау бойынша фазалық-айналатын жоғары тиімділіктегі сұйықтықты хроматографиямен сынақ өткізу	12
11 Өлшеулер дәлдігін бақылау	14
12 Сынақ хаттамасын рәсімдеу	14

ҚР СТ 2010-2010

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СУ, ТОПЫРАҚ, МАЛ АЗЫҒЫ, ӨСІМДІК ЖӘНЕ МАЛДАН АЛЫНАТЫН ТАМАҚ ӨНІМДЕРІ

Хроматографиялық әдістермен 2,4-Д 2,4-дихлорфеноксисірке қышқылы) анықтау

Енгізілген күні 2012-01-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт газсұйықтықты, жұқа қабатты, фазалық-айналатын жоғары тиімділікті сұйықтықты хроматографиямен 2,4-дихлорфеноксисірке қышқылын (2,4-Д-амин тұзы) анықтау әдісін белгілейді.

Осы стандарт су, топырақ, мал азығы, өсімдік және жануарлардан алынатын тамақ өнімдеріне таралады.

Бақыланатын көрсеткішке қойылатын техникалық талаптар «Жем және жем қоспаларының қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламентінде, «Тұрғын халыққа арналған ауыз су қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламентінде, «Ет және ет өнімдерінің қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламентінде, «Сүт және сүт өнімдерінің қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» техникалық регламентінде, «Тамақ өнімдеріне қойылатын санитарлық-эпидемиологиялық талаптар» техникалық регламентінде белгіленген.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтемелік нормативтік құжаттарды қолдану қажет:

Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2009 жылғы 16 қаңтардағы № 14 қаулысымен бекітілген «Өрт қауіпсіздігіне қойылатын жалпы талаптар» атты техникалық регламент.

Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2009 жылғы 16 қаңтардағы № 16 қаулысымен бекітілген «Объектілерді қорғауға арналған техниканың өрт қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» атты техникалық регламент.

Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2008 жылғы 18 наурыздағы № 263 қаулысымен бекітілген «Жем және жем қоспаларының қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» атты техникалық регламент.

Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2008 жылғы 13 мамырдағы № 456 қаулысымен бекітілген Тұрғын халыққа арналған ауыз су қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» атты техникалық регламент.

ҚР СТ ИСО /ХЭК 17025-2007 Сынақ және калибрлеу зертханаларының біліктілігіне қойылатын жалпы талаптар.

ГОСТ 12.1.019-79 ЕҚСЖ. Электр қауіпсіздігі. Жалпы талаптар және қорғау түрлерінің номенклатурасы.

ГОСТ 1770-74 Зертханалық өлшейтін шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, сынауықтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 2156-76 Қос қышқылды натрий. Техникалық шарттар.

Ресми басылым

ГОСТ 2603-79 Реактивтер. Ацетон. Техникалық шарттар.

ГОСТ 3118-77 Реактивтер. Тұз қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 3760-79.Реактивтер. Сулы аммиак. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4166-76 Реактивтер. Күкірт қышқылды натрий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4201-79 Реактивтер. Көмір қышқылды натрий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4233-77 Реактивтер. Хлорлы натрий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 6709-72 Тазартылған су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 6995-77 Реактивтер. Метанол-у. Техникалық шарттар.

ГОСТ 9293-74 Газ тәрізді және сұйық азот. Техникалық шарттар.

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Техникалық шарттар.

ГОСТ 20292-74 Зертханалық өлшейтін шыны аспаптар. Өлшектер, тамшуырлар. Техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ 25336-82 Зертханалық шыны ыдыс және жабдық. Типтері, негізгі өлшемдері мен параметрлері.

ГОСТ 25706-83 Ұлғайтқыш шынылар. Типтері, негізгі параметрлері. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және дәлме-дәлдігі). Негізгі ережелер мен анықтамалар.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Өлшеу әдістері мен нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы және дәлме-дәлдігі). Стандарттық өлшеу әдісінің қайталанғыштығы мен өндірімділігін анықтаудың негізгі әдісі.

«Тамақ өніміне қойылатын санитарлық-эпидемиологиялық талаптар», ҚР ДСМ 06.08.10ж. № 611 бұйрығы.

Ескертпе Осы стандартты пайдаланған кезде сілтемелік стандарттар мен жіктеуіштерді жыл сайын шығарылатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар сілтемесі» ақпараттық сілтемесін ағымдағы жылғы жай-күйі бойынша және ағымдағы жылы жарияланған ай сайын шығарылатын тиісті ақпараттық сілтемелер бойынша тексерген дұрыс. Егер сілтемелік құжат ауыстырылған (өзгертілген) болса, онда осы стандартты пайдаланғанда ауыстырылған (өзгертілген) құжатты басшылыққа алу қажет. Егер сілтемелік құжат ауыстырылмай жойылса, оған сілтеме берілетін ереже осы сілтемеге қатыссыз бөлімде қолданылады.

3 Әдістің мәні

3.1 Жұқа қабатты хроматография әдісі

Әдіс жұқа қабатты хроматография әдісімен қышқыл түріндегі немесе газсұйықтықты хроматография арқылы 2,4-Д метил эфирі түрінде кезекті анықтаумен органикалық еріткішпен ыдыратылған сынаманың 2,4-Д шайғындауға негізделген. Ұсынылатын әдіс арқылы бос түріндегі сияқты, эндогенді өсімдік заттары болатын конъюгат түріндегі күйінде де байланысатын талданатын сынамада болатын 2,4-Д анықтауға болады. 2,4-Д сандық анықтау ыдырауды жүргізер алдында сынамаға қосылатын ішкі стандарт әдісімен жүргізіледі. Ішкі стандарт ретінде 2,4,5-трихлорфеноксисірке қышқылы (2,4,5-Т) пайдаланылады.

3.2 Фазалық-айналатын жоғары тиімділікті сұйықтықты хроматография әдісі.

Әдіс фазалық-айналатын ЖТСХ арқылы сынамадағы 2,4-Д коюлануына және препаратты кезекті анықтауға негізделген.

4 Әдістің метрологиялық сипаттамасы

4.1 Газсұйықтықты хроматография әдісі

Газсұйықтықты хроматографияны анықтаудың төменгі әдісі: суда 0,002 мг/дм^3, топырақта 0,01 мг/кг, шөпте 0,02 мг/кг, пішенде 0,1 мг/кг, астықта 0,02 мг/кг, сүтте 0,04

мг/кг, сары майда 0,1 мг/кг, етте (сиыр еті) 0,08 мг/кг құрайды.

4.2 Жұқа қабатты хроматография әдісі

Жұқа қабатты хроматография әдісімен анықтаудың төменгі шегі құрайды: 2,4-Д түрінде - суда 0,04 мг/дм^3, сүтте 0,4 мг/дм^3, топырақта 0,2 мг/кг, шөпте 0,06 мг/кг, пішенде 0,4 мг/кг, астықта 0,3 мг/кг, сары майда 0,8 мг/кг, етте (сиыр еті) 0,6 мг/кг; метил эфирі түрінде 2,4-Д - суда 0,01 мг/дм^3, сүтте 0,1 мг/дм^3, топырақта 0,05 мг/кг, шөпте 0,08 мг/кг, пішенде 0,1 мг/кг, астықта 0,08 мг/кг, сары майда 0,2 мг/кг, етте (сиыр еті) 0,15 мг/кг. Жұқа қабатты хроматография әдісімен анықтау дәрежесі: суда 90%-дан бастап 95%-ға дейін, топырақта 70%-дан бастап 80%-ға дейін, шөпте 60%, пішенде 60%, сүтте 80%, сары майда 70%, етте 75%, астықта 60% құрайды.

2 нг тұрақты қайта топтастыру жылдамдығының детекторы арқылы 2,4-Д метил эфирінің минималды детекторланатын саны желілік динамикалық детекторлау ауқымы 70 нг кем емес. Жұқа қабатты хроматограммалардағы 2,4-Д минималды ашылатын саны 1 мкг.

4.3 Фазалық-айналатын жоғары тиімділікті сұйықтықты хроматография әдісі

Фазалық-айналатын жоғары тиімділікті сұйықтықты хроматогрфия әдісімен судағы 2,4-Д анықтаудың орташа мәні - 90%, стандарттық ауытқуы - 8,06%, салыстырмалы стандарттық ауытқуы - 3,61%, сенімділік аралығы ± 2,95%, тазартылмаған және тазартылған сынамадағы байқау шегі 0,7 мг/дм бастап 0,002 мг/дм^3 дейін.

Әдіс коршаған ортаның ғаламдық ластандырғыштарына қатысуымен таңдалған - туынды циклопарафиндер (у-ГХЦГ және оның өлшемдері), дифенилметан қатарының қосылыстары (ДДТ және оның туындылары), сондай-ақ галакон, глифосат және астық дақылдарында қолданылатын басқа да гербицидтер.

5 Өлшеуді орындауға қойылатын талаптар

5.1 Жұмыстарды қауіпсіз жүргізу шарттары

5.1.1 Талдауларды іс тәжірибе жүзінде орындауға зертханада жұмыс істеген кезде қауіпсіздік техникасы бойынша нұсқамадан өтілген (нұсқама журналында белгіленіп) және осы стандартпен таныстырылған мамандар жіберіледі.

5.1.2 Электрлік қондырғылармен жұмыс істеген кездегі электр қауіпсіздігі ГОСТ 12.1.019 бойынша.

5.1.3 Зертхана үй-жайы «Өрт қауіпсіздігіне қойылатын жалпы талаптар» атты техникалық регламент бойынша өрт қауіпсіздігі талаптарына сәйкес болуға және объектілерді қорғауға арналған техниканың өрт қауіпсіздігіне қойылатын талаптар» атты техникалық регламентке сәйкес өрт сөндіру құралдары болуға тиіс.

5.2 Мамандар біліктілігіне қойылатын талаптар

Өлшеулерді зертханалық жұмыстар техникасын игерген және пайдаланылатын жабдықты пайдалану жөніндегі нұсқаулықты зерделеген маман өткізе алады.

5.3 Өлшеуді орындау шарттары:

- коршаған ауа температурасы (20 ± 10)°С;
- атмосфералық қысым (84 - 106,7) кПа;
- салыстырмалы ылғалдылық (65 ± 15)%.

5.4 Органикалық еріткіштер, уытты заттар, қоюландырылған қышқылдармен жұмыс кезінде қауіпсіздік ережелерін сақтау қажет.

6 Сынамаларды іріктеу

Сынамаларды іріктеу және оларды талдауға дайындау – нақты өнімге арналған нормативтік құжаттамаға сәйкес.

7 Аппаратура, материалдар мен реактивтер

7.1 Аппаратура және материалдар

- электрондарды ұстайтын детектормен (ЭҰД) немесе тұрақты қайта топтастыру жылдамдығының детекторымен (ТҚД) жабдықталған газды хроматограф;
- «Милихром» типті шағын баганды сұйықтықты хроматограф;
- 190 нм бастап 600 нм дейін толқындарды жұтатын ұзындық ауқымындағы сигналды тіркеуді қамтамасыз ететін спектрфотометрлік детектор;
- барынша үлкен шекте рұқсат етілетін абсолютті қателігі ± 0,001 г арнайы дәлдік класының аналитикалық таразылары ГОСТ 24104 бойынша;
- барынша үлкен шекте рұқсат етілетін абсолютті қателігі ± 0,01 г жоғары дәлдік класының зертханалық таразылары ГОСТ 24104 бойынша;
- біртектендіргіш (тіндерді майдалағыш);
- хроматографиялық УФС-254 сәуле түсіргіш немесе сынапты-кварцтық шам ПРК-4;
- ротациялық буландырғыш қолданыстағы нормативтік құжаттама бойынша;
- сіңіргіш құйылған стандарттық металл шағын баған (50 мм х 2 мм);
- «Силасорб С», 5 мкм, «Силуфол», «Chemapol» (ЧССР), «Сорбфил», «Армсорб»;
- су моншасы;
- 0°С бастап 105^{0}С дейінгі электр түйіспелі термометр;
- вакуумдық су ағынды сорғы;
- сілкуге арналған аппарат;
- металл сызғыш ГОСТ 25706 бойынша;
- 500 см^3 және 250 см^3 дөңгелек түпті қос мойынды құтылар ГОСТ 25336 бойынша;
- 150; 500 см^3 бөлу құйғышыГОСТ 25336 бойынша;
- 500 см^3 Бунзен құтысы;
- 100 см^3 ыспаланған тығыны болатын конус тәрізді құтылар ГОСТ 25336 бойынша;
- 100 см^3 ыспасы болатын дөңгелек түпті құтылар ГОСТ 25336 бойынша;
- 250 см^3 жалпақ түпті құтылар ГОСТ 25336 бойынша;
- 1 см^3 өлшеу тамшуырлары ГОСТ 20292 бойынша;
- 10 см^3 өлшеу сынауықтары ГОСТ 1770 бойынша;
- 25; 100 см^3 өлшеу цилиндрлері ГОСТ 1770 бойынша;
- диаметрі 15 см^3 Бюхнер май құйғышы;
- 100 см^3 груша тәрізді құтылар;
- орталық үйірткілі сынауықтар;
- 5, 10 және 100 см^3 өлшеу құтылары;
- Либих тоңазытқышы;
- хроматографиялық камера;
- шағын тамшуырлар;
- индикаторлық әмбебап қағаз;
- «көк таспа» сүзгілер;
- 1 см^3 медициналық шприц;
- өлшемі 9 см х 12 см шыны тілімшелер;
- 100 меш (0,152 мм) капрон елек;
- шыны бүріккіш;
- секундтық межеліктің 0,2 с бөлу бағасы болатын секундөлшегіш.

7.2 Реактивтер

- тазартылған су ГОСТ 6709 бойынша;
- метанол, х.т. ГОСТ 6995 бойынша;
- газ тәрізді азот ГОСТ 9293 бойынша;
- азот қышқылды күміс ГОСТ 1277 бойынша, х.т.;
- ацетон ГОСТ 2603 бойынша, х.т , айдамаланған;
- сулы аммиак ГОСТ 3760 бойынша, т.ү.т., 25 % су ерітіндісі;
- натрий бикарбонаты ГОСТ 2156 бойынша, 3%-дық су ерітіндісі;
- гексан х. т. (айдамаланған);
- гептан;
- хлороформ ГОСТ 20015 бойынша;
- диметилсульфат, абсолютті метил спиртіндегі 5%-дық (көлемдік пайыздағы) ерітінді;
- диэтил эфирі (айдамаланған);
- күкірт қышқылды кальций, х. т., 6 сағат бойы 160 °С қыздырылған;
- абсолютті метил спирті;
- құмырсқа қышқылы, х. т.;
- хлорлы натрий, х.т. ГОСТ 4233 бойынша, қанықтырылған су ерітіндісі;
- құмсірне КСК;
- тұз қышқылы, х. т., қоюландырылған ГОСТ 3118 бойынша;
- тұз қышқылы, 6 моль/дм^3 су ерітіндісі;
- тұз қышқылы, 2 моль/дм^3 су ерітіндісі;
- тұз қышқылы, су ерітіндісі (1:1);
- құрамы 100 мкг/см3 метанолдағы 2,4-Д стандарттық ерітінді;
- құрамы 2,5 мкг/ см^3 метанолдағы 2,4,5-Т стандарттық ерітіндісі;
- метанолдағы 2,4-Д (10 мкг/ см^3) және 2,4,5-Т (2,5 мкг/ см^3) метил эфирлерінің стандарттық ерітіндісі;
- концентрациясы 100 мкг/ см^3 гександағы 2,4-Д метил эфирінің стандарттық ерітіндісі;
- концентрациясы 10 мкг/см^3 судағы 2,4-Д стандарттық ерітіндісі;
- сусыз натрий сульфаты, х т ГОСТ 4166 бойынша;
- натрий гидрокарбонаты, т.ү.т., ГОСТ 4201;
- фосфор-вольфрам қышқылы, х. т., 40%-дық су ерітіндісі;
- несепнәр қолданыстағы нормативтік құжаттама бойынша;
- метиламин қолданыстағы нормативтік құжаттама бойынша;
- метилрот қолданыстағы нормативтік құжаттама бойынша.

1-ескертпе: Ұқсас метрологиялық сипаттамалары болатын немесе жоғары аппаратура, өлшеу ыдысы, реактивтерді пайдалануға жол беріледі.

2-ескертпе: Қолданылатын өлшеу құралдары типін бекіту мақсатында сыналуға немесе мемлекеттік өлшем бірлігін қамтамасыз ету жүйесінің тізіліміне енгізу және салыстырып тексерілуге, метрологиялық аттестатталуға тиіс.

8 Газ сұйықтықты хроматография әдісімен сынақ өткізу

8.1 Сынаққа дайындау

8.1.1 Диазометанның эфирлік ерітіндісін дайындау

Анықтауға дайындау нитрозометилзернесептен диазометанды алумен байланысты. Бұл үшін ілініп тұрған дөңгелек түпті литрлік құтыға метиламиннің 24%-дық су ерітіндісінің 200 г салады (метиламин су ерітіндісі түрінде не хлоргидрат түрінде

пайдаланылады) және қышқыл реакцияға дейін 155 см^3 қоюландырылған тұз қышқылын салқындатқан кезде қосады (метилрот индикаторы). Сосын құтының ішіндегісінің массасы 500 г жететіндей су мөлшерін құяды және 300 г несепнәр қосады. Осыдан кейін құтының ішіндегісін кері тоңазытқышпен 2 сағ. 45 минут және қарқынмен 15 минут абайлап қайнатады. Құтының ішіндегісін бөлме температурасына дейін салқындатады, онда 95%-дық азот қышқылды натрийдің 110 г ерітеді және 0°С дейін салқындатады. 3-литрлік тостағанда 600 г мұз және 100 г қоюландырылған күкірт қышқылының қоспасын дайындайды, тостағанның ішіндегісін мұз және тұз қоспасымен салқындатады. Осы тостағанға араластыра отырып құтының ішіндегісін (зернесеп және натрий нитратының салқын ерітіндісі) температура 0°С жоғары көтерілмейтіндей жылдамдықпен құяды. Нитрозометилзернесепті алу мынадай реакциялар бойынша өтеді:

$$CH_3NH_2\,HC1 + H_2N{-}CO{-}NH_2 \rightarrow CH_3{-}NH{-}CO{-}NH_2 + NH_4C1;$$
$$CH_3{-}NH{-}CO{-}NH_2 + HNO_2 \rightarrow CH_3{-}N(NO){-}CO{-}NH_2 + H_2O.$$

Нитрозометилнесепнәр Бюхнер құйғышында дереу сүзілетін және вакууммен жақсы сорылатын ұсақ қиыршықтар түрінде бетіне қалқып шығады. Сосын сүзгідегі қиыршықтарды тазартылған салқын судың 50 см^3 қойыртпақ пайда болғанша араластырады, сорғытады және вакуум-ылғалсорғышта кептіреді. Нитрозометилзернесептің теориялықтан шығуы 66%-дан бастап 72%-ға дейін (105 ± 115) г. Осылай алынған нитрозометилнесепнәрді тоңазытқышта ұзақ уақыт сақтауға болады. Оны 20°С жоғары температура кезінде 1 сағаттан артық сақтамау керек. 30°С температура кезінде нитрозометилнесепнәр газ тәрізді өнімдердің бөлінуінен ыдырауы мүмкін.

Нитрозометилнесепнәрден диазометан алу мынадай реакция бойынша жүреді:

$$CH_3N(NO){-}CO{-}NH_2 + KOH \rightarrow CH_2N_2 + KCNO + 2H_2O.$$

100 см^3 дөңгелек түпті құтыға күйдіргіш калийдің 50%-дық су ерітіндісінің 3 см^3 және 10 см^3 диэтил эфирін салады. Қоспаны 5°С дейін салқындатады, содан кейін шайқаған кезде 1 г нитрозометилнесепнәр қосады, құтыны төменгі шеті резеңке тығын арқылы өтетін бұруы болатын шүмешпен жабдықталған және қабылдағыш түбінде эфир қабатына батырылған тоңазытқышқа қосады. Қабылдағышты мұз және тұз қоспасымен салқындатады.

Кертартпа құтыны 50 С. қыздырылған су моншасына салады. Құтыдағы эфир сығындысын қайнатады. Уақыт өте келе құтының ішіндегісін араластырады. Түссіз айдандының алғашқы тамшыларын алғаннан кейін айдамалауды тоқтатады.

8.1.2 Су сығындысын шайғындау және тазарту

250 см^3 бастап 1000 см^3 дейінгі су сынамасын бөліп құйғышқа орналастырады, pH 3 дейін тұз қышқылымен тотықтырады, концентрациясы 2,5 мкг/см^3 2,4,5-Т 1 см^3 стандарттық ерітіндісін қосады және диэтил эфирінің үш бөлігімен шайғындайды (100, 50 және 50 см^3). Біріктірілген эфир шайғынын бөліп құйғышқа ауыстырады және натрий бикарбонатының 3%-дық су ерітіндісімен (немесе натрий гидроортофосфатының 5%-дық су ерітіндісі) шайғындайды (үш рет 50 см^3). Біріктірілген су ерітіндісін эфирдің (немесе гексан) екі үлесімен 50 см^3 шаяды, осы эфирді (гексан) төгіп тастайды, ал су ерітіндісін pH 3 дейін тұз қышқылымен тотықтырады және үш мәрте диэтил эфирімен 50 см^3 шайғындайды.

Біріктірілген эфир сығындысын (5 - 10) г сусыз натрий сульфатының үстінен 15 минуттан бастап 30 минутқа дейін кезендік сілкіген кезде кептіреді және 100 см^3 груша тәрізді құтыдағы ротациялық буландырғышта еріткішті алып тастайды, оның үстіне еріткіштің соңғы үлестерін құрғақ ауа тогымен жояды. Құтыдағы құрғақ қалдықты

диметилсульфат немесе диазометанды пайдалана отырып метилдейді.

8.1.3 Диметилсульфатпен метилдеу

Құтыдағы құрғақ қалдыққа абсолютті метил спиртіндегі диметилсульфаттың 5%-дық ерітіндісінің 3 $см^3$ құяды, құтының қабырғаларын мұқият шаяды, 1 г сусыз натрий сульфатын қосады, кері тоңазытқышты жалғайды және 10 минутқа 55°С температурамен су моншасына орналастырады. Метилдеу реакциясын аяқтаған соң, құтының ішіндегісін су құбырының суының астында салқындатады, хлорлы натрийдің қанықтырылған 3 $см^3$ ерітіндісін, 1 $см^3$ гексан құяды, 2 минут бойы қарқынмен сілкиді және фазалар жіктелген соң хроматографқа 3 мкл гексан қабатын енгізеді.

8.1.4 Диазометанмен метилдеу

Құтыдағы құрғақ қалдыққа сары түс пайда болғанша диазометанның эфирлік ерітіндісін (мұндайда құтының ішіндегісін сілкеді) және 10 минутқа қойып қояды. Сосын диэтил эфирін құрғақ ауа тогымен жояды, ал қалдығын 0,5 $см^3$ бастап 1,0 $см^3$ дейінгі гександа ерітеді және хроматографқа 1 мкл бастап 5 мкл дейін ерітінді енгізеді.

8.2 Хроматографтау

8.2.1 Газды хроматограф үлгісінде хроматографтау шарттары:

- DMCS силандалған хроматонмен-N (0,16 - 0,20) мм толтырылған серіппелі шыны баған (ұзындығы 2 м, ішкі диаметрі 3 мм), 5% SE-30.
- газ-тасымалдағыштың (ерекше таза азот) баған арқылы жылдамдығы 50 $см^3$/мин, детектор арқылы өтетін үрлеу газының жылдамдығы (ерекше таза азот) 150 $см^3$/мин.
- бағанашықтар термостатының температурасы 170°С, буландырғыш 220°С, детектор термостаты 220°С.
- аталған жағдайларда 2,4-Д метил эфирін абсолютті ұстау уақыты 4 мин.

8.2.2 Бір сынаманы хроматографтауды екі рет өткізеді. Хроматографтарда 2,4-Д және 2,4,5-Т метил эфирлерінің шыңдары немесе аудандарының биіктігін өлшейді, параллель анықтаулардан осы биіктіктердің (аудан) арақатынасының орташа мәнін есептейді және өлшемдеу графигінің теңдеуі бойынша судағы 2,4-Д құрамын табады.

Пайдаланылатын хроматографқа арналған программалық қамтамасыз етумен ДК басқаруында хроматограммалардың автоматты түрде өңделуі мүмкін. Хроматографиялық ақпаратты компьютерлік өңдеу жүйесі арқылы хроматограммалардың сандық есептен кемуін жүргізеді. Өңделген деректер негізінде осы ерітінділердегі пестицидтердің концентрациясына өлшемдеу ерітінділері шыңдарының биіктігінің (аудан) өлшемдеу тәуелділігін анықтайды.

8.2.3 Өлшемдеу графигін құру үшін су сынамаларына 5, 10, 15 және 20 мкг 2,4-Д (метил спиртіндегі ерітінді түрінде), құрамы 2,5 мкг/$см^3$ 2,4,5-Т 1 $см^3$ стандарттық ерітіндісін құяды және одан әрі 8.2.2 т. бойынша жасайды.

8.2.4 Хроматограммаларда 2,4-Д және 2,4,5-Т метил эфирлері шыңдарының биіктігін (аудан) өлшейді, параллель анықтаулардан осы биіктіктердің (аудан) арақатынасының орташа мәнін есептейді, судағы (мг/$дм^3$) 2,4-Д құрамынан 2,4-Д және 2,4,5-Т метил эфирлерінің хроматографтық шыңдарының биіктік (аудан) арақатынасының тәуелділік графигін құрады. Алынатын өлшемдеу графигін барынша аз квадраттар әдісі бойынша өңдейді және мынадай формула түріндегі өлшемдеу түзуінің теңдеуін алады:

$$V = A + BX, \qquad (1)$$

мұндағы V - 2,4-Д және 2,4,5-Т метил эфирлерінің хроматографтық шыңдары биіктіктерінің арақатынасы;

X - судағы 2,4-Д құрамы, мг/$дм^3$;

А және В - барынша аз квадраттар әдісі бойынша өлшемдеу графигін өңдеген кезде алынатын коэффициенттер.

Ескертпе: Сынамаларды талдауға арналған 2,4-Д идентификациялау сенімділігін арттыру үшін, әр түрлі полярлықтағы қозғалмайтын фазалары болатын бағанашықтарды пайдаланған жөн (мысалы, SE-30 және XE-60, SE-30 және OV-17). Фенилметилсиликонды OV-17 пайдаланған кезде хроматографтау шарттары мынадай: DMCS силандалған хроматонмен-N (0,16 мм бастап 0,20 мм дейін) мм толтырылған сәйкесті шыны баған (ұзындығы 2 м, ішкі диаметрі 3 мм), 5% OV-17. Газ-тасымалдағыштың (ерекше таза азот) баған арқылы жылдамдығы 50 см^3/мин, детектор арқылы өтетін үрлеу газының жылдамдығы (ерекше таза азот) 150 см^3/мин. бағанашықтар термостатының температурасы 170°С, буландырғыш 220°С, детектор термостаты 220°С. аталған жағдайларда 2,4-Д метил эфирін абсолютті ұстау уақыты 0,63. Абсолютті ұстап тұру уақыты 7 мин.

8.3 Шайғындау және тазарту

8.3.1 Шөп, пішен, астық сығындысын шайғындау және тазарту

50 г шөп өлшендісін 150 см^3 тазартылған суда біртектендіреді, гомогенатты 1 дм^3 дөңгелек түпті құтыға сандық ауыстырады және 38 см^3 қоюландырылған тұз қышқылын құяды. Сабан (50 г) немесе шөп (10 г) дәнінің ұнтақталған өлшендісін 1 дм^3 дөңгелек түпті құтыға салады және 2 моль/дм^3 тұз қышқылы ерітіндісінің 150 см^3 құяды. Дайындалған үлгілерге концентрациясы 2,5 мкг/см^3 2,4,5-Т 1 см^3 стандарттық ерітіндісін қосады, араластырады, құтыға кері тоңазытқышты жалғайды және 1 сағатқа қайнап тұрған су моншасына салады.

Гидролизатты салқындатқан соң Бюхнер құйғышындағы қағаз сүзгі арқылы сүзеді, сүзгідегі тұнбаны тұз қышқылының 2 моль/дм^3 су ерітіндісінің 30 см^3 үш үлесімен араластырмай шаяды. Сүзіндіге концентрациясы 2%-дыққа дейінгі фосфор-вольфрамның 40%-дық су ерітіндісін қосады және Бюхнер құйғышындағы қағаз сүзгі арқылы сүзеді. Сүзгідегі тұнбаны 30 см^3 үлеспен тұз қышқылының 2 моль/дм^3 су ерітіндісімен үш рет шаяды. Біріктірілген сүзіндіні бөлу құйғышына ауыстырады және диэтил эфирінің үш үлесімен шайғындайды (эфирдің жалпы көлемі сүзіндінің көлеміне тең). Эфир сығындысын тазартылған судың 15 см^3 бастап 20 см^3 дейінгі шамалы мөлшерімен шайынды сулардың бейтарап реакциясына дейін шаяды және содан соң натрий гидроортофосфатының (немесе натрий бикорбонатының ерітіндісі) 5%-дық су ерітіндісінің үш үлесімен (50 см^3) шайғындайды.

Су шайғындарын біріктіреді, pH 1 дейін қоюландырылған тұз қышқылымен тотықтырады және диэтил эфирінің (75 + 50 + 50) см^3 үш үлесімен шайғындайды. Біріктірілген эфир сығындысын тазартылған судың 15 см^3 бастап 20 см^3 дейінгі шамалы мөлшерімен шайынды сулардың бейтарап реакциясына дейін шайғаннан кейін, кезеңдік сілку кезінде 15 минуттан бастап 30 минутқа дейін 5 г бастап 10 г дейінгі сусыз натрий сульфатымен кептіреді және еріткішті 100 см^3 груша тәрізді құтыдағы ротациялық буландырғышта жояды, еріткіштің соңғы үлестерін құрғақ ауа тогымен жояды.

Құрғақ қалдықты 0,5 см^3 ацетонда ерітеді және ерітіндіні КСК құмсірнесінің жұқа қабаты (0,4 мм) болатын шыны тілімшелерге (5 см × 20 см) жолақтар түрінде салады және гексан - диэтил эфирі – құмырсқа қышқылы (50:50:2) еріткіштері жүйесінде екі рет хроматографтайды. Сосын 0,5 - 0,6 тең Rf 2,4-Д болатын ауданы 1 см^2 тілімшеден құмсірнені алып тастайды және 50 см^3 тығыз қиоластырылған тығыны болатын конус тәрізді құтыға ауыстырады. Құтыдағы құмсірнені 1 см^3 тазартылған сумен сулайды, 4 см^3 бастап 5 см^3 дейін ацетон құяды, 1 минуттан бастап 2 минутқа дейін сілкиді және қағаз сүзгі арқылы сүзеді. Құмсірнені ацетонмен өңдеуді тағы да үш рет жүргізеді. Біріктірілген ацетон сығындысын сусыз натрий сульфатының үстінде кептіреді, ротациялық буландырғыштағы еріткішті жояды, сосын үлгіні метилдеуді және 8.2.2 бойынша 2,4-Д газхроматографиялық анықтауды жүргізеді.

Калибрлеу графигін құру үшін шөп, астық, пішен немесе сабан сынамаларына 10; 15; 20 және 25 мкг 2,4-Д, құрамы 2,5 мкг/см^3 2,4,5-Т 1 см^3 стандарттық ерітіндісін метил спирті түрінде енгізеді және одан әрі 8.2.2 және 8.2.4 бойынша жасайды.

8.3.2 Құрғақ топырақ сығындысын шайғындау және тазарту

8.3.2.1 Құрғақ топырақтың үгітілген және тесіктерінің өлшемі 1 мм елек арқылы еленген 100 г сынамасын жылтырлатылып тегістелген тығыны бар 500 см^3 конус тәрізді құтыға салады, 25 см^3 бастап 35 см^3 дейін тазартылған су, 5 см^3 қоюландырылған тұз қышқылын, құрамы 2,5 мкг/см^3 2,4,5-Т 1 см^3 стандарттық ерітіндісін құяды, мұқият араластырады, 150 см^3 ацетон қосады және сілку үшін 1 сағатқа аппаратқа салады.

8.3.2.2 Содан соң еріткішті қағаз сүзгі арқылы Бюхнер құйғышындағы вакуумның астында сүзеді, сүзгідегі топырақты 20 см^3 ацетонмен үш рет шаяды. Осыдан кейін ацетонды ротациялық буландырғышта жояды, қалдықты құтыдан 100 см^3 тазартылған суда бөлу құйғышына ауыстырады, диэтил эфирінің (75; 50 и 50 см^3) үш үлесімен шайғындайды және одан әрі 8.1.2, 8.2.2 т. бойынша жасайды.

Өлшемдеу графигін құру үшін топырақ сынамаларына метил спиртіндегі ерітінді түрінде 2,4-Д 10; 15; 20 және 25 мкг, құрамы 2,5 мкг/см^3 2,4,5-Т 1 см^3 стандарттық ерітіндісін енгізеді және одан әрі 8.2.2, 8.2.4 бойынша жасайды.

8.3.3 Дымқыл топырақ сығындысын шайғындау және тазарту

100 г бастап 200 г дейінгі дымқыл топырақ сынамасын қиюластырылған тығыны болатын конус тәрізді 500 см^3 құтыға салады, 5 см^3 бастап 10 см^3 дейін қоюландырылған тұз қышқылын, құрамы 2,5 мкг/см^3 2,4,5-Т 1 см^3 стандарттық ерітіндісін, 150 см^3 бастап 300 см^3 дейінгі ацетонды құяды, мұқият араластырады, сілку үшін 1 сағатқа аппаратқа орналастырады және одан әрі 8.3.2.2 бойынша; одан әрі 8.1.2 бойынша; одан әрі 8.2.2 бойынша жасайды.

8.3.5 Сүт сығындысын шайғындау және тазарту

25 см^3 бастап 50 см^3 дейінгі сүт сынамасына құрамы 2,5 мкг/см^3 2,4,5-Т 1 см^3 стандарттық ерітіндісін енгізеді, 4,4 см^3 бастап 8,8 см^3 дейін қоюландырылған тұз қышқылын қосады, 250 см^3 дөңгелек құтыға салады, кері тоңазытқышты қосады және ыдырату үшін 1 сағатқа қайнап тұрған су моншасына салады. Салқындаған соң құтыға фосфорлы-вольфрам қышқылының 40%-дық су ерітіндісінің 15 см^3 құяды, мұқият сілкеді, сосын 100 см^3 тазартылған су қосады және ішіндегісін Бюхнер құйғышында вакуум астында сүзеді. Сүзгідегі қалдықты тұз қышқылының 2 моль/дм^3 су ерітіндісімен шаяды, сүзіндіні үш рет 50 см^3 диэтил эфирімен шайғындайды. Біріктірілген эфир сығындысын кезеңдік сілку кезінде 15 минуттан 30 минутқа дейін сусыз натрий сульфатының үстінде кептіреді және еріткішті 100 см^3 груша тәрізді құтыдағы ротациялық буландырғышта жояды, еріткіштің соңғы үлестерін құрғақ ауа тогымен жояды. Қалдықты гексанның 0,5 см^3 бастап 1,0 см^3 дейін ерітеді және хроматографқа 1 мкл бастап 5 мкл дейін ерітіндіні 8.2.2 бойынша енгізеді.

25 см^3 бастап 50 см^3 дейінгі сүт сынамасында өлшемдеу графигін құру үшін, 2, 5, 10 және 20 мкг 2,4-Д (метил спиртіндегі ерітінді түрінде), құрамы 2,5 мкг/см^3 2,4,5-Т 1 см^3 стандарттық ерітіндісін, 4,4 см^3 бастап 8,8 см^3 дейінгі қоюландырылған тұз қышқылын енгізеді және одан әрі 8.2.2; 8.2.4 бойынша жасайды.

8.3.6 Сары май сығындысын шайғындау және тазарту

25 г май сынамасын 100 см^3 гександа ерітеді, құрамы 2,5 мкг/см^3 2,4,5-Т 1 см^3 стандарттық ерітіндісін енгізеді, 500 см^3 түбі дөңгелек қос ауызды құтыға салады, 100 см^3 6 моль/дм^3 тұз қышқылын құяды, құтының ішіндегісін электр бұлғауыш арқылы араластыра отырып, кері тоңазытқышты қосады және ыдырату үшін 1 сағатқа қайнап тұрған су моншасына салады. Құтының ішіндегісі салқындаған соң, қабаттарды бөлу құйғышында бөледі және су қабатын 2 реттен 50 см^3 диэтил эфирімен шайғындайды. Гексан қабатын 6 моль/дм^3 тұз қышқылының 100 см^3 шайғындайды. Сосын су қабатын екі

40

реттен 50 см^3 диэтил эфирімен шайғындайды және аталған сығындыны бастапқы эфир сығындысымен біріктіреді. Осыдан кейін 2,4-Д біріктірілген эфир сығындысынан 0,4 моль/дм^3 йод ерітіндісімен натрий бикарбонатын шығарып тастайды және одан әрі сүттегі гербицидті анықтаған кезде сипатталған сияқты жасайды.

Өлшемдеу графигін құру үшін 100 см^3 гександа ерітілген 25 г май сынамасына метил спирті ерітіндісі түріндегі 2,4-Д концентрациясы 2,5 мкг/ см^3, 10, 15, 20 және 2,4,5-Т 1 см^3 стандарттық ерітіндісін 25 мкг енгізеді. Одан әрі 8.2.2; 8.2.4 бойынша жасайды.

8.3.7 Ет сығындысын шайғындау және тазарту

25 г бастап 50 г дейінгі ет сынамасын ет тартқыш арқылы майдалайды, 500 см^3 салады, концентрациясы 2,5 мкг/ см^3, 10, 15, 20 және 2,4,5-Т 1 см^3 стандарттық ерітіндісін енгізеді, 100 см^3 бастап 200 см^3 дейін 6 моль/дм^3 тұз қышқылын құяды, кері тоңазытқышты жалғайды және құтының ішіндегісін электр бұлғауыш арқылы араластыра отырып, 1 сағатқа су моншасына орналастырады (100°С температурамен). Құтыға салқындағаннан кейін фосфорлы-вольфрам қышқылының 40%-дық су ерітіндісінің 15 см^3, 100 см^3 тазартылған су құяды және құтының ішіндегісін Бюхнер құйғышында вакуум астында сүзеді. Сүзгідегі қалдықты тұз қышқылының 2 моль/дм^3 су ерітіндісімен шаяды, сүзіндіні 50 см^3 үш мәрте диэтил эфирімен шайғындайды. Біріктірілген эфир сығындысын сілку кезінде 15 минуттан 30 минутқа дейін 5 г сусыз натрий сульфатының үстінен кептіреді және еріткішті 100 см^3 груша тәрізді құтыдағы ротациялық буландырғышта жояды, еріткіштің соңғы үлестерін құрғақ ауа тогымен жояды. Қалдықты гексанның 0,5 см^3 бастап 1,0 см^3 дейін ерітеді және хроматографқа 1 мкл бастап 5 мкл дейін ерітіндіні 8.2.2 бойынша енгізеді

Ет сынамасында өлшемдеу графигін құру үшін құрамы 2,5 мкг/см^3 2,4,5-Т стандарттық ерітіндісінің 1 см^3, 10, 15, 20 және 25 мкг 2,4-Д метил спиртіндегі ерітінді түрін енгізеді және одан әрі 8.2.2; 8.2.4 бойынша жасайды.

8.4 Нәтижелерді өңдеу

Сынамалардағы 2,4-Д құрамын (Х, мг/дм^3 немесе мг/кг) мынадай формула бойынша анықтайды:

$$X - \frac{V - A}{B}, \qquad (2)$$

мұндағы V - 2,4-Д және 2,4,5-Т метил эфирлерінің хроматографиялық шыңдарының биіктігінің (аудан) арақатынасы;

А және В – барынша аз квадраттар әдісі бойынша өлшемдеу графиктерін өңдеу кезінде алынатын коэффициенттер.

9 Жұқа қабатты хроматография әдісімен сынақ өткізу

9.1 Айқындағыш реактивті дайындау

100 $см^3$ өлшеу құтысына 0,5 г азот қышқылды күміс, 5 $см^3$ тазартылған су, 7 $см^3$ аммиакты (25%-дық су ерітіндісі) салады және ацетонмен таңбаға дейін жеткізеді.

9.2 Сығындыларды шайғындау және тазарту

Жұқа қабатты хроматография әдісімен 2,4-Д құрамын сандық анықтау кезінде үлгіні дайындау және сығындыны тазартуды, сынамаларға 2,4,5-Т енгізбейтінін есептемегенде, газхроматографиялық әдіспен нербицидті талдаған кездегі сияқты өткізеді.

Тазартудан кейін алынған біріктірілген эфир сығындысын сусыз натрий сульфатының үстінен кептіреді және ротациялық буландырғыштағы еріткішті 100 $см^3$ груша тәрізді құтыда шамалы көлемге дейін (1 - 2) $см^3$ булайды.

9.3 Хроматографтау

Буландырылған сығындыны қылтүтік немесе медициналық шприц арқылы 1 $см^3$ ғанышпен бекітілген КСК құмсірненің жұқа қабаты болатын хроматографиялық тілімшеге (9 см×12 см) сандық етіп салады. Сосын хроматографиялық тілімшеге ацетон ерітіндісі түріндегі 2,4-Д 2,5 мкг және 10 мкг салады және эфир (немесе гексан) - диэтил эфирі – құмырсқа қышқылы (50:50:2) еріткіштері жүйесінде хроматографтау жүргізеді. Хроматографтау процесін аяқтаған соң, тілімшені хроматографиялық камерадан шығарады және тартпа қораптағы ауада кептіреді. Оқшаулау аймағын байқау үшін 2,4-Д тілімшесін тазартылған су, аммиак және ацетон қосылған қоспада азот қышқылды күміс ерітіндісімен өңдейді, кептірсді және 10 минуттан 15 минутқа дейін ультракүлгін жарықпен сәуле түсіреді.

Егер сынамада 2,4-Д болатын болса, онда тілімшеде Rf 0,5 шамамен ақшыл рендегі сұр-қара түсті дақ пайда болады. 2,4-Д сандық анықтауды сынама дағымен стандарт дағының бояуының өлшемі мен қарқынын көзбен шолып салыстыру арқылы өткізеді. Хроматографиялық тілімшеде минималды детекторланатын 2,4-Д саны 1 мкг.

Сериялық талдаулар өткізер алдында әдістің ашылуын анықтау қажет, яғни, гербицидтің әр түрлі мөлшері алдын ала қосылған бақылау сынамаларынан 2,4-Д қайту пайызы.

2,4-Д идентификациялау сенімділігін арттыру үшін, әсіресе, ластану сбептері белгісіз сынамаларды талдаған кезде, гербицид құрамына газхроматографиялық талдау өткізгеннен кейін сынаманың қалған бөлігін жұқа қабатты хроматография арқылы талдаған жөн. Бұл үшін гексан сығындысын КСК құмсірнесінің жұқа қабаты болатын хроматографиялық тілімшеге (9 см×12 см) салады, қасынан гександағы ерітінді түрінде 2,4-Д метил ерітіндісін 2 мкг бастап 10 мкг дейін салады және гептан - ацетон (9:3) еріткіштері жүйесінде хроматографтайды. Одан әрі жоғарыда сипатталған сияқты жасайды. 2,4-Д метил эфирінің Rf шамасы 0,46 - 0,47.

4-Д метил эфирінің Rf шамасының және ұстап тұру уақытының шамасының стандарттық қосылыс үшін алынған осы көрсеткіштермен салыстырғанда үйлесуі талданатын сынамалардағы 2,4-Д қалдық мөлшерін анықтауды барынша сенімді өткізуге мүмкіндік береді.

9.4 Жұқа қабатты хроматография кезінде нәтижелерді өңдеу

Жұқа қабатты хроматография әдісімен сынамадағы 2,4-Д құрамын анықтау үшін (X, мг/$дм^3$ немесе мг/кг) мынадай формуланы қолданады:

$$X = \frac{A}{P}, \qquad (3)$$

мұндағы А – стандартпен салыстырылып табылған сынамадағы 2,4-Д саны, мкг;

Р – сынаманың көлемі немесе массасы, $см^3$ немесе г.

Натрий, диметилдиэтил немесе триэтаноламин тұздарының сынамасындағы 2,4-Д құрамын анықтау үшін алынатын нәтижені тиісінше 1,1; 1,46 және 1,67 көбейту керек.

10 Судағы 2,4-Д анықтау бойынша фазалық-айналатын жоғары тиімділікті сұйықтықты хроматографиямен сынақ өткізу

10.1 Аластаушыны дайындау

7:3 көлемдік арақатынасындағы су-метанол аластаушы қоспасы хроматографиялық талдау өткізер алдында ертерек дайындалады. Сыйымдылығы 100 $см^3$ цилиндрмен сыйымдылығы 100 $см^3$ жылтыратылып тегістелген тығыны бар түбі дөңгелек құтыға құйып алатын 70 $см^3$ тазартылған сумен өлшейді; соған 30 $см^3$ метанолды құяды, құтыны тығынмен жабады, ішіндегісін жеңіл сілкіп араластырады және қоспаны 30 минуттан 40 минутқа дейін тұндырып қояды, содан кейін аластаушыға арналған ыдысқа сүзіп алады. Аластаушыны әлі бірнеше уақыт тұндырады (ыдыс қабырғаларында ауа көпіршіктерінің пайда болуы тоқтағанша) және талдауға арналған аспаптың хроматографиялық жүйесін дайындауға кіріседі.

10.2 2,4-Д анықтау жүргізуге хроматографиялық жүйені әзірлеу Аспапты хроматографиялық талдауға дайындауды сорғыны жаңадан дайындалған аластаушымен шаюдан бастайды, содан кейін сорғыны су - метанол (7:3) аластаушы қоспасымен толтырады және хроматографиялық жүйені шаю және салыстыру астаушығын аластаушымен толтыруға кіріседі. Хроматографты дайындау детектордың біркелкі нөлдік шығыс сигналын белгілегенше және шуларды барынша азайтқанша жалғасады.

10.3 Препаратты талданатын сынамадан шайғындау

Судың таза (мөлдір және түссіз) сынамасын торлы сүзгі арқылы сүзеді және бағанашыққа 5 мкл бастап 40 мкл дейін енгізе отырып, тазартылмаған сынамаға хроматографиялық талдау жүргізеді (енгізілетін көлем оператордың қалауынша алынады, бірақ 40 мкл артық емес).

Егер су сынамасы кір болса (лай немесе боялған немесе талдау өткізуге әсер ететін табиғи органикалық қосылыстар, басқа пестицидтердің тиісті қоспалары), былай жасайды: 100 $см^3$ сүзіліп алынған сынаманы сыйымдылығы 250 $см^3$ жалпақ түпті конус тәрізді құтыға салады, сонда техникалық таразыларда өлшенген 4 г натрий гидрокарбонатын қосады және ерітіндіні араластырған кезде оны сынамада ерітеді, содан кейін құтының ішіндегісін сыйымдылығы 250 $см^3$ бөлу құйғышына ауыстырады. Құтыдан талдауға әсер ететін қоспаларды алып тастау үшін, алдымен хлороформ (25 $см^3$ 2 рет), содан соң құйғыш ішіндегісін 1 минут бойы шайқаған кезде н-гексанға (25 $см^3$ 2 рет) оларды қайта шайғындау жүргізіледі. Сынаманың ілеспе қоспалары болатын еріткіштерді лақтырып тастайды, ал су ерітіндісін сыйымдылығы 250 $см^3$ құтыға ағызып алады және соған біртіндеп 1 $см^3$ хлорсутек қышқылын құяды, ерітіндіні жеңіл шайқап араластырады. Көмірқышқыл газы бөлінуін тоқтатқан соң, ерітіндіні бөлу құйғышына ауыстырады және 1 минуттай диэтил эфирінде (20 $см^3$ 2 рет) 2,4-Д қайта шайғындау жүргізеді. Су ерітіндісін лақтырып тастайды, ал біріктірілген эфир сығындысын тазартылған сумен шаяды (бейтарап pH дейін), сыйымдылығы 100 $см^3$ тегістсуі болатын дөңгелек түпті құтыға қыздырылған натрий сульфаты арқылы сүзеді, шамалы мөлшеріне дейін 30°С бастап 35°С дейін ротациялық буландырғышта булайды, өлшеу сынауығына ауыстырады және кепкенше ерекше таза азот тогында булайды. Құрғақ сынама қалдығын,2 $см^3$ тазартылған суда ерітеді және хроматографиялық талдау өткізеді.

10.4 Хроматографтау шарттары:

Хроматографты жұмысқа дайындауды пайдалану жөніндегі нұсқауға сәйкес іске

асырады.

2,4-Д сандық анықтауын мынадай хроматографтау жағдайларында жүргізеді: қозғалмайтын фаза – «Силасорб С», 5 мкм; қозғалмалы фаза - метанолмен 7:3 көлемдік арақатынастағы су.

Ұсынылатын хроматографтау шарттары:

- аластаушы ағынның жылдамдығы - 200 мин/мкл.;
- өлшеу сезімталдығының ішкі ауқымы - 0,2 А;
- шығыс сигналды өлшеу уақыты - 0,6 с;
- жарық ағынын жұтатын толқын ұзындығы - 280 нм;
- ұстап қалу көлемі - 235 мкл.

Ескертпе. Осы стандартта белгіленген метрологиялық сипаттамалармен талдау орындауды қамтамасыз ететін кезде хроматографтау шарттарын өзгертуге жол беріледі.

10.5 Хроматографтау

Аспапты талдауға дайындауды аяқтаған соң, 5 мкл бастап 40 мкл дейінгі көлемдегі (5, 10, 15, 20, 30, 40 мкл) 2,4-Д (10 мкг/см^3) өлшемдеу ерітіндісін, ал содан соң қоюландырылмаған сияқты, қоюландырылғанда да (қажет болған кезде) препаратты (бірақ 40 мкл артық емес) байқау үшін қажетті көлемдегі су сынамасын хроматографтау жүргізіледі. Егер сынама ішіндегі жоғарғы байқау шегінде болса, оның бөлігін тазартылған судың белгілі бір мөлшерінде ерітеді және талдауды сондай хроматографтау жағдайында қайталайды.

10.6 Талдау нәтижелерін талдау

Аспапқа арналған программалық қамтамасыз етуді немесе өлшемдеу сипаттамаларын өңдеу үшін тағайындалған компьютерлік бағдарламаларды пайдалана отырып, мынадай формула бойынша талданатын су үлгісіндегі және стандарттық ерітіндідегі шыңдардың ауданын салыстыру арқылы, стандарттармен арақатынас әдісімен 2,4-Д сандық анықтауды өткізеді:

$$X = \frac{S_1 VC}{S_2 P}, \qquad (4)$$

мұндағы S_1 – сынамадағы 2,4-Д шыңының ауданы, кв. мм;

S_2 – стандарттық ерітінді шыңының ауданы, кв. мм;

С – стандарттық ерітінді концентрациясы, мкг/см^3;

V – талданатын сынама көлемі, см^3;

Р – бастапқы сынаманың соңғы көлемі, см^3.

10.7 Өлшемдеу сипаттамаларының тұрақтылығын бақылау

Өлшемдеу сипаттамаларының тұрақтылығын бақылауды күн сайын өткізеді. Бақылау құралы ретінде 13.3 бойынша өлшемдеу ерітінділерінің біреуін пайдаланады. 2,4-Д массалық концентрациясының берілетін және өлшенетін мәндерінің арасындағы айырма рұқсат етілетін салыстырмалы айырманың 10%-ынан аспайтын болса, өлшемдеу сипаттамасы тұрақты болып саналады.

Рұқсат етілетін айырмалар артатын жағдайда, себептерін анықтайды және жаңадан дайындалған өлшемдеу ерітінділерін пайдалана отырып, аспапқа қайта өлшемдеу өткізеді.

10.8 Ұстап тұру уақытының тұрақтылығын бақылау

2,4-Д Ұстап тұру уақытының тұрақтылығын бақылауды жұмыстық сынамаларды талдауды кезектестіре отырып, жұмыс күні ішінде 2 реттен 3 ретке дейін талданатын 13.5т. бойынша өлшемдеу ерітінділерінің хроматограммалары бойынша өткізеді.

Мұндайда бастапқыдан ұстап тұру уақыты мәндерінің ауытқу 10%-дан артық болмауға тиіс.

10.9 Судағы 2,4-Д массалық концентрациясының өзгеру нәтижесі ретінде екі дәлқойыр су сынамасында параллель екі өлшеу нәтижелерінің орташа арифметикалық мәнін қабылдайды. Анықтау нәтижесінің қолданылуын оның r (қайталану шегінің мәні) барынша аз немесе тең жағдайына байланысты бағалайды.

10.10 Екі зертханада өлшеу нәтижелерін алған кезде оның R (өндірімділік шегінің мәні) аз немесе тең болу шартын орындаған кезде қанағаттанарлық деп санайды.

10.11 Метрологиялық сипаттама

Әдіс P = 0,95 сенімді ықтималдық кезінде 1-кестеде берілген мәндерден аспайтын метрологиялық сипаттамалары болатын өлшеу нәтижелерінің алынуын камтамасыз етеді.

1-кесте - Әдістің метрологиялық сипаттамасы

2,4-Д массалық концентрациясын өлшеу ауқымы, мг/дм^3	Салыстырмалы қателік P = 0,95% сенімді ықтималдықпен болатын аралық шекаралары	Қайталанғыштық шегінің салыстырмалы мәні r, % n = 2 кезінде	Өндірімділік шегінің салыстырмалы мәні R, %, n = 2 кезінде
0,7 бастап және 0,002 коса алғанда	26	28	33

11 Өлшеулер дәлдігін бақылау

Өлшеулер дәлдігін бақылауды (қайталанғыштық және өндірімділік) ГОСТ ИСО 5725-1 және ГОСТ ИСО 5725-2 талаптарына сәйкес өткізеді.

12 Сынақ хаттамасын рәсімдеу

Сынақ нәтижелері ҚР СТ ИСО/ХЭК 17025 талаптарына сәйкес рәсімделетін сынақ хаттамасында тіркеледі.

ӘОЖ 502.5+612.39.7/.8:[547.51:543.544]:006.35 **13.060.01 13.080 65.120 67.040**

Түйінді сөздер: пестицидтер, жұқа қабатты хроматография, фазалық-айналатын жоғары тиімділікті сұйықтықты хроматография, газсұйықтықты хроматография, хроматографиялық бағандар.

136

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА, ПОЧВА, ФУРАЖ, ПРОДУКТЫ ПИТАНИЯ РАСТИТЕЛЬНОГО И ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Определение 2,4-Д (2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты) хроматографическими методами

СТ РК 2010-2010

Издание официальное

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

Астана

47

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии и ТК по стандартизации № 71 в области экологической безопасности «Объекты окружающей среды. Промышленные отходы».

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 08 ноября 2010 г. № 500-од.

3 В настоящем стандарте реализованы положения Закона Республики Казахстан «О техническом регулировании» от 9 ноября 2004 года № 603-II.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2014 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 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 в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

Содержание

1 Область применения 1

2 Нормативные ссылки 1

3 Сущность метода 2

4 Метрологическая характеристика метода 2

5 Требования к выполнению измерений 3

6 Отбор проб 4

7 Аппаратура, материалы и реактивы 4

8 Проведение испытаний методом газожидкостной хроматографии 5

9 Проведение испытаний методом тонкослойной хроматографии 11

10 Проведение испытания обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографией по определению 2,4-Д в воде 12

11 Контроль точности измерений 14

12 Оформление протокола испытаний 14

СТ РК 2010-2010

140

ГОСУДАРТСВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА, ПОЧВА, ФУРАЖ, ПРОДУКТЫ ПИТАНИЯ РАСТИТЕЛЬНОГО И ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Определение 2,4-Д (2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты) хроматографическими методами

Дата введения 2012-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д-аминная соль) газожидкостной, тонкослойной, обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографией.

Настоящий стандарт распространяется на воду, почву, фураж, продукты питания растительного и животного происхождения.

Технические требования к контролируемому показателю установлены в Техническом регламенте «Требования к безопасности кормов и кормовых добавок», Техническом регламенте «Требования к безопасности питьевой воды для населения», Техническом регламенте «Требования к безопасности мяса и мясной продукции», Технический регламент «Требования к безопасности молока и молочной продукции», «Санитарно-эпидемиологические требования к пищевой продукции».

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

Технический регламент «Общие требования к пожарной безопасности» от 16.01.2009 № 14, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

Технический регламент «Требования к безопасности пожарной техники для защиты объектов» от 16.01.2009 № 16, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

Технический регламент «Требования к безопасности кормов и кормовых добавок» от 18 марта 2008г. № 263, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

Технический регламент «Требования к безопасности питьевой воды для населения» от 13.05.2008г. № 456, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

СТ РК ИСО /МЭК 17025-2007 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.

ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

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

ГОСТ 2156-76 Натрий двууглекислый. Технические условия.

ГОСТ 2603-79 Реактивы. Ацетон. Технические условия.

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

Издание официальное

51

ГОСТ 3760-79.Реактивы. Аммиак водный. Технические условия.

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия.

ГОСТ 4201-79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия.

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6709-72 - Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 6995-77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия.

ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия.

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20292-74 Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

ГОСТ 25706-83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ ИСО 5725-1-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Основные положения и определения.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений.

«Санитарно-эпидемиологические требования к пищевой продукции», Приказ МЗ РК № 611 от 6.08.10г.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы 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 затрагивающий эту ссылку.

3 Сущность метода

3.1 Метод тонкослойной хроматографии

Метод основан на экстракции 2,4-Д из гидролизованной пробы органическим растворителем с последующим определением в виде метилового эфира 2,4-Д с помощью газожидкостной хроматографии или в виде кислоты методом тонкослойной хроматографии. С помощью предлагаемого метода можно определить 2,4-Д, находящуюся в анализируемой пробе как в свободном, так и в связанном состоянии в виде конъюгатов с эндогенными веществами растений. Количественное определение 2,4-Д проводится методом внутреннего стандарта, который добавляется к пробе перед проведением гидролиза. В качестве внутреннего стандарта используется 2,4,5-трихлорфеноксиуксусная кислота (2,4,5-Т).

3.2 Метод обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии

Метод основан на концентрировании 2,4-Д в пробе и последующем определении препарата с помощью обращенно-фазовой ВЭЖХ.

4 Метрологическая характеристика метода

4.1 Метод газожидкостной хроматографии

Нижний предел определения газожидкостной хроматографией составляет: в воде 0,002 мг/дм^3, в почве 0,01 мг/кг, в траве 0,02 мг/кг, в сене 0,1 мг/кг, в зерне 0,02 мг/кг, в

молоке 0,04 мг/кг, в сливочном масле 0,1 мг/кг, в мясе (говядина) 0,08 мг/кг.

4.2 Метод тонкослойной хроматографии

Нижний предел определения методом тонкослойной хроматографии составляет: в виде 2,4-Д - в воде 0,04 мг/дм^3, в молоке 0,4 мг/дм^3, в почве 0,2 мг/кг, в траве 0,06 мг/кг, в сене 0,4 мг/кг, в зерне 0,3 мг/кг, в сливочном масле 0,8 мг/кг, в мясе (говядина) 0,6 мг/кг; в виде метилового эфира 2,4-Д - в воде 0,01 мг/дм^3, в молоке 0,1 мг/дм^3, в почве 0,05 мг/кг, в траве 0,08 мг/кг, в сене 0,1 мг/кг, в зерне 0,08 мг/кг, в сливочном масле 0,2 мг/кг, в мясе (говядина) 0,15 мг/кг. Степень определения методом тонкослойной хроматографии составляет: в воде от 90 % до 95 %, в почве от 70 % до 80%, в траве 60 %, в сене 60 %, в молоке 80 %, в сливочном масле 70 %, в мясе 75 %, в зерне 60 %.

Минимально детектируемое количество метилового эфира 2,4-Д с помощью детектора постоянной скорости рекомбинации 2 нг, линейный динамический диапазон детектирования не менее 70 нг. Минимально открываемое количество 2,4-Д на тонкослойных хроматограммах 1 мкг.

4.3 Метод обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии

Среднее значение определения 2,4-Д в воде методом обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии - 90 %, стандартное отклонение - 8,06 %, относительное стандартное отклонение - 3,61 %, доверительный интервал ± 2,95 %, предел обнаружения в неочищенной и очищенной пробе от 0,7 мг/дм до 0,002 мг/дм^3.

Метод избирателен в присутствии глобальных загрязнителей окружающей среды - производных циклопарафинов (у-ГХЦГ и его изомеры), соединений дифенилметанового ряда (ДДТ и его производные), а также галакона, глифосата и других гербицидов, применяемых на зерновых культурах.

5 Требования к выполнению измерений

5.1 Условия безопасного проведения работ

5.1.1 К практическому выполнению анализов допускаются специалисты, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории (с отметкой в журнале инструктажа) и ознакомившиеся с настоящим стандартом.

5.1.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

5.1.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по Техническому регламенту «Общие требования к пожарной безопасности» и иметь средства пожаротушения в соответствии с Техническим регламентом «Требования к безопасности пожарной техники для защиты объектов».

5.2 Требования к квалификации специалистов

Измерения может проводить специалист, владеющий техникой лабораторных работ и изучивший инструкцию по эксплуатации, используемого оборудования.

5.3 Условия выполнения измерений

- температура окружающего воздуха (20 ± 10) °С;
- атмосферное давление (84 - 106,7) кПа;
- относительная влажность (65 ± 15) %.

5.4 Необходимо соблюдать правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, концентрированными кислотами.

6 Отбор проб

Отбор проб и подготовка их к анализу - в соответствии с нормативной документацией на конкретную продукцию.

7 Аппаратура, материалы и реактивы

7.1 Аппаратура и материалы

- газовый хроматограф, оснащенный детектором захвата электронов (ДЭЗ) или детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР);
- хроматограф микроколоночный жидкостный типа «Милихром»;
- спектрофотометрический детектор, обеспечивающий регистрацию сигнала в диапазоне длин волн поглощения от 190 нм до 600 нм;
- весы аналитические специального класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г, по ГОСТ 24104;
- весы лабораторные высокого класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г, по ГОСТ 24104;
- гомогенизатор (измельчитель тканей);
- облучатель хроматографический УФС-254 или ртутно-кварцевая лампа ПРК-4;
- ротационный испаритель по действующей нормативной документации;
- Микроколонка стандартная металлическая (50 мм х 2 мм) с сорбентом
- «Силасорб С», 5 мкм, «Силуфол», «Chemapol» (ЧССР), «Сорбфил», «Армсорб»;
- водяная баня;
- электроконтактный термометр от 0 °С до 105^{0}С;
- вакуумный водоструйный насос;
- аппарат для встряхивания;
- линейка металлическая по ГОСТ 25706.;
- колбы двугорлые, круглодонные на 500 см^3 и 250 см^3 по ГОСТ 25336;
- делительная воронка на 150; 500 см^3 по ГОСТ 25336;
- колба Бунзена на 500 см^3;
- колбы конические с пришлифованной пробкой 100 см^3 по ГОСТ 25336;
- колбы круглодонные со шлифом 100 см^3 по ГОСТ 25336;
- колбы плоскодонные на 250 см^3 по ГОСТ 25336;
- пипетки мерные на 1 см^3 по ГОСТ 20292;
- пробирки мерные на 10 см^3 по ГОСТ 1770;
- цилиндры мерные на 25; 100 см^3 по ГОСТ 1770;
- воронка Бюхнера диаметром 15 см^3;
- грушевидные колбы на 100 см^3;
- центрифужные пробирки;
- мерные колбы на 5, 10 и 100 см^3;
- холодильник Либиха;
- камера хроматографическая;
- микропипетки;
- универсальная индикаторная бумага;
- фильтры «синяя лента»;
- медицинский шприц на 1 см^3;
- стеклянные пластинки размером 9 см х 12 см;
- сито капроновое 100 меш (0,152 мм);
- пульверизатор стеклянный;
- секундомер с ценой деления секундной шкалы 0,2 с.

7.2 Реактивы

- вода дистиллированная, ГОСТ 6709;
- метанол, х.ч. по ГОСТ 6995;
- азот газообразный по ГОСТ 9293;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х.ч.;
- ацетон по ГОСТ 2603, х.ч., перегнанный;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а., 25 % водный раствор;
- бикарбонат натрия, по ГОСТ 2156, 3%-ный водный раствор;
- гексан х. ч. (перегнанный);
- гептан;
- хлороформ по ГОСТ 20015;
- диметилсульфат, 5 %-ный (в объемных процентах) раствор в абсолютном метиловом спирте;
- диэтиловый эфир (перегнанный);
- кальций сернокислый х. ч., прокаленный при 160 °С в течение 6 ч;
- метиловый спирт абсолютный;
- муравьиная кислота х. ч.;
- натрий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4233, насыщенный водный раствор;
- силикагель КСК;
- соляная кислота х. ч., концентрированная по ГОСТ 3118;
- соляная кислота, 6 моль/дм^3 водный раствор;
- соляная кислота, 2 моль/дм^3 водный раствор;
- соляная кислота, водный раствор (1:1);
- стандартный раствор 2,4-Д в метаноле с содержанием 100 мкг/см^3;
- стандартный раствор 2,4,5-Т в метаноле с содержанием 2,5 мкг/ см^3;
- стандартный раствор метиловых эфиров 2,4-Д (10 мкг/ см^3) и 2,4,5-Т (2,5 мкг/ см^3) в метаноле;
- стандартный раствор метилового эфира 2,4-Д в гексане с концентрацией 100 мкг/см^3;
- стандартный раствор 2,4-Д в воде с концентрацией 10 мкг/см^3;
- натрия сульфат безводный, х.ч. по ГОСТ 4166;
- натрия гидрокарбонат, ч.д.а., ГОСТ 4201;
- фосфорно-вольфрамовая кислота х. ч., 40%-ный водный раствор;
- мочевина по действующей нормативной документации;
- метиламин по действующей нормативной документации;
- метилрот по действующей нормативной документации.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду, реактивы имеющие аналогичные метрологические характеристики или выше.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа или метрологической аттестации, поверке и внесению в реестр в государственной системы обеспечения единства измерений.

8 Проведение испытаний методом газожидкостной хроматографии

8.1 Подготовка к испытанию

8.1.1 Подготовка эфирного раствора диазометана

Подготовка к определению связана с получением диазометана из нитрозометилмочевины. Для этого во взвешенную литровую круглодонную колбу помещают 200 г 24 %-ного водного раствора метиламина (метиламин используется либо в виде водного раствора, либо в виде хлоргидрата) и добавляют при охлаждении 155 см^3

концентрированной соляной кислоты до кислой реакции (индикатор метилрот). Затем приливают такое количество воды, чтобы масса содержимого колбы достигла 500 г, и прибавляют 300 г мочевины. После этого содержимое колбы осторожно кипятят с обратным холодильником 2 ч 45 мин и энергично 15 мин. Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры, растворяют в нем 110 г 95%-ного азотнокислого натрия и охлаждают до 0 °С. В 3-литровом стакане готовят смесь 600 г льда и 100 г концентрированной серной кислоты, охлаждают содержимое стакана смесью льда и соли. В этот стакан при перемешивании приливают содержимое колбы (холодный раствор метилмочевины и нитрата натрия) с такой скоростью, чтобы температура не поднималась выше 0 °С. Получение нитрозометилмочевины проходит по следующим реакциям:

$$CH_3NH_2\ \ HCl + H_2N{-}CO{-}NH_2 \rightarrow CH_3{-}NH{-}CO{-}NH_2 + NH_4Cl,$$
$$CH_3{-}NH{-}CO{-}NH_2 + HNO_2 \rightarrow CH_3{-}N(NO){-}CO{-}NH_2 + H_2O.$$

Нитрозометилмочевина всплывает на поверхность в виде мелких кристаллов, которые немедленно отфильтровывают на воронке Бюхнера и хорошо отсасывают под вакуумом. Затем кристаллы на фильтре размешивают до образования пасты с 50 см^3 холодной дистиллированной воды, отсасывают и сушат в вакуум-эксикаторе. Выход нитрозометилмочевины от 66 % до 72 % (105 ± 115) г от теоретического. Полученную таким образом нитрозометилмочевину можно хранить в холодильнике длительное время. При температуре выше 20 °С ее не следует хранить более 1 ч. При температуре 30 °С нитрозометилмочевина может разложиться с выделением газообразных продуктов.

Получение диазометана из нитрозометилмочевины проходит по следующей реакции:

$$CH_3N(NO){-}CO{-}NH_2 + KOH \rightarrow CH_2N_2 + KCNO + 2H_2O.$$

В круглодонную колбу на 100 см^3 помещают 3 см^3 50 %-ного водного раствора едкого кали и 10 см^3 диэтилового эфира. Смесь охлаждают до 5 °С, после чего при взбалтывании прибавляют 1 г нитрозометилмочевины, колбу присоединяют к холодильнику, нижний конец которого снабжен алонжем с отводом, проходящим через резиновую пробку и погруженным в слон эфира на дне приемника. Приемник охлаждают смесью льда и соли.

Реакционную колбу помещают на водяную баню, нагретую до 50 °С. Эфирный раствор в колбе доводят до кипения. Время от времени содержимое колбы перемешивают. Отгонку прекращают после получения первых капель бесцветного дистиллята.

8.1.2 Экстракция и очистка экстракта из воды

Пробу воды от 250 см^3 до 1000 см^3 помещают в делительную воронку, подкисляют соляной кислотой до pH 3, прибавляют 1 см^3 стандартного раствора 2,4,5-Т с концентрацией 2,5 мкг/см^3 и экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира (100, 50 и 50 см^3). Объединенный эфирный экстракт переносят в делительную воронку и экстрагируют 3 %-ным водным раствором бикарбоната натрия (или 5 %-ным водным раствором гидроортофосфата натрия) (трижды по 50 см^3). Объединенный водный раствор промывают двумя порциями эфира (или гексана) по 50 см^3, отбрасывают этот эфир (гексан), а водный раствор подкисляют соляной кислотой до pH 3 и трижды экстрагируют диэтиловым эфиром по 50 см^3.

Объединенный эфирный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия (5 - 10) г от 15 мин до 30 мин при периодическом встряхивании и удаляют растворитель на ротационном испарителе в грушевидной колбе на 100 см^3, причем последние порции растворителя удаляют током сухого воздуха. Сухой остаток в колбе метилируют,

используя диметилсульфат или диазометан.

8.1.3 Метилирование диметилсульфатом

К сухому остатку в колбе приливают 3 $см^3$ 5 %-ного раствора диметилсульфата в абсолютном метиловом спирте, тщательно ополаскивают стенки колбы, прибавляют 1 г безводного сульфата натрия, присоединяют обратный холодильник и помещают на водяную баню с температурой 55 °С на 10 мин. После окончания реакции метилирования содержимое колбы охлаждают под водопроводной водой, приливают 3 $см^3$ насыщенного раствора хлористого натрия, 1 $см^3$ гексана, энергично встряхивают в течение 2 мин и после расслоения фаз вводят в хроматограф 3 мкл гексанового слоя.

8.1.4 Метилирование диазометаном

К сухому остатку в колбе приливают эфирный раствор диазометана до появления желтоватой окраски (при этом встряхивают содержимое колбы) и оставляют на 10 мин. Затем диэтиловый эфир удаляют током сухого воздуха, а остаток растворяют в от 0,5 $см^3$ до 1,0 $см^3$ гексана и вводят в хроматограф от 1 мкл до 5 мкл раствора.

8.2 Хроматографирование

8.2.1 Условия хроматографирования на примере газового хроматографа:

- стеклянная спиральная колонка (длина 2 м, внутренний диаметр 3 мм), заполненная хроматоном-N (0,16 - 0,20) мм, силанизированным DMCS, с 5 % SE-30.
- скорость газа-носителя (азот особой чистоты) через колонку 50 $см^3$/мин, скорость продувочного газа (азот особой чистоты) через детектор 150 $см^3$/мин.
- температура термостата колонок 170 °С, испарителя 220 °С, термостата детектора 220 °С.
- абсолютное время метилового эфира 2,4-Д в данных условиях удерживания 4 мин.

8.2.2 Хроматографирование одной пробы проводят дважды. Измеряют на хроматограммах высоты пиков или площади метиловых эфиров 2,4-Д и 2,4,5-Т, вычисляют средние значения отношений этих высот (площадей) из параллельных определений и по уравнению градуировочного графика находят содержание 2,4-Д в воде.

Возможна обработка хроматограмм автоматически под управлением ПК с программным обеспечением на используемый хроматограф. С помощью компьютерной системы обработки хроматографической информации проводят количественный обсчет хроматограмм. На основании обработанных данных определяют градуировочную зависимость высот (площадей) пиков градуировочных растворов от концентрации пестицида в этих растворах.

8.2.3 Для построения градуировочного графика к пробам воды приливают 5, 10, 15 и 20 мкг 2,4-Д (в виде раствора в метиловом спирте), 1 $см^3$ стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/$см^3$ и далее поступают по п. 8.2.2.

8.2.4 Измеряют на хроматограммах высоты (площадей) пиков метиловых эфиров 2,4-Д и 2,4,5-Т, вычисляют среднее значение отношений этих высот (площадей) из параллельных определений, строят график зависимости отношения высот (площадей) хроматографических пиков метиловых эфиров 2,4-Д и 2,4,5-Т от содержания 2,4-Д в воде (мг/$дм^3$). Полученный градуировочный график обрабатывают по методу наименьших квадратов и получают уравнение градуировочной прямой в виде формулы:

$$V = A + BX, \qquad (1)$$

где V - отношение высот хроматографических пиков метиловых эфиров 2,4-Д и 2,4,5-Т;

X - содержание 2,4-Д в воде, мг/$дм^3$;

А и В - коэффициенты, которые получают при обработке градуировочного графика по методу наименьших квадратов.

ПРИМЕЧАНИЕ Чтобы повысить надежность идентификации 2,4-Д, для анализа проб целесообразно использовать колонки с неподвижными фазами различной полярности (например, SE-30 и XE-60, SE-30 и OV-17). Условия хроматографирования при использовании фенилметилсиликона OV-17 следующие: стеклянная спиральная колонка (длина 2 м, внутренний диаметр 3 мм), заполненная хроматоном-N (от 0,16 мм до 0,20 мм), силанизированным DMCS, с 5% OV-17. Скорость тока газа-носителя (азот особой чистоты) через колонку 50 см^3/мин, скорость тока продувочного газа (азот особой чистоты) через детектор 150 см^3/мин. Температура испарителя 220 °С, термостата колонок 200 °С, термостата детектора 220 °С. Относительное время удерживания метилового эфира 2,4-Д в этих условиях 0,63. Абсолютное время удерживания 7 мин.

8.3 Экстракция и очистка

8.3.1 Экстракция и очистка экстракта из травы, сена, зерна

Навеску травы 50 г гомогенизируют в 150 см^3 дистиллированной воды, гомогенат количественно переносят в круглодонную колбу на 1 дм^3 и приливают 38 см^3 концентрированной соляной кислоты. Навеску измельченного зерна (50 г) соломы или сена (по 10 г) помещают в круглодонную колбу на 1 дм^3 и приливают 150 см^3 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты. К подготовленным образцам добавляют по 1 см^3 стандартного раствора 2,4,5-Т с концентрацией 2,5 мкг/см^3, перемешивают, к колбе присоединяют обратный холодильник и помещают на кипящую водяную баню на 1 ч.

После охлаждения гидролизат фильтруют через бумажный фильтр на воронке Бюхнера, промывают осадок на фильтре без перемешивания тремя порциями по 30 см^3 2 моль/дм^3 водного раствора соляной кислоты. К фильтрату добавляют 40 %-ный водный раствор фосфорно-вольфрамовой кислоты до 2 %-ной концентрации и фильтруют через бумажный фильтр на воронке Бюхнера. Осадок на фильтре трижды промывают 2 моль/дм^3 водным раствором соляной кислоты порциями по 30 см^3. Объединенный фильтрат переносят в делительную воронку и экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира (общий объем эфира равен объему фильтрата). Эфирный экстракт промывают небольшими количествами от 15 см^3 до 20 см^3 дистиллированной воды до нейтральной реакции промывных вод и затем экстрагируют тремя порциями (по 50 см^3) 5%-ного водного раствора гидроортофосфата натрия (или раствора бикарбоната натрия).

Водные экстракты объединяют, подкисляют концентрированной соляной кислотой до pH 1 и экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира (75 + 50 + 50) см^3. Объединенный эфирный экстракт после промывания небольшими от 15 см^3 до 20 см^3 порциями дистиллированной воды до нейтральной реакции промывных вод сушат над безводным сульфатом натрия от 5 г до 10 г от 15 мин до 30 мин при периодическом встряхивании и растворитель удаляют на ротационном испарителе в грушевидной колбе на 100 см^3, последние порции растворителя удаляют током сухого воздуха.

Сухой остаток растворяют в 0,5 см^3 ацетона, и раствор наносят в виде полосы на стеклянную пластинку (5 см × 20 см) с тонким слоем (0,4 мм) силикагеля КСК и дважды хроматографируют в системе растворителей гексан - диэтиловый эфир - муравьиная кислота (50:50:2). Затем снимают силикагель с пластинки площадью 1 см^2 с Rf 2,4-Д равной 0,5 - 0,6 и количественно переносят в коническую колбу с притертой пробкой на 50 см^3. Смачивают силикагель в колбе 1 см^3 дистиллированной воды, приливают от 4 см^3 до 5 см^3 ацетона, встряхивают от 1 мин до 2 мин и фильтруют через бумажный фильтр. Обработку силикагеля ацетоном проводят еще трижды. Объединенный ацетоновый экстракт сушат над безводным сульфатом натрия, удаляют растворитель на ротационном испарителе, затем проводят метилирование образца и газохроматографическое определение 2,4-Д по 8.2.2.

Для построения калибровочного графика в пробы травы, зерна, сена или соломы вносят 10; 15; 20 и 25 мкг 2,4-Д в виде раствора в метиловом спирте, 1 $см^3$ стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/$см^3$ и далее поступают по 8.2.2, и 8.2.4.

8.3.2 Экстракция и очистка экстракта из сухой почвы

8.3.2.1 Пробу сухой почвы 100 г, растертой и просеянной через сито с отверстиями размером 1 мм, помещают в коническую колбу на 500 $см^3$ с пришлифованной пробкой, приливают от 25 $см^3$ до 35 $см^3$ дистиллированной воды, 5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, 1 $см^3$ стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/$см^3$, тщательно перемешивают, прибавляют 150 $см^3$ ацетона и помещают на аппарат для встряхивания на 1 ч.

8.3.2.2 Затем растворитель отфильтровывают под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр, почву на фильтре трижды промывают ацетоном по 20 $см^3$. После этого ацетон удаляют на ротационном испарителе, остаток из колбы переносят в 100 $см^3$ дистиллированной воды в делительную воронку, экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира (75; 50 и 50 $см^3$) и далее поступают по 8.1.2, 8.2.2.

Для построения градуировочного графика в пробы почвы вносят 10; 15; 20 и 25 мкг 2,4-Д в виде раствора в метиловом спирте, 1 $см^3$ стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/ $см^3$ и далее поступают по 8.2.2, 8.2.4.

8.3.3 Экстракция и очистка экстракта из влажной почвы

Пробу влажной почвы от 100 г до 200 г помещают в коническую колбу на 500 $см^3$ с притертой пробкой, приливают от 5 $см^3$ от 10 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, 1 $см^3$ стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/$см^3$, от 150 $см^3$ до 300 $см^3$ ацетона, тщательно перемешивают, помещают на аппарат для встряхивания на 1 ч и далее поступают по 8.3.2.2; далее по 8.1.2; далее по 8.2.2.

8.3.5 Экстракция и очистка экстракта из молока

В пробу молока от 25 $см^3$ до 50 $см^3$ вносят 1 $см^3$ стандартного раствора 2,4,5-Т с концентрацией 2,5 мкг/$см^3$, прибавляют концентрированную соляную кислоту от 4,4 $см^3$ до 8,8 $см^3$, помещают в круглодонную колбу на 250 $см^3$, присоединяют обратный холодильник и помещают на кипящую водяную баню на 1 ч для гидролиза. После охлаждения в колбу приливают 15 $см^3$ 40 %-ного водного раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты, тщательно встряхивают, затем добавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды и содержимое фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера. Остаток на фильтре промывают 2 моль/$дм^3$ водным раствором соляной кислоты, фильтрат экстрагируют диэтиловым эфиром трижды по 50 $см^3$. Объединенный эфирный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия от 5 г до 10 г от 15 мин до 30 мин при периодическом встряхивании и удаляют растворитель на ротационном испарителе в грушевидной колбе на 100 $см^3$, причем последние порции растворителя удаляют током сухого воздуха. Остаток растворяют в от 0,5 $см^3$ до 1,0 $см^3$ гексана и вводят в хроматограф от 1 мкл до 5 мкл раствора по 8.2.2.

Для построения градуировочного графика в пробе молока 25 $см^3$ до 50 $см^3$ вносят 2, 5, 10 и 20 мкг 2,4-Д (в виде раствора в метиловом спирте), 1 $см^3$ стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/ $см^3$, концентрированную соляную кислоту от 4,4 $см^3$ до 8,8 $см^3$ и далее поступают по 8.2.2; 8.2.4.

8.3.6 Экстракция и очистка экстракта из сливочного масла

Пробу масла 25 г растворяют в 100 $см^3$ гексана, вносят 1 $см^3$ стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/$см^3$, помещают в двугорлую круглодонную колбу на 500 $см^3$, приливают 100 $см^3$ 6 моль/$дм^3$ соляной кислоты, присоединяют обратный холодильник и помещают на кипящую водяную баню на 1 ч, перемешивая содержимое колбы с помощью электромешалки. После охлаждения содержимого колбы, слои разделяют в делительной воронке и водный слой экстрагируют диэтиловым эфиром 2 раза

по 50 см^3. Гексановый слой экстрагируют 100 см^3 6 моль/дм^3 соляной кислоты. Затем водный слой экстрагируют диэтиловым эфиром дважды по 50 см^3 и данный экстракт объединяют с первоначальным эфирным экстрактом. После этого из объединенного эфирного экстракта 2,4-Д извлекают 0,4 моль/дм^3 йодным раствором бикарбоната натрия и далее поступают так, как описано при определении гербицида в молоке.

Для построения градуировочного графика в пробы масла 25 г, растворенные в 100 см^3 гексана, вносят 1 см^3 стандартного раствора 2,4,5-Т с концентрацией 2,5 мкг/ см^3, 10, 15, 20 и 25 мкг 2,4-Д в виде раствора в метиловом спирте. Далее поступают по 8.2.2; 8.2.4.

8.3.7 Экстракция и очистка экстракта из мяса.

Пробу мяса от 25 г до 50 г измельчают с помощью мясорубки, помещают в двугорлую круглодонную колбу на 500 см^3, вносят 1 см^3 стандартного раствора 2,4,5-Т с концентрацией 2,5 мкг/см^3, приливают от 100 см^3 до 200 см^3 6 моль/дм^3 соляной кислоты, присоединяют обратный холодильник и помещают на водяную баню (с температурой 100 °С) на 1 ч, перемешивая содержимое колбы с помощью электромешалки. После охлаждения в колбу приливают 15 см^3 40 %-ного водного раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты, 100 см^3 дистиллированной воды и содержимое колбы фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера. Остаток на фильтре промывают 2 моль/дм^3 водным раствором соляной кислоты, фильтрат экстрагируют диэтиловым эфиром трижды по 50 см^3. Объединенный эфирный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия от 5 г до 10 г от 15 мин до 30 мин при периодическом встряхивании и удаляют растворитель на ротационном испарителе в грушевидной колбе на 100 см^3, причем последние порции растворителя удаляют током сухого воздуха. Остаток растворяют в от 0,5 см^3 до 1,0 см^3 гексана и вводят в хроматограф от 1 мкл до 5 мкл раствора по 8.2.2.

Для построения градуировочного графика в пробы мяса вносят 1 см^3 стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/см^3, 10, 15, 20 и 25 мкг 2,4-Д в виде раствора в метиловом спирте и далее поступают по 8.2.2; 8.2.4.

8.4 Обработка результатов

Содержания 2,4-Д в пробах (X, мг/дм^3 или мг/кг) определяют по формуле:

$$X = \frac{V - A}{B}, \qquad (2)$$

где V - отношение высот (площадей) хроматографических пиков метиловых эфиров 2,4-Д и 2,4,5-Т;

А и В - коэффициенты, которые получают при обработке градуировочных графиков по методу наименьших квадратов.

9 Проведение испытаний методом тонкослойной хроматографии

9.1 Подготовка проявляющего реактива

В мерную колбу на 100 $см^3$ помещают 0,5 г азотнокислого серебра, 5 $см^3$ дистиллированной воды, 7 $см^3$ аммиака (25 %-ный водный раствор) и доводят до метки ацетоном.

9.2 Экстракция и очистка экстрактов

При количественном определении содержания 2,4-Д методом тонкослойной хроматографии подготовку образца и очистку экстракта проводят таким же образом как при анализе гербицида газохроматографическим методом, за исключением того, что 2,4,5-Т в пробы не вносят.

Полученный после очистки объединенный эфирный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия и упаривают растворитель на ротационном испарителе в грушевидной колбе на 100 $см^3$ до небольшого объема (1 - 2) $см^3$.

9.3 Хроматографирование

Упаренный экстракт с помощью капилляра или медицинского шприца на 1 $см^3$ количественно наносят на хроматографическую пластинку (9 см ×12 см) с тонким слоем силикагеля КСК, закрепленного гипсом. Затем на хроматографическую пластинку наносят 2,5 мкг и 10 мкг 2,4-Д в виде раствора ацетона и проводят хроматографирование в системе растворителей эфир (или гексан) - диэтиловый эфир - муравьиная кислота (50:50:2). После окончания процесса хроматографирования пластинку извлекают из хроматографической камеры и сушат на воздухе в вытяжном шкафу. Для обнаружения зоны локализации 2,4-Д пластинку обрабатывают раствором азотнокислого серебра в смеси с дистиллированной водой, аммиаком и ацетоном, сушат и облучают ультрафиолетовым светом в течение от 10 мин до 15 мин.

Если в пробе есть 2,4-Д, то на пластинке появляется серо-черное пятно на белом, фоне с величиной Rf 0,5. Количественное определение 2,4-Д проводят путем визуального сравнения размера и интенсивности окраски пятен стандарта с пятном пробы. Минимально детектируемое количество 2,4-Д на хроматографической пластинке 1 мкг.

Перед проведением серийных анализов необходимо определить открываемость метода, т. е. процент возврата 2,4-Д из контрольных проб, к которым предварительно были добавлены различные количества гербицида.

Для повышения надежности идентификации 2,4-Д, особенно при анализе проб с неизвестными обстоятельствами загрязнения, целесообразно после проведения газохроматографического определения содержания гербицида оставшуюся часть пробы анализировать с помощью тонкослойной хроматографии. Для этого гексановый экстракт наносят на хроматографическую пластинку (9 см ×12 см) с тонким слоем силикагеля КСК, рядом наносят от 2 мкг до 10 мкг метилового раствора 2,4-Д в виде раствора в гексане и хроматографируют в системе растворителей гептан - ацетон (9:3). Далее поступают так, как это описано выше. Величина Rf метилового эфира 2,4-Д 0,46 - 0,47.

Сочетание величины времени удерживания и величины Rf метилового эфира 2,4-Д в сравнении с этими же показателями, полученными для стандартного соединения, позволяет более надежно проводить определение остаточных количеств 2,4-Д в анализируемых образцах.

9.4 Обработка результатов при тонкослойной хроматографии

Для определения содержания 2,4-Д в пробе (X, мг/$дм^3$ или мг/кг) методом тонкослойной хроматографии применяют следующую формулу:

$$X = \frac{A}{P}, \qquad (3)$$

где А - количество 2,4-Д в пробе, найденное сравнением со стандартом, мкг;

Р - объем или масса пробы, $см^3$ или г.

Для определения содержания в пробе натриевой, диметилдиэтил- или триэтаноламинных солей 2,4-Д полученный результат необходимо соответственно умножить на 1,1; 1,46 и 1,67.

10 Проведение испытания обращено-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографией по определению 2,4-Д в воде

10.1 Приготовление элюента

Элюирующая смесь вода - метанол в объемном соотношении 7:3 готовится заранее, перед проведением хроматографического анализа. Цилиндром вместимостью 100 $см^3$ отмеряют 70 $см^3$ дистиллированной воды, которую выливают в плоскодонную колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 100 $см^3$; туда же приливают 30 $см^3$ метанола, колбу закрывают пробкой, содержимое перемешивают при легком взбалтывании и дают смеси отстояться в течение от 30 мин до 40 мин., после чего фильтруют в сосуд для элюента. Элюент отстаивают еще некоторое время (до прекращения образования пузырьков воздуха на стенках сосуда) и приступают к подготовке хроматографической системы прибора к анализу.

10.2 Подготовка хроматографической системы к проведению определения 2,4-Д. Подготовку прибора к хроматографическому анализу начинают с промывки насоса свежеприготовленным элюентом, после чего насос заполняют элюирующей смесью вода - метанол (7:3) и приступают к промывке хроматографической системы и заполнению кюветы сравнения элюентом. Подготовка хроматографа продолжается до установления равномерного нулевого выходного сигнала детектора и снижения шумов до минимума.

10.3 Экстракция препарата из анализируемой пробы

Чистую пробу воды (прозрачная и бесцветная) фильтруют через складчатый фильтр и проводят хроматографический анализ неочищенной пробы, вводя в колонку от 5 мкл до 40 мкл (вводимый объем берется по усмотрению оператора, но не более 40 мкл).

Если проба воды грязная (мутная и окрашена или содержит сопутствующие примеси природных органических соединений, других пестицидов, влияющих на проведение анализа), поступают следующим образом: 100 $см^3$ отфильтрованной пробы помещают в плоскодонную коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, туда же добавляют 4 г гидрокарбоната натрия, взвешенного на технических весах, и, при перемешивании раствора, его растворяют в пробе, после чего содержимое колбы переносят в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$. Для удаления из пробы влияющих на анализ примесей проводится их переэкстракция сначала в хлороформ (2 раза по 25 $см^3$), а затем в н-гексан (2 раза по 25 $см^3$) при взбалтывании содержимого воронки в течение 1 мин. Растворители, содержащие сопутствующие примеси пробы, отбрасывают, а водный раствор сливают в колбу вместимостью 250 $см^3$ и постепенно приливают туда 1 $см^3$ хлористоводородной кислоты, раствор перемешивают при легком взбалтывании. После прекращения выделения углекислого газа раствор переносят в делительную воронку и проводят переэкстракцию 2,4-Д в диэтиловый эфир (2 раза по 20 $см^3$) в течение 1 мин. Водный раствор отбрасывают, а объединенный эфирный экстракт отмывают дистиллированной водой (до нейтрального pH), фильтруют через прокаленный сульфат натрия в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 100 $см^3$, упаривают на ротационном испарителе от 30 °С до 35 °С до небольшого объема, переносят в мерную пробирку и

62

упаривают в токе азота особой чистоты досуха. Сухой остаток пробы растворяют в 0,2 $см^3$ дистиллированной воды и проводят хроматографический анализ.

10.4 Условия хроматографирования:

Подготовку хроматографа к работе осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации.

Количественное определение 2,4-Д проводят при следующих условиях хроматографирования: неподвижная фаза – «Силасорб С», 5 мкм; подвижная фаза - вода с метанолом в объемном соотношении 7:3.

Рекомендуемые условия хроматоргафирования:

- скорость элюирующего потока - 200 мкл/мин.;
- поддиапазон чувствительности измерений - 0,2 А;
- время измерения выходного сигнала - 0,6 с;
- длина волны поглощения светового потока - 280 нм;
- объем удерживания - 235 мкл.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается изменять условия хроматографирования при обеспечении выполнения анализа с метрологическими характеристиками, установленными в настоящем стандарте.

10.5 Хроматографирование

После окончания подготовки прибора к анализу проводится хроматографирование градуировочного раствора 2,4-Д (10 мкг/$см^3$) в объеме от 5 мкл до 40 мкл (5, 10, 15, 20, 30, 40 мкл), а затем пробы воды в объеме, необходимом для обнаружения препарата (но не более 40 мкл), как в несконцентрированной, так и в сконцентрированной (при необходимости) пробе. Если содержание в пробе находится за пределом верхней границы обнаружения, часть ее разбавляют в определенном объеме дистиллированной воды и анализ повторяют при тех же условиях хроматографирования.

10.6 Обработка результатов анализа

Используя программное обеспечение к прибору или компьютерные программы, предназначенные для обработки градуировочных характеристик проводят количественное определение 2,4-Д проводят методом соотношения со стандартами, путем сравнения площадей пиков в анализируемом образце воды и стандартном растворе по формуле:

$$X = \frac{S_1 VC}{S_2 P}, \qquad (4)$$

где S_1 - площадь пика 2,4-Д в пробе, кв. мм;

S_2 - площадь пика стандартного раствора, кв. мм;

С - концентрация стандартного раствора, мкг/$см^3$;

V - объем анализируемой пробы, $см^3$;

Р - конечный объем исходной пробы, $см^3$.

10.7 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно. В качестве средства контроля используют один из градуировочных растворов по 13.3. Градуировочную характеристику считают стабильной, если расхождения между заданным и измеренным значениями массовой концентрации 2,4-Д не превышает допускаемого относительного расхождения 10 %.

В случае превышения допускаемых расхождений выясняют причины и проводят повторную градуировку прибора, используя свежеприготовленные градуировочные растворы.

10.8 Контроль стабильности времени удерживания

Контроль стабильности времени удерживания 2,4-Д проводят по хроматограммам градуировочного раствора по п. 13.5, который анализируют от 2 раз до 3 раз в течение рабочего дня, чередуя с анализом рабочих проб. При этом отклонение значений времени удерживания от первоначального должно быть не более 10 %.

10.9 За результат измерений массовой концентрации 2,4-Д в воде принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений в двух аликвотных пробах воды. Приемлемость результата определения оценивают исходя из условия, что он менее или равен r (значение предела повторяемости).

10.10 При получении результатов измерений в двух лабораториях результат измерений считают удовлетворительным при выполнении условия, что он менее или равен R (значение предела воспроизводимости).

10.11 Метрологическая характеристика

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведённых в Таблице 1 при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 1 - Метрологическая характеристика метода

Диапазон измерений массовой концентрации 2,4-Д, мг/дм^3	Границы интервала, в котором относительная погрешность находится с доверительной вероятностью P = 0,95, %	Относительное значение предела повторяемости r, % при n = 2	Относительное значение предела воспроизводимости R, %, при n = 2
От 0,7 и 0,002 включ	26	28	33

11 Контроль точности измерений

Контроль точности измерений (повторяемость и воспроизводимость) производят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2.

12 Оформление протокола испытаний

Результаты испытаний регистрируются в протоколе испытаний, который оформляют в соответствии требованиями СТ РК ИСО/МЭК 17025.

УДК 502.5+612.39.7/.8:[547.51:543.544]:006.35 13.060.01 13.080 65.120 67.040

Ключевые слова: пестициды, тонкослойная хроматография, обращено-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография, газожидкостная хроматография, хроматографические колонки.

65

Для заметок

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

157

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СУ, ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ, ЖЕМ-ШӨП ЖӘНЕ ТЕМЕКІ ӨНІМДЕРІ
Хлорорганикалық пестицидтерді хроматографиялық әдістермен анықтау

ВОДА, ПРОДУКТЫ ПИТАНИЯ, КОРМА И ТАБАЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ
Определение хлорорганических пестицидов хроматографическими методами

ҚР СТ 2011-2010

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

68

158

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СУ, ТАҒАМ ӨНІМДЕРІ, ЖЕМ-ШӨП ЖӘНЕ ТЕМЕКІ ӨНІМДЕРІ

Хлорорганикалық пестицидтерді хроматографиялық әдістермен анықтау

ҚР СТ 2011-2010

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

69

Алғысөз

1 Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстанның стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны және экологиялық қауіпсіздік саласындағы №71 «Қоршаған орта нысандары. Өнеркәсіптік қалдықтар» стандарттау жөніндегі ТК **ӘЗІРЛЕНДІ ЖӘНЕ ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті төрағасының 2010 жылғы 8 қарашасындағы №500-од бұйрығымен **БЕКІТІЛДІ ЖӘНЕ ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗДІ**

3 Осы стандартта Қазақстан Республикасының 2004 жылғы 9 қарашасындағы №603-II «Техникалық реттеу туралы» Заңының ережелері іске асырылды және 1991 жылғы 29.07. №6129-91 «Адсорбциялық жоғары тиімді сұйықтық хроматография әдісімен қоршаған орта нысандарын және тағам өнімдерінде, биоматериалдағы олардың метаболиттерін және хлорорганикалық пестицидтерді топтық сәйкестіндіру жөніндегі әдістемелік нұсқаулар» талаптары ескерілді, Клисенко, 1 том, ЛИВ Антонов 1989ж., ГОСТ Р 52698-2006.

4 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

5 БІРІНШІ ҚАЙТА ҚАРАУ МЕРЗІМІ 2014 жыл
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

Осы стандартқа енгізілген өзгертулер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» сілтемесінде, ал өзгертулер мәтіні - «Мемлекеттік стандарттар» ай сайынғы ақпараттық сілтемелерінде жарияланады. Осы стандартты қайта қараған (жойған) немесе ауыстырған жағдайда тиісті ақпарат «Мемлекеттік стандарттар» ақпараттық сілтемесінде жарияланады

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитеті рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

70

Мазмұны

1 Қолдану саласы 1

2 Нормативтік сілтемелер 1

3 Өлшеулерді орындауға арналған талаптар 3

4 Жұқа қабатты хроматография әдісі 3

5 Адсорбциялық жоғары тиімділікті сұйықтық хроматографиясының әдісі 13

6 Газ сұйықтықты хроматография әдісімен құрама жемде және құрама жем шикізаттарында ХОП анықтау 16

7 Өлшеулер нәтижелерінің сапасын бақылау 25

А қосымшасы (міндетті) 26

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

СУ, АЗЫҚ - ТҮЛІК ӨНІМДЕРІ, ЖЕМ ЖӘНЕ ТЕМЕКІ ӨНІМДЕРІ

Хлорорганикалық пестицидтерді хроматографиялық әдістермен анықтау

Енгізілген күні 2012-01-01

1 Қолдану саласы

Осы стандарт хлорорганикалық пестицидтерді (ары қарай ХОП) анықтау әдістерін белгілейді: ДДТ - 4,4'-дихлордифенилтрихлорэтан және оның метаболиттер: ДДД - 4,4'-дихлордифенилдихлорэтан және ДДЭ - 4,4'-дихлордифенилдихлорэтилен; ГХЦГ және оның изомерлері: линдан- гамма-изомер гексахлорциклогексан, альфа - гексахлорциклогексан изомерлері, гексахлорциклогексан бета-изомерлері, гексахлорбензол, гептахлор, кельтан және жұка қабатты альдрин, жоғары тиімді сұйықтықты және газды сұйықтықты хроматография.

Осы стандарт суға, азық - түлік өнімдеріне, жемшөпте және темекі өнімдеріне қолданылады.

«Жемшөптердің және жемшөпті қоспалардың қауіпсіздігіне талаптар» техникалық регламентіне, «Халыққа арналған ауыз су қауіпсіздігіне талаптар» техникалық регламентіне, «Ет және ет өнімдерінің қауіпсіздігіне талаптар» техникалық регламентіне, «Сүт және сүт өнімдерінің қауіпсіздігіне талаптар», «Тағам өнімдеріне санитарлық-эпидемиологиялық талаптар» техникалық регламенттеріне белгіленген бақыланатын көрсеткішке техникалық талаптар.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтемелік нормативтік құжаттар қажет:

Қазақстан Республикасы Үкіметінің қаулысымен бекітілген 2009 жылғы 16.01. №14 «Өрт қауіпсіздігіне жалпы талаптар» техникалық регламенті.

Қазақстан Республикасы Үкіметінің қаулысымен бекітілген 2009 жылғы 16.01. №16 «Нысандарды қорғауға арналған өрт техникасының қауіпсіздігіне талаптар» техникалық регламенті.

Қазақстан Республикасы Үкіметінің қаулысымен бекітілген 2008 жылғы 11.03. №230 «Сүт және сүт өнімдерінің қауіпсіздігіне талаптар» техникалық регламенті.

Қазақстан Республикасы Үкіметінің қаулысымен бекітілген 2008 жылғы 18 наурыздағы №263 «Жемшөптердің және жемшөпті қоспалардың қауіпсіздігіне талаптар» техникалық регламенті.

Қазақстан Республикасы Үкіметінің қаулысымен бекітілген 2008 жылғы 8.04. №336 «Ет және ет өнімдерінің қауіпсіздігіне талаптар» техникалық регламенті.

Қазақстан Республикасы Үкіметінің қаулысымен бекітілген 2008 жылғы 13.05.№456 «Халыққа арналған ауыз судың қауіпсіздігіне талаптар» техникалық регламенті.

ҚР СТ 1.9-2007 Қазақстан Республикасында стандарттау жөніндегі халықаралық, өңірлік және ұлттық стандарттарды және нормативтік құжаттарды қолдану тәртібі

Ресми басылым

72

ҚР СТ 2.21-2007 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшеу бірліктерінің жүйесі. Өлшеу құралдарының типін бекіту және сынау жүргізу тәртібі.

ҚР СТ 2.30-2007 ҚР МӨЖ. Өлшеу құралдарын метрологиялық аттестациясын жүргізу тәртібі.

ҚР СТ 2.4-2007 ҚР МӨЖ. Өлшеу құралдарын түгендеу. Ұйымдастыру және өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.75-2009 Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшеу бірліктерін қамтамасыз ету жүйесі. Сынақ жабдығын аттестациялау тәртібі.

ГОСТ 12.1.019-79 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Электр қауіпсіздігі. Жалпы талаптар және қорғау түрлерінің номенклатурасы.

ГОСТ 1277-75 Реактивтер. Азотты қышқылды күміс. Техникалық шарттар.

ГОСТ 1770-74 Зертханалық шыны өлшеуіш ыдыс. Цилиндрлер, мензуркалар, колбалар, түтіктер. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 2603-79 Ацетон. Техникалық шарттар.

ГОСТ 3760-79.Реактивтер. Сулы аммиак. Техникалық шарттар.

ГОСТ 3956-76 Техникалық силикагель. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4204-77 Реактивтер. Күкірт қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4166-76 Реактивтер. Күкірт қышқылды натрий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4201-79 Реактивтер. Көмірқышқылды қышқыл натрий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4220-75 Реактивтер. Екі хромды қышқылды калий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4233-77 Реактивтер. Хлорлы натрий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 5962-67 Ректификатталған этил спирті. Техникалық шарттар.

ГОСТ 6709-72 Тазартылған су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 9147-80 Зертханалық фарфор ыдыс және жабдық. Техникалық шарттар.

ГОСТ 9293-74 Газ тәрізді және сұйық азот. Техникалық шарттар.

ГОСТ 10929-76 Реактивтер. Пероксид сутегі. Техникалық шарттар.

ГОСТ 12026-76 Зертханалық сүзгілеу қағазы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 20015-88 Хлороформалар. Техникалық шарттар.

ГОСТ 21400-75 Химиялық зертханалық шынылар. Техникалық шарттар. Сынау әдістері.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар

ГОСТ 25336-82 Зертханалық шыны ыдыс және жабдық. Типтер, негізгі параметрлер және өлшемдер

ГОСТ 25706-83 Лупалар. Типтер, негізгі параметрлер. Жалпы техникалық талаптар

ГОСТ 29227-91 Зертханалық шыны ыдыс. Мөлшерлегіш тамызғыштар. 1-бөлім. Жалпы талаптар.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003. Әдістердің және өлшеу нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстылығы және дәл нәзіктігі). 1-бөлім. Негізгі ережелер және анықтамалар.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003. Әдістердің және өлшеу нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстылығы және дәл нәзіктігі). 2-бөлім. Стандартты өлшеу әдісінің қайталанушылығын және жаңғыртушылығын анықтаудың негізгі әдісі.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003* Әдістердің және өлшеу нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстылығы және дәл нәзіктігі). 6-бөлім. Тәжірибеде дәлдік мәндерін қолдану.

ГОСТ Р 51419-99* Жемшөптер, құрама шөптер, құрама шөп шикізаттары. Сыналатын сынамаларды дайындау.

---

* ҚР СТ 1.9 сәйкес қолданылады.

«Тағам өнімдеріне санитарлық-эпидемиологиялық талаптары» ҚР ДМ 2010 жылғы 06.08 №611 бұйрығы.

ЕСКЕРТПЕ: Осы стандартты пайдаланған кезде ағымдағы жылғы жай-күйі бойынша жыл сайын шығатын «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар сілтемесі» атты ақпараттық сілтемелер және ағымдағы жылы жарияланған ай сайын шығатын ақпараттық сілтемелер бойынша сілтемелік стандарттар қолданысын тексерген дұрыс. Егер сілтемелік құжат ауыстырылған (өзгертілген) болса, онда осы стандартты пайдаланған кезде ауыстырылған (өзгертілген) құжатты басшылыққа алу қажет. Егер сілтемелік құжат ауыстырылмай жойылса, онда оған сілтеме берілген ережелер осы сілтемеге қатыссыз бөлімде қолданылады.

3 Өлшеулерді орындауға арналған талаптар

3.1 Жұмыстарды қауіпсіз жүргізу шарттары

3.1.1 Талдауларды практикалық орындауға осы стандартпен танысқан және зертханада жұмыс кезінде қауіпсіздік техникасы бойынша нұсқаулықтан өткен (нұсқаулық журналында белгілеумен) мамандар жіберіледі.

3.1.2 Электр қондырғылармен жұмыс кезінде ГОСТ 12.1.019 бойынша электр қауіпсіздігі.

3.1.3 Зертхана үй-жайы «Өрт қауіпсіздігіне жалпы талаптар» техникалық регламенті бойынша өрт қауіпсіздігі талаптарына сәйкес келуі тиіс және «Нысандарды қорғауға арналған өрт техникасының қауіпсіздігіне талаптар» техникалық регламентіне сәйкес өрт сөндіру құралдары болуы тиіс.

3.2 Мамандардың біліктілігіне талаптар

Өлшеуді қолданылатын жабдықты пайдалану жөніндегі нұсқаулықты оқып-білген және зертханалық жұмыстардың техникасын білетін маман жүргізе алады.

3.3 Өлшеулерді орындау шарттары

- қоршаған ауа температурасы (20 ± 10) °С;
- 84 кПа-дан 106,7 кПа дейін атмосфералық қысым;
- салыстырмалы ылғалдық (65 ± 15) %.

3.4 Органикалық еріткіштермен, улы заттармен, құнарланған қышқылдармен жұмыс кезінде қауіпсіздік ережелерін сақтау қажет.

4 Жұқа қабатты хроматография әдісі

4.1 Әдістің маңыздылығы

Әдіс сығындыларды тазартудан және зерттелетін үлгілерден оларды сығындалудан кейін әр түрлі қозғалмалы еріткіштер жүйелерінің жұқа қабындағы хлорлы пестицидтердің хроматографиясына негізделген.

4.2 Әдістің метрологиялық сипаттамасы 1-кестеде көрсетілген.

1-кесте – Метрологиялық сипаттама

Талданатын сынама	Табу шектігі, мг/дм^3 немесе мг/кг	Қосарлас анықтамалардың саны, n	Стандартты ауытқу, S %	Салыстырмалы ауытқу,Sr %	n=5 және a=0,95 кезіндегі сенімді интервал,%
Су	0,005	7	10	10,7	93,0 ± 7,7
Шарап	0,005	7	12	13,3	90,0 ± 9,0
Көкөністер	0,050	7	12	14,4	83,0 ± 9,0
Жемістер	0,050	6	9	11,1	81,0 ± 7,4
Астық	0,050	7	10	13,3	75,0 ± 7,5
Шөп	0,025	10	12	16,2	74,0 ± 7,6
Сүт	0,040	13	16	18,6	86,0 ± 8,9
Сары май	0,050	8	17	20,0	83,0 ± 12,0
Балық	0,050	10	12	14,1	83,0 ± 7,6
Ет	0,050	10	15	17,2	87,0 ± 9,5
Мал майы	0,040	6	12	14,6	82,0 ± 9,9
Қант	0,020	6	5	5,1	97,0 ± 4,13

0,005 мг/кг-нан 2,0 мг/кг дейін немесе мг/дм^3 анықталған шоғырланулар диапазоны.

4.3 Аппаратура, материалдар және реактивтер

4.3.1 Аппаратура және материалдар

- ГОСТ 24104 бойынша а± 0,0001 г шақтамалы абсолютті қателігінің аса шектігі бар дәлдіктегі арнайы аналитикалық таразылар;
- ГОСТ 24104 бойынша а± 0,01 г шақтамалы абсолютті қателігінің аса шектігі бар дәлдіктегі арнайы аналитикалық таразылар;
- қолданыстағы нормативті құжаттамалар бойынша ротациялық буландырғыш;
- қолданыстағы құжаттама бойынша сілкуге арналған аппарат;
- УФС-254 хроматографиялық сәулелендіргіш немесе ПРК-4 сынапты-кварцтық лампа;
- ГОСТ 25336 бойынша К-1-250-29/32 айдау колбалары;
- ГОСТ 25336 бойынша Гр-25-14/23 колбалары;
- ГОСТ 1770 бойынша 2-50-2; 2-100-2; 2-500-2 өлшеуіш колбалар;
- ГОСТ 25336 бойынша В-56-80 ХС құйғыш;
- ГОСТ 25336 бойынша Кн-1-250-29/32 конустық колба;
- ГОСТ 1770 бойынша 1-50, 1-100 өлшеуіш цилиндрлер;
- ГОСТ 25336 бойынша 10 см^3 сыйымдылықты тығыз жабылған тығындары бар түтіктер;
- 500, 1000 см^3№ сыйымдылықты тығыз жабылған қақпағымен шыны банкалар;
- ГОСТ 25336 бойынша ВД-100-29/32, ВД-250-29/32 бөлгіш құйғыштар
- ГОСТ 25336 бойынша В-1-50 стакан;
- ГОСТ 29227 бойынша 1-2-2-5, 1-2-2-10 тамызғыштары;
- ГОСТ 21400 бойынша химиялық-зертханалық шыныдан жасалынған таяқша;
- ГОСТ 12026 бойынша зертханалық сүзгілеу қағазы немесе қағаз сүзгілері;
- қолданыстағы нормативтік құжаттамалар бойынша хроматографиялық тілімдер;
- хроматографиялауға арналған камера: тегістелген қақпақпен жабылатын, жазық түпті ыдыс және ГОСТ 25336 бойынша эксикатор камера;
- шыны пульверизатор;

75

- құрамында майы бар өнімдерден алынған сығындыларды тазартуға арналған шыны хроматографиялық бағана: тар бөлігі - ұзындығы (50 ± 2) см, диаметр (1,7 ± 0,3) см, кең бөлігі - ұзындығы (1,5 ± 2) см, диаметр (2,5 ± 0,2) см.

4.3.2 Реактивтер

- ГОСТ 4204 бойынша күкірт қышқылы, х.т., 1,84 г/см^{3}тығыздығымен;
- дефлегматормен айдалған және кристалды күйдіргіш калиймен кептірілген, тазартылған сумен жуылған, құнарланған күкірт қышқылымен тазартылған, т., гексан;
-ГОСТ 2603 бойынша ацетон, х.т., айдалған;
- ГОСТ 3760 бойынша сулы аммиак, т.ү.т.;
- ГОСТ 5962 бойынша техникалық ректификатталған этил спирті;
- ГОСТ 20015 бойынша айдалған хлороформалар, х.т.,
- қолданыстағы нормативті құжаттамалар бойынша диэтилді эфир;
- ГОСТ 10929 бойынша пероксид сутегі, 30 %-дық ерітінді;
- ГОСТ 4166 бойынша сусыз натрий сульфаты, т.;
- ГОСТ 4201 бойынша көмірқышқылды қышқыл натрий, т.ү.т.;
- қолданыстағы нормативті құжаттамалар бойынша қымыздықты қышқылды калий;
- ГОСТ 4233 бойынша хлорлы натрий, х.т.;
- қолданыстағы нормативті құжаттамалар бойынша төрт хлорлы көміртек;
- ГОСТ 1277 бойынша азотты қышқылды күміс, х.т.;
- ГОСТ 3956 бойынша 0,30 мм елеуіш арқылы еленген және ұсақталған АСК таңбалы силикагель;
- ГОСТ 6709 бойынша тазартылған су;
- кез келген таңбадағы белсендірілген көмір;
- pH анықтауға арналған әмбебап индикаторлы қағаз;
- хлорорганикалық пестицидтер құрамындағы стандартты мемлекеттік үлгілер (МСҮ): ДДТ, ДДД, ДДЭ, ГХЦГ кем дегенде 90 % негізгі заты бар кепілдендірілген жиілік заттары;
- хлорорганикалық пестицидтер ерітінділер құрамының аттестацияланған қоспалары: ДДТ, ДДД, ДДЭ, ГХЦГ.

1-ЕСКЕРТПЕ Ұқсас метрологиялық сипаттамалары бар немесе жоғары реактивтер, өлшеуіш ыдыстар, аппаратураны қолдану жіберіледі.

2-ЕСКЕРТПЕ ҚР СТ 2.21 сәйкес типтерді бекіту немесе ҚР СТ 2.30 сәйкес метрологиялық аттестациялау, ҚР СТ 2.4 сәйкес өлшеу құралдарын түгендеу мақсатында сынауға жататын қолданылатын өлшеу құралдары және Қазақстан Республикасының мемлекеттік өлшеу бірліктерін қамтамасыз ету реестріне енгізуге сынақ жабдығы ҚР СТ 2.75 сәйкес аттестациялауға жатады.

4.4 Сынақтарға дайындық

4.4.1 АСК таңбалы силикагельді тазарту

Стаканға силикагельді салады, гексанмен құяды, араластырады, гександы төгіп тастайды. Жууды үш рет қайталайды. Жуылған силикагельді 2 сағат ішінде 180 °С температура кезінде теседі. Тығыз жабылған шыны банкада сақтайды.

4.4.2 Мақтаны тазарту

Конустық колбаға мақтаны қояды, гексанмен құяды, 15 минут ұстайды. Операцияны екі рет қайталайды. Тазартылған мақтаны тарту күші астында ауада кептіреді. Жабық шыны баркада сақтайды.

4.4.3 Майлардан тазартуға арналған хроматографиялық бағаналарды дайындау

Бағананың төменгі бөлігіне тазартылған мақтаның кішкентай кесегін орналастырады, (26,0 ± 0,5) см биіктікте АСК силикагелін салады, бағана бойына ағаш таяқпен ұрғылай отырып тығыздайды. Содан кейін 4:1 (масса бойынша) қатынасында

күкірт қышқылымен сіңірілген силикагельді 3 см орналастырады, ары қарай (1,0 ± 0,5) см қабатпен сусыз натрий сульфатын себеді. Бағана арқылы 30 см^3 гександы өткізеді және резеңке грушамен сығады. Бағаналардың тиімділігін берілген шоғырланумен хлорорганикалық пестицидтер 5 см^3 қоспасын енгізе отырып, тексереді (0,1 мг -ден 0,2 мкг дейінгі шектікте). Ерітіндіні бағанаға сіңіру мүмкіндігін береді, содан кейін секундына бір тамшысын жылдамдығымен 50 см^3 гексан пестицидтерді аластайды.

4.4.4 Шроттардың (липидтармен байытылмаған), күнжаралардың және қауыздардың сынамаларынан сығындыларды тазартуға арналған хроматографиялық бағана.

Хроматографиялық бағананы шыны мақтамен 1 см биіктікте толтырады, содан кейін бағанаға 2,5 см қабатта електелген алюминий (А) тотығын немесе 3,5 см қабатта кремний тотығын енгізеді, әрі қарай қабаттың биіктігі (Б) 2,5 см, күкірт қышқылымен сіңірілген алюминий (кремний) тотығының түйірлерін таптап тегістемей-ақ себеді. Әр қабат жүйелі түрде гексанмен (барлығы 30 см^3) жуады. Липидтармен байытылған күнжараларды және шроттарды талдау үшін алюминий тотығының қабаттарын тиісінше 5 см-ге (А) және 3 см-ге (Б) дейін көбейткен жөн, ал кремний тотығының қолданған кезде 6 см-ге (А) және 3 см-ге (Б) дейін көбейткен жөн.

4.4.5 Айқындалған реактивтерді дайындау

1-еріткіш. 0,5 г азотты қышқылды күмісті 5 см^3 тазартылған сумен ерітеді, 7 см^3 аммиакты қосады және көлемді ацетонмен 100 см^3 дейін жеткізеді. Еріткішті тоңазытқышта 3 күн ішінде сақтайды.

2-еріткіш. 0,25 г азотты қышқыл күмісті 100 см^3 сыйымдылықтағы өлшеуіш колбада орналастырады, 2,5 см^3 тазартылған суды, 5 см^3 2-феноксиэтанолды құяды, ацетонмен белгіге дейін жеткізеді және 30 %-дық сутегі пероксиді еріткішінің 3 тамшысын қосады.

4.4.6 Хроматографиялық камераны дайындау

Хроматографиялық камераға хроматографиялау басталғанға дейін 30 минут бұрын оны бумен қанықтыру үшін қозғалтқыш еріткіштердің қоспаларын құяды. Камерадағы қозғалтқыш еріткіштің көлемі түп деңгейінен 0,5 см артық емес биіктікте болуы тиіс.

4.4.7 100 мкг/см^3 массалық шоғырлануы бар пестицидтердің негізгі еріткіштерді дайындау

Кез келген пестицидтің негізгі еріткішін дайындау үшін нұсқауға және паспортқа сәйкес мемлекеттік стандартты үлгіні қолданады.

Негізгі еріткіштерді тығыз жабылған тығыны бар колбаларда 6 ай ішінде тоңазытқышта сақтайды.

4.4.8 «Силуфол» тілімдерін хроматографтау үшін дайындау

- хроматографияға арналған «Силуфол UV-254» тілімдер қолданар алдында о-толидинмен үлдірлейді. Бұл үшін әр тілімді хроматографиялауға арналған камераға құйылған 0,1 пайыздық ацетонды о-толидин еріткішіне батырады. Тілім жоғарғы шетіне дейін еріткіш шебі көтерілгеннен кейін тура күн сәулесінен қаша отырып, оны алады және ауада кептіреді, тілім қолдануға дайын. О-толидинмен үлдірленген тілімдер эксикаторда сақтайды.

- тілімдерді қолданар алдында жуады. Бұл үшін хроматографиялық камераға 5 мм-ден 7 мм-ге дейінгі биіктікте ацетон-аммиак (1:1) еріткіштер жүйесін құяды және тілімдерді тік күйінде орналастырады. Тілімнің жоғарғысына дейін 10 мм жетпей қозғалтқыш еріткіш шебінің сызығы көтерілгеннен кейін оны алады, ауада кептіреді, содан кейін 15 минуттан 30 минутқа дейін 110 °С температурасында кептіргіш шкафта белсендіреді. Қолданар алдында тілімдердің тік жағынан еріткіш шебін теңестіруге қабілетті 3 мм қабатты алып тастайды.

4.5 Сынамаларды іріктеу

Нақты өнімге арналған нормативтік құжаттамаға сәйкес сынамаларды іріктеу және оларды сынаққа дайындау.

4.6 Сынақтарды жүргізу

4.6.1 Шайғындау

4.6.1.1 Судан және шараптан алынған сығындыны тазарту және шайғындау

200 см^3 сынаманы бөлгіш құйғышқа жайғастырады және гексанмен немесе 30 см^3 бойынша үш үлесті эфирмен немесе 50 см^3 үш үлесті диэтилді эфирмен 3 минут ішінде сілки отырып, пестицидтерді шайғындайды. Біріккен сығындыларға 10 сусыз күкірт қышқылды натрийді себеді немесе 2/3 күкірт қышқылды натриймен толтырылған құйғыш арқылы сүзеді. Сығындыларды еріткіштерді айдауға арналған құралға ауыстырады және еріткіштерді 0,2 см^3 -ден 0,3 см^3 дейін айдайды. Қажет жағдайда сығындыны күкірт қышқылымен тазартады.

4.6.1.2 Көкөністен және жемістен алынған сығындыны тазарту және сығындалу

20 г уатылған сынаманы тығыз жабылатын тығыны бар колбаға салады және 30 см^3 бойынша үлестері бар эфирмен немесе гексанмен сілкуге арналған аппаратта 15 минут ішінде үш рет пестицидтерді шайғындау жүргізіледі. Біріккен сығындыларды күкірт қышқылды натриймен кептіреді, еріткіштерді айдауға арналған құралға ауыстырады, 0,2 см^3 -ден 0,3 см^3 дейін еріткіштерді айдайды және тілімге жағады.

4.6.1.3 Дәннен және саңырауқұлақтан алынған сығындыны тазарту және шайғындау

Уатылған сынамалардан 20 г дәнді, 50 шикі немесе 10 г құрғақ саңырауқұлақтарды іріктейді және тығыз жабылатын тығыны бар колбаға орналастырады. Пестицидтерді шайғындауды 30 см^3 үлесі бар эфирмен немесе гексанмен сілкуге арналған құралда үш рет жүргізеді. Біріккен сығындыларды бөлгіш құйғышқа ауыстырады, күкірт қышқылындағы сусыз күкірт қышқылды натрийдің 10 см^3 қаныққан ерітіндісін қосады және бірнеше рет ақырын сілкиді. Органикалық қабатты алып тастайды және қышқыл түссіз болғанға дейін өңдеуді қайталайды. Сығындыны тазартылған сумен жуады, сусыз күкірт қышқылды натриймен кептіреді және еріткішпен айдайды.

4.6.1.4 Алмалардан, қырыққабаттан, шөптен, пішеннен алынған сығындыны тазарту және шайғындау

20 г ұсақталған алма, 20 г қырыққабат, 40 г шөп және 20 г пішен сынамаларын тығыз жабылатын тығыны бар колбаларда 100 см^3 ацетонды үстемелеп құяды. 3 минут сілкиді, 20 см^3 тазартылған суды қосады және мұзда 30 минут салқындатады. Сығындыны құйып алады және салқын түрде сүзеді, шайғындауды қайталайды. Біріккен сулы-ацетонды сығындылардан ацетонды айдайды, ал сулы қалдықтан 10 минут ішінде 10 см^3 үш үлесті гексанмен препараттарды шайғындайды. Гександы сығындыларды сусыз күкірт қышқылды натриймен қаныққан күкірт қышқылымен тазартады. Сусыз күкірт қышқылды натриймен кептіреді. Еріткішті шамалы көлемге дейін айдайды және тілімге қояды.

Егер тазарту толық емес болса (еріткішті булағаннан кейін колбада ақ өңез қалады), сығындыны құрғағанша булайды, қалдықты 0,2 см^3 үлесімен 3 рет салқын ацетонмен жуады және тілімге қояды.

4.6.1.5 Құрама шөптен алынған сығындыны тазарту және шайғындау

Зерттеу үшін 40 г өлшендісін алады, оны колбада 60 см^3 тазартылған сумен ылғалдандырады. Ылғалдандырылған өлшендіні колбада жабық тығынмен түнге қалдырады. Пестицидтерді шайғындау 2 сағат ішінде сілку кезінде гексанның және ацетонның (1:1) қоспасының 50 см^3 -ден 100 см^3 дейін екі рет жүргізеді. Сығындыларды бөлгіш құйғышта 500 см^3 біріктіреді, 50 см^3 тазартылған суды екі рет қосады және қабаттарды бөлгеннен кейін төменгі су қабатты басқа бөлгіш құйғышқа құяды және 40 см^3 гексан пестицидтерін шайғындайды. Су қабатын құйып алады. Гександы сығындыларды біріктіреді, 2/3 сусыз күкірт қышқылды натриймен толтырылған қағаз сүзгісі бар құйғыш арқылы сүзеді. Сығындыларды 20 см^3 -ден 30 см^3 дейінгі көлемге дейін немес құрғағанша, содан кейін құрғақ қалдықты 20 см^3 -ден 30 см^3 дейін гексан немесе эфирде еріте отырып

ротациялық буландырғышта булайды Сығындыны бөлгіш құйғышқа ауыстырады және жоғарыда сипатталғандай күкірт қышқылымен тазарту жүргізіледі

4.6.1.6 Шроттан, қауыздан, күнжарадан алынған сығындыны тазалау және шайғындау

Липидтармен байытылған шрот өлшендісін (15 г), липидтармен байытылмаған шрот өлшендісін және қауіз өлшендісін (20 г) тең бөлікке бөледі және тығыз жабылатын тығынымен 100 см^3 -ден 250 см^3 дейінгі сыйымдылықтағы колбаға қояды, гексанмен құяды (шроттың салмақтық бір бөлігіне гексанның үш көлемі), 30 мин сілкуге арналған құралда сілкиді. Сығындыны құйғышқа шөгіндіні жібермей, Бюхнер құйғышы арқылы сүзеді. Колбаға гексанның көрсетілген мөлшерін қайтадан құяды, 30 минут сілкиді, сүзеді, 30 см^3 гексанның көмегімен (10 см^3 үш рет) Бюхнер құйғышына шөгіндінің мөлшерлеп ауыстырады. Алынған сығындыны ротациялық буландырғышта 30 см^3 дейін немесе 40 °С жоғары емес температура кезінде ауа тогында булайды, қалдықты екі тең бөлікке бөледі және тоңазытқыштың мұздатқыш камерасына 1 сағатқа (кем дегенде) қояды. Әр бөлікті күкірт қышқылымен сіңірілген алюминий немесе кремний тотықтары бар жеке бағаналар арқылы өткізеді, гександы этил эфирінің салқындатылған қоспасы (15:85) 50 см^3 бағанаы және колбаны 2 см^3/мин жылдамдықта жуады. Осы операцияны келесі күнге қалдырмай үзіліссіз жүргізу қажет.

Тазартылған сығындыларды біріктіреді және 1 см^3 көлемге дейін булайды. Колбадағы қалдықты резенке грушаның көмегімен 1 см^3 түтікке шағын тамызғышпен мөлшерлі ауыстырады, колбаны және шағын тамызғышты гексанның шамалы мөлшерімен (барлығы 0,3 см^3 -ден 0,5 см^3 дейін), оны сол түтікке құя отырып, 2 немесе 3 рет жуады. Содан кейін әбден құрғаганша 50 °С температура кезінде су моншасында түтіктегі гександы булайды (соңғы көлем 3 тамшы). Егер шайғындаудың және жуатын сұйықтықтың жалпы көлемі 1 см^3 асса, онда алдымен оған жуатын сұйықтықты ақырындап қоса отырып, сығындыны булайды. Буланған сығындыда ақ май тәрізді шөгінді болған кезде түтікке 5 тамшы гександы қосады және оны 15 минуттан 20 минутқа дейін тоңазытқыштың мұздатқыш камерасына қояды, содан кейін гексанның осындай мөлшерімен екі рет қалқытады және қайтадан 3 тамшы соңғы көлемге дейін булайды.

Зерттелетін үлгілермен қосарлас екі модельді сығындыны дайындайды. Әр сығындыны құрамында пестициді жоқ (зерттелетін үлгідегі құрғақ заттың және пестицидтің қатынасы) 1 г шроттан алады. Сығындылардың бірінен тазарту алдында бағанаға шағын шприцпен (шағын тамызғышпен) 3 мкг мөлшерде, 0,75 басқасында анықталған пестицидтерді енгізеді. Буланған зерттелген және модельді сығындылар шағын шприцтің немесе шағын тамызғыштардың көмегімен гексанның шамалы көлемімен түтікті үш рет жуа отырып, тілімге мөлшерлі қояды.

4.6.1.7 Балықтан, еттен және ет өнімдерінен алынған сығындыны тазалау және шайғындау

Етті және ет өнімдерін ет тартқыштан өткізеді. Балықты кабығынан тазартады, ішкі органдарын және оларды еттартқыштан өткізеді 20 сынаманы сусыз күкірт қышқылды натриймен араластырады және тығыз жабылатын тығыны бар колбаға орналастырады. Сілку кезінде 1,5 сағат ішінде 50 см^3 үлестерімен 1:1 қатынасында эфир және ацетон немесе гексан және ацетон қоспаларымен екі рет пестицидтерді шайғындайды. Сығындыны 2/2 сусыз күкірт қышқылды натриймен толтырылған қағаз сүзгісі бар құйғыш арқылы сүзгілейді, содан кейін еріткіш айдайды, құрғақ қалдық 20 см^3 гександа ерітеді және АСК силикагелі бар бағанаға енгізеді. Сығындыны сіңіргішке сіңіргеннен кейін пестицидті 110 см^3 бензол қоспасын 25 см^3 -ден 30 см^3 дейін қатынасында гексанмен аластайды. Элюатты 250 см^3 -ден 300 см^3 дейінгі сыйымдылықтағы тілімтасы бар дөңгелек түпті колбаға жинайды. Еріткіштің соңғы үлесі сіңірілгеннен кейін 10 минуттан соң сіңіргішті грушаның көмегімен сығады. Элюатты 0,1 см^3 көлемге дейін

79

айдайды және хроматографиялық тілімге қояды.

Егер ет немесе балық сынамалары майдың үлкен мөлшері бар болса, бірінші экстрагенттің булануынан кейін (ацетонның гексанмен қоспасы) және гександағы құрғақ қалдықтың еруін күкірт қышқылды гександы сығындысын тазартуын жүргізген жөн, содан кейін жоғарыда сипатталғандай бағаналы тазартуды жүргізеді.

4.6.1.8 Мал майынан, жұмыртқадан, жұмыртқа ұнтағынан алынған сығындыны тазарту және шайғындау

Мал майын еттартқышта ұсақтайды, жұмыртқа ұнтағын мұқият араластырады, жұмыртқаның сарыуызды ақуызды бөледі, сарыуызды және ақуызды өлшейді, ал талдау үшін тек сарыуызды алады. Жұмыртқадағы хлорорганикалық пестицидтердің мөлшерінің соңғы есебі барлық жұмыртқада келтіреді. Сарыуыздарды мұқият араластырады, дайындалған үлгіден 25 г сынаманы 50 см^3 ацетонмен құяды, еріткіштің қайнағанға дейін ыстық су моншасында араластырады және қыздырады. Колбаны салқындатады, оған 10 см^3 салқындатылған 2 %-дық күкірт қышқылды натрий ерітіндісін қосады, араластырады және мұзды моншада 45 минут салқындатады. Содан кейін майсызданған мақта қабаты арқылы дөңгелек түпті колбаға ацетонды қабатты құйып алады. Ацетонды сығындыны келесі майды қатыру арқылы тағы да 2 рет қайталайды.

Біріккен сығындылардан ротациялық буландырғышта немесе еріткіштерді айдауға арналған құралда ацетонды айдайды (монша температурасы (70 ± 2) °С артық емес) және 20, 10 және 10 см^3 үлеспен үш рет сығындайды. Бірінші шайғындаудың ұзақтығы 1 сағат, келесілері 15 минут. Эфирді бөлгіш құйғышқа 40 см^3 2 %-дық күкірт қышқылды натрийдің су ерітіндісімен ауыстырады, ішіндегісін 2 минут ішінде араластырады, қабаттарға бөлінуге береді және су фазасына лақтырылады. Қабаттардың бөлінісін жақсарту үшін қаныққан күкірт қышқылды натрий ерітіндісінің бірнеше миллилитрін қосуға болады.

Сығынды жуу операциясын тағы да 2 рет қайталайды, содан кейін эфирді 20 г сусыз күкіртті қышқылды натрийі бар стаканға құйып алады. 5 см^3 эфирде бөлгіш құйғышты екі рет шаяды. Кептірілген сығынды мөлшерлі өлшеуіш цилиндрге 50 см^3 –ге ауыстырады және ерітінді көлемін 30 см^3 дейін эфирмен жеткізеді.

Ары қарай жоғарыда көрсетілгендей АСК силикагелі бар бағанаға 30 см^3 сығынды қояды. Шошқа майының сынамасы үшін 75 см^3 АСК силикагелін себеді, басқа қалған сынамалар үшін 70 см^3 себеді. Сығындыларды тазартуды ет сынамасы үшін сипатталғандай жүргізеді. Элюатты дөңгелек түпті колбаға 150 см^3-ге жинайды, еріткішті бірнеше тамшының көлеміне дейін булайды және хроматографиялық тілімге қояды.

4.6.1.9 Балдан алынған сығындыны тазарту және шайғындау

30 бал сынамасын 3 г сусыз күкірт қышқылды натриймен араластырады және әр сайын 15 минуттан балды шыны таяқшамен тар химиялық стаканда мұқият жаға отырып, үш рет 30 см^3 үлесті гексанмен пестицидтерді шайғындайды. Сығындыларды біріктіреді және 30 см^3 көлемге дейін немесе шамалы көлемге дейін гександы айдайды, ары қарай гексанмен 30 см^3 дейін сығындыға жеткізеді. 30 см^3 сығындыны АСК силикагелі бар хроматографиялық бағанаға енгізеді және жоғарыда сипатталғандай еріткіштің булануын және сығындыны тазартуды жүргізеді.

4.6.1.10 Қанттан алынған сығындыны тазарту және шайғындау

Суда алдын ала ерітілген 50 г қанттың өлшендісін пестицидтер 250 см^3 гексанмен бөлгіш құйғышта шайғындайды. Пестицидтерді шайғындауды әр сайын 5 минуттан сілке отырып, 50, 25 және 25 см^3 еріткішпен үш рет жүргізеді. Біріккен гександы сығындылар коэкстрактивті заттардан күкіртқышылды тәсілмен тазартылады (боғыш, аминді қышқылдар, липидтер).

4.6.1.11 Сүттен және сүт өнімдерінен алынған сығындыны тазалау және шайғындау

Сынамаларды дайындау үшін төменде келтірілген тәсілдердің бірін қолдануға

болады.

4.6.1 11.1 Бірінші тәсіл

Ол кілегеймен, каймақпен, сүтпен және басқа сүт өнімдерімен жұмыс үшін қолданылады. Талдау үшін тазартылған судың тең көлемімен ажыратылатын 20 г кілегейді және қаймақты алады, 50 см^3 сүтке, айранға 30 см^3 -ден 40 см^3 дейін құнарландырылған күкірт қышқылын сынаманың толық қарайғанға дейін қосады. 10 °С -тан 15 °С дейін салқындатылған ерітіндіні бөлгіш құйғышқа ауыстырады және 25 см^3 –ден үлесімен 2 рет гексанмен препараттарды шайғындайды. Толық алып тастау үшін құйғышты 2 минут сілкиді, содан кейін оны 30 минутқа қабаттардың толық бөлінісіне дейін қалдырады. Егер эмульсия түзілсе, 1 см^3 -ден 2 см^3 дейін этил спиртін қосады. Біріккен сығындыларға және бөлгіш құйғышқа қаныққан күкірт натриймен, 10 см^3 құнарланған күкірт қышқылын қосады және бірнеше рет ақырын сілкиді. Тазартуды түссіз күкірт қышқылын алғанға дейін жалғастырады.

Сүзбені және ірімшікті талдау кезінде 50 г сүзбе немесе 10 г уккіште үгітілген ірімшік 40 см^3 гексанмен және эфирмен құйылады, 2 минуттан 3 минутқа дейін үздіксіз сілкиді және 30 минутқа қалдырады. Шайғындауды қайталайды. Біріккен сығындыларды бөлгіш құйғышта жоғарыда көрсетілгендей күкірт қышқылында тазартады.

4.6.1.11.2 Екінші тәсіл

Оны сүтті, айранды, қатықты, қымызды және басқа сүт өнімдерін талдау үшін қолданады. 25 см^3 өнім сынамасын 300 см^3 бөлгіш құйғышқа орналастырады, 5 см^3 5 % қымыздық қышқылды калийді және қаныққан хлорлы натрийді құяды, 100 см^3 ацетонды құяды, 2 минут сілкиді. 100 см^3 хлороформаны құяды және 2 минут сілкиді. Құйғышты қабаттардың толық бөлінгенге дейін қалдырады. Жоғарғы фазаны лақтырып тастайды, ал төменгіні тілімтасы бар дөңгелек түпті колбаға құяды және еріткішті құрғағанша булайды. Қалдықты 30 см^3 гександа шаяды.

4.6.1.12 Қойытылған сүттен, 10 және 20 пайыздық кілегейден алынған сығындыны тазарту және шайғындау

10 г өнімге 10 см^3 қаныққан хлорлы натрий ерітіндісін құяды, 150 см^{3}н сыйымдылықтағы бөлгіш құйғышқа құяды. Қоспаға 40 см^3 ацетонды құяды, 2 минут сілкиді, 60 см^3 хлороформаны құяды, 2 минуттан 3 минутқа дейін сілкиді және фазалар бөлінгенге дейін қалдырады. Ары қарай сүттегі пестицидтерді анықтау кезіндегідей жасайды.

4.6.1.13 Қойытылған сүт өнімдерінен алынған сығындыны тазарту және шайғындау

10 г өнімінің өлшендісін кіші стаканға қояды, 45 °С -тан 50 °С дейінгі температурадағы 10 см^3 суды құяды, араластырады және 150 см^3 бөлгіш құйғышқа ауыстырады, 5 см^3 қымыздық қышқылды калийді қосады. Құйғыш ішіндегісін араластырады, 80 см^3 ацетонды құяды және 2 минуттан 3 минутқа дейін сілкиді. 100 см^3 хлороформаны құяды, 5 минуттан 7 минутқа дейін сілкиді. Төменгі фазаны дөңгелек түпті колбаға құяды, еріткішті айдайды, ал қалдықты 30 см^3 гександа шаяды. Фазаларды бөлгеннен кейін төменгі фазаны дөңгелек түпті колбаға құяды, еріткішті айдайды, ал қалдықты 30 см^3 эфирде шаяды.

4.6.1.14 Құрғақ сүт өнімдерінен алынған сығындыларды тазарту және шайғындау

3 г құрғақ сүт өнімдерінің өлшендісін (2 г кілегей) кішкене стаканға себеді, 40 °С – тан 45 °С дейін температурасы бар 15 см^3 тазартылған суды құяды, араластырады және 300 см^3 сыйымдылықтағы бөлгіш құйғышқа ауыстырады, 5 см^3 қымыздықты қышқылды калийді және қаныққан хлорлы натрий ерітіндісін құяды. Құйғыш ішіндегісін араластырады, 80 см^3 ацетонды қосады және 3 минуттан 5 минутқа дейін сілкиді, 100 см^3 хлороформаны құяды, 5 минут сілкиді және 3 минуттан 5 минутқа дейін қалдырады (фазалардың бөлінісіне дейін). Төменгі фазаны дөңгелек түпті колбаға құяды, еріткішті айдайды, ал қалдықты 30 см^3 гександа шаяды.

4.6.1.15 Қаймақтан, 30 және 40 пайыздық кілегейден алынған сығындыны тазарту және шайғындау

5 г өнім өлшендісін кішкене стаканға өлшейді, 10 см^3 қаныққан хлорлы натрий ерітіндісін құяды және 150 см^3 сыйымдылықтағы бөлгіш құйғышқа ауыстырады. Кішкене стаканды 40 см^3 ацетонмен жуады, шайындыны 2 минуттан 3 минутқа дейін сілкитін бөлгіш құйғышқа ауыстырады, 70 см^3 хлороформаны қосады және 2 минут сілкиді. Құйғышты фазалар бөлінгенге дейін бірнеше минутқа қалдырады, төменгі фазаны еріткіштерді айдауға арналған колбаға құяды, еріткіштерді айдайды, ал қалдықты 30 см^3 гексанмен шаяды.

4.6.1.16 Сүзбеден және ірімшіктен алынған сығындыны тазарту және шайғындау

10 сүзбе өлшендісін немесе үккіште ұсақталған ірімшікті 10 см^3 қаныққан хлорлы натрий ерітіндісімен үгітеді және 250 см^3-ден 300 см^3 дейін бөлгіш құйғышқа ауыстырады. 80 см^3 ацетонды қосады, 2 минут сілкиді, 100 см^3 хлороформаны құяды және қайтадан сілкиді.

Төменгі фазаны 30 см^3 гександағы қалдықты ерітіп, еріткіштерді айдағаннан кейін талдау үшін қолданылады.

Ары қарай екінші тәсіл бойынша дайындалған сүт майынан сүт және сүт өнімдерінен алынған сығындыларды тазартуды жүргізеді. Бұл үшін 30 см^3 сығындыны 70 см^3 АСК силикагелі бар бағанаға енгізеді. Сығындыны сіңіргеннен кейін сіңіргішке пестицидті 25 см^3 -ден 30 см^{3}110 см^3 дейін үлесі бар (3:8) гександы бензол қоспаларын аластайды. Элюат 250 см^3 -ден 300 см^3 дейін дөңгелек түпті колбада жинайды. Еріткіштің соңғы үлесінің сіңірілуінен кейін 10 минуттан соң сіңіргішті резеңке грушаның көмегімен сығады. Тазартудан кейін еріткіштерді вакум астында айдайды.

4.6.1.17 Сары майдан алынған сығындыны тазарту және шайғындау

20 г сары май дөңгелек түпті колбада су моншасында ерітіледі, 50 см^3 ацетонды қосады, май ерігенге дейін мұқият араластырылады, 10 см^3 мұзды тазартылған суды қосады және май қатты болғанға дейін мұзда 30 минут салқындатады. Ацетонды сығындыны төгіп тастайды және процедураны тағы да 2 рет қайталайды. Біріккен сығындылардан дөңгелек түпті колбада су моншасында ацетонды айдайды. Пестицидтерді қалған су сығындысынан гексанның 10 см^3 бойынша үш үлесімен 5 минут ішінде шайғындайды. Біріккен гександы сығындыны бөлгіш құйғышта күкірт қышқылды натрийі бар күкірт қышқылымен өңдейді. Тазартылған сығындыны сусыз күкірт қышқылды натриймен құрғатады және булайды.

4.6.1.18 Темекіден және темекі өнімдерінен алынған сығындыны тазарту және шайғындау

5 г темекі өлшендісін 500 см^3 шыны стаканға салады, 50 см^3 құнарланған күкірт қышқылын құяды және шыны таяқшамен сынаманы толық біркелкі шала күйдіргенге дейін мұқият араластырады. 10 минуттан 15 минутқа дейін өткен соң колбаға 25 см^3 гександы қосады, ішіндегісін мұқият араластырады және 25 см^3 төрт хлорлы көміртекті қосады. Сынамадағы пестицидтерді шайғындау 15 минут ішінде үш рет жүргізеді, содан кейін сығынды жүйелі түрде күкірт қышқылымен бір рет немесе екі рет қосымша тазарту үшін бөлгіш құйғышқа ауыстырады.

4.7 Хроматографтау

Хроматографиялық тілімге шетінен 1,5 см қашықтықта шприцпен немесе шағын тамызғышпен дақ диаметрі 1 см аспауы үшін төменгі шеттен 1 см қашықтықта болатын старт сызығына бір нүктеге зерттелетін сынаманы қояды. Қалпақшадағы сығынды қалдығын бірінші дақ ортасына жағатын 0,2 см^3 диэтилді эфирдің үш үлесімен шаяды. Сынамадан оң жақтан және сол жақтан 2 см қашықтықта зерттелетін препараттардың 10,5 және 1 мкг құрайтын стандартты үлгілерді қояды (немесе анықталғанға жақын басқа

шоғырланулар). Содан кейін тілімдерді ауада кептіреді.

Жағылған ерітінділері бар тілімдерді қозғалтқыш еріткішпен хроматографтау үшін камераға орналастырады. Қозғалтқыш еріткіш есебінде силикагель немесе алюминий тотықтарының жұқа қабаты бар тілімдерін қолдану кезінде көлемі гександа 0,3 төмен Rf препараттар үшін ацетонмен гексан қоспасы (6:1) немесе гександы қолданылады.

«Силуфол» тілімдерін қолдану кезінде қозғалтқыш еріткіш – 1 пайыздық гександағы ацетон еріткіші, ал о-толидонмен үлдірленген, «Силуфол» тілімдерінде – диэтилді эфирмен гексан (49:1). Жағылған еріткіштері бар тілімшелердің шеті 0,5 см артық емес қозғалтқыш еріткішіне батырылуы мүмкін.

«Сорбфил» тілімдерін қолдану кезінде ацетонитрил-су (2:1) қозғалтқыш еріткіштер жүйесі қолданылады.

Еріткіштер шебі 10 см-ге көтерілгеннен кейін тілімді камерадан алады және еріткішті булау үшін бірнеше минутқа қалдырады. Ары қарай тілімді айқындалған реактивпен суландырады және 10 минуттан 15 минутқа дейін ультракүлгін сәулесінің әрекетіне ұшырайды. Тілімдерді сәуле көзінен 20 см қашықтықта орналастырған жөн. Тілімде хлорорганикалық пестицидтердің болуы кезінде қара сұр түсті дақ айқындалады.

О-толидинмен үлдірленген «Силуфол» тілімдерін талдау үшін қолдану кезінде оларды тікелей хроматографиялағаннан кейін бірнеше минут ішінде ультракүлгін сәулемен сәулелендіруге ұшырайды. Хлорорганикалық пестицидтердің болуы кезінде мұндай жағдайда көкшіл түсті дақтар айқындалады.

Тиісті R_f мәндері бойынша қандай пестицидтер өнімде бар екендігін анықтайды.

Пестицидтердің Rf көлемдері 2-кестеде келтірілген.

2-кесте - Rf пестицидтерінің көлемдері

Пестицид атауы	Қозғалмалы еріткіш	Rf көлемі	
		«Силуфол»	«Сорбфил»
Гексахлорбензол	Гексан		0,90
γ - ГХЦГ (линдан)	Гексан-ацетон (6:1)	0,23	-
	Ацетонитрил-су (2:1)	-	0,30
	Гексан	0,15	-
α – ГХЦГ	Гексан	0,20	-
	Гексан-ацетон (6:1)	0,30	-
	1 % гександағы ацетон еріткішіне	0,24	-
β - ГХЦГ	Гексан-ацетон (6:1)	0,73	-
Альдрин	Гексан-ацетон (6:1)	0,70	-
	Ацетонитрил-су (2:1)	0,82	0,80
	Гексан	-	-
4.4 - ДДЭ	Гексан-ацетон (6:1)	0,61	-
	Ацетонитрил-су (2:1)	-	0,70
	Гексан	0,45	-
4,4 - ДДТ	Гексан-ацетон (6:1)	0,78	-
	Ацетонитрил-су (2:1)	-	0,85
	Гексан	0,67	-
Кельтан	Гексан-ацетон (6:1)	0,15	-
	Ацетонитрил-су (2:1)	-	0,21
	Гексан	0,05	-
Гептахлор	Гексан-ацетон (6:1)	0,57	-
	Ацетонитрил-су (2:1)	-	0,73
	Гексан	0,45	-
ДДД	Гексан-ацетон (6:1)	0,32	-
	Гексан	0,16	
Гексахлорбензол	Гексан		-

4.8 Нәтижелерді өңдеу

4.8.1 Пестицидтердің мөлшерін өлшеу сығындының дағына бояу қарқындылығы бойынша аса жақын стандартты үлгі дағының алаңы және сыналатын сығындының дағы алаңын салыстыру жолымен жүргізеді. Дақтар алаңын сызғыштың көмегімен өлшейді. X пестицидтердің мөлшері, мг/кг, мына формула бойынша есептелінеді:

$$X = \frac{mS_1V_1}{m_1S_2V_2}, \qquad (1)$$

мұндағы m – 1 см^3 стандартты үлгідегі пестицид массасы, мкг;
m_1 – зерттелетін сынама өлшендісінің массасы, г;
S_1 – сыналатын сығындыны жағу кезінде алынған дақтың алаңы, мм^2;
S_2 – стандартты үлгіні жағу кезінде алынған дақ алаңы, мм^2;
V_1 – құрғақ қалдық қайтадан ерітілген сығынды көлемі, см^3;
V_2 – тілімге қойылған зерттелетін сығынды көлемі, см^3.
Барлық $V_1 = V_2$ сынамаларды қою кезінде

4.8.2 Есептеулерді бірінші ондық белгіге дейін жүргізеді. Соңғы нәтижені тұтас санға дейін дөңгелектейді.

4.8.3 Сынақтың соңғы нәтижесі үшін екі қосарлас анықтамалардың ($\overline{X}$) орташа арифметикалық нәтижелерін қабылдайды, P =0,95 сенімді ықтималдылығы кезіндегі аралық айырмасы 1-кестеде көрсетілген мәндерден аспауы тиіс.

5 Адсорбциялық жоғары тиімділікті сұйықтық хроматографиясының әдісі (әрі қарай ЖТСХ)

5.1 Әдістің маңыздылығы

Әдіс спектрофотометриялық детекторлау кезінде адсорбциялық ЖТСХ көмегімен хлорорганикалық пестицидтердің жекелеген топтарын жүйелі сәйкестендіруіне, сығындылардың шоғырлануына және тазартуға, әр түрлі субстраттардан шыққан олардың метаболиттерін және хлорорганикалық пестицидтерді шығармауға негізделген.

5.2 Әдістің метрологиялық сипаттамасы

Адсорбциялық ЖТСХ әдісімен хлорорганикалық пестицидтерді және олардың метаболиттерін талдау параметрлері 3-кестеде көрсетілген.

3-кесте – Хлорорганикалық қосылыстарда және олардың метаболиттерін талдаудың ЖТСХ параметрлері

Сәйкестендірілген қосылыс	V ұстау, мкл	Хроматографиялық аймақтар, мкл	Толқынның максималды ұзындығы, нм
ХБ (хлорбензолдар тобы)	160	160-180	220
2-ХФ (хлорфенолдар тобы)	375	230-530	220, 280
Альдрин	270	180-300	280
4,4 - ДДЭ	190	190-260	250
4,4 - ДДТ	240	190-260	240
Кельтан	180	180-300	280
Гептахлор	295	180-300	280
ЕСКЕРТПЕ ДДТ үшін және оның сынамадағы 0,1-2,0 мкг басқа ХОП үшін туынды 0,05-0,5 және 0,05 – 0,5, табу шектігі			

5.3 Әдістің іріктеушілігі

ХОП және олардың метаболиттерінің топтық сәйкестендіру әдісі азот-, фосфорорганикалық пестицидтер және басқа органикалық қоспаларының қатысуымен іріктелген.

5.4 Аппаратура, материалдар және реактивтер

5.4.1 Аппаратура және материалдар

- қолданыстағы нормативтік құжаттама бойынша «Милихром» шағын бағаналы сұйықтық типіндегі хроматограф,
- «Силасорб-600» 5 мкм сорбенті бар стандартты металл (50 мм х 2 мм) бағана;
- ГОСТ 24104 бойынша ± 0,0001 г шектамалы абсолютті қателігінің аса көп шектігі бар дәлдіктің аналитикалық арнайы класының таразылары;
- қолданыстағы нормативтік құжаттама бойынша ротациялық буландырғыш;
-ГОСТ 25706 бойынша металл сызғыш;
-ГОСТ 25336 бойынша конустық құйғыштар;
- ГОСТ 25336 бойынша 100 $см^3$ тілімтасы бар дөңгелек түпті колбалар;
- ГОСТ 25336 бойынша 100 $см^3$ тегістелген тығыны бар жалпақ түпті колбалар;
- ГОСТ 1770 бойынша 1 $см^3$ өлшеуіш тамызғыштар;
- ГОСТ 1770 бойынша 10 $см^3$ өлшеуіш түтіктер;
- ГОСТ 1770 бойынша 50 және 100 $см^3$ өлшеуіш цилиндрдер.

5.4.2 Реактивтер

- қолданыстағы нормативтік құжаттама бойынша ацетон, о.с.ч.;
- қолданыстағы нормативтік құжаттама бойынша н-гексан, т.;
- ГОСТ 4166 бойынша сусыз натрий сульфаты, т.;
- ГОСТ 4204 бойынша күкірт қышқылы, т.ү.т.;
- «көк таспа» сүзгілері;
- ХОП және 100 мкг/$см^3$ бойынша жеке компоненттерінің шоғырлануы бар н-гександағы олардың метаболиттерінің көп компонентті қоспасының мемлекеттік стандартты үлгісі

5.5 Сынамаларды іріктеу

Нақты өнімге нормативтік құжаттамаға сәйкес сынамаларды іріктеу және оларды талдау дайындау.

5.6 Сынақтарға дайындық

5.6.1 Хроматографиялық жүйелерді дайындау

5.6.1.1 Аластаушыларды дайындау

Аластаушы қоспа – 6:1 қатынасындағы көлемде н-гексан-ацетонды сынаманы талдауды жүргізу күніне дайындайды: 100 $см^3$ сыйымдылықтағы цилиндрмен тегістелген тығыны бар жазық түпті колбаға құйылатын 90 $см^3$ н-гександы өлшейді, мұнда 15 $см^3$ ацетонды құяды, колбаны тығынмен жабады және оның ішіндегісін жеңіл шайқай отырып, араластырады. Содан кейін аластаушы қоспаны аластаушыға арналған ыдыста тесілген натрий сульфаты бар қатпарлы сүзгі арқылы сүзеді.

5.6.1.2 Сынақты өткізуге хроматографты дайындау

Хроматографиялық талдауға құралды дайындауды сорғышты жуудан және жаңа дайындалған аластаушымен толтырудан бастайды, содан кейін құралдың хроматографиялық жүйесін жууға және қолданылатын аластаушымен салыстыру кюветін толтыруға кіріседі. Детектордың біркелкі нөлдік сигналын орнатқаннан және минимумға дейін шуылды азайтқаннан кейін ХОП және олардың метаболиттерінің топтық сәйкестендіру талдауын жүргізеді.

5.7 Талдауды жүргізу

5.7.1 Сынамаларды дайындау 4.6.1 т. сәйкес жүргізіледі. Сығындының қалған шамалы көлемі өлшеуіш түтікке ауыстырылады және құрғаганша булайды. Сынаманың құрғақ қалдығын аластаушының 0,2 $см^3$ дейін ерітеді (н-гексанның ацетонмен қоспасы 6:1) және ХОП және олардың метаболиттерінің жекелеген топтарының сәйкестендіруін және хроматографиялық бөлінісін жүргізеді.

5.7.2 ХОП және олардың метаболиттерінің жекелеген топтарының хроматографиялық бөлініс және сәйкестендіруі

ХОП және олардың метаболиттерінің тотық сәйкестендіруі және бөлінісі мынадай хроматографиялау шарттары кезінде іске асырылады:

- қозғалмайтын фаза - «Силасорб-600», 5 мкм;
- қозғалатын фаза - гексан-ацетон 6:1 көлемдік қатынаста;
- аластаушы ағынның жылдамдығы 200 мкл/мин;
- 3,2 А сезімталдық диапазоны астындағы 1,6 мкл ағынды ұяшығы бар ауыспалы-толқынды спектрофотометр;
- шығу сигналының өлшеу уақыты 0,6 с;
- диаграмдық таспаның созылу жылдамдығы 720 мм/сағ;
- сәулелік ағынның жұту толқынының ұзындығы (λ) қосылыстардың сәйкестендірілген тобымен анықталады.

Хлорорганикалық қосылыстардың жекелеген топтарының өкілдерін ұстаудың жақын көлемі ($V_{уд}$) және тиісті толқын ұзындығының жиыны әр түрлі топтарға арналған сипатты хроматографиялау аймағын шектеуден шығаруға мүмкіндік береді, бұл тиісті қосылыс топтарының стандартты қоспасының хроматографиялау аймақтарымен салыстыру кезінде сынаманың қиын пестицидті қоспасында оларды сәйкестендіруді қамтамасыз етеді.

5.7.3 Сынаманың белгісіз құрамының көп компонентті қоспасында ХОП жекелеген топтарының сәйкестендіру үлгілері.

1-ҮЛГІ. 20 мкл аластаушыда 0,2 $см^3$ сынама шоғырланған ерітіндісін хроматографиялық бағанасына енгізеді, бұрын сипатталған режимде 280 нм кезінде талдау жүргізеді.

Осы толқын ұзындығы кезінде зерттелетін қосылыстардан максималды кейбіріне жақын сәйкестендірілуі мүмкін:

1 – хлорбензолдар тобы (160 мкл –ден 180 мкл дейін ұстау уақыты):

2 – хлорфенолдар тобы (230 мкл-дан 530 мкл дейін ұстау уақыты);

3 – ХОП –альдрин, ГХПК, ГПХ, ГПХЭ және кейбір басқа әр түрлі кластардың өкілдерінің қосылыстарының тобы (180 мкл-ден 300 мкл дейін ұстау уақыты).

4,4'-ДДТ және оның туындыларының сәйкестендіруі 230 нм кезінде қайтадан хроматографтауда жетеді. Осы топтардың қосылыстарын ұстау көлемі 235 мкл-ден 260 мкл дейінгі шектікте, ал ұстау уақыты 4,4-ДДЭ -190мкл болады. 4,4-ДДГ және оның туындыларының топтарын сәйкестендіру шарттары кезінде сынамадағы басқа класты ХОП (альдрин және басқа)болатын топтарға кедергі келтірмейді, сондай-ақ осы толқын ұзындығында детекторленген хлорбензолдар тобының жақын ұстау көлемі бар (230; 250 мкл) өкілдері кедергі келтірмейді (3-ХФ; 3,4 –ДХФ; 2,3,5.6-ТеХФ). Даулы хроматографиялық сигналдардың соңғы сәйкестендірілуі қосылыстардың жазылған спектрлерін алып тастаумен және қажетті толқын ұзындығын таңдаумен іске асырылады (3-кестені қарау).

2-ҮЛГІ. Соңғы ерітіндінің аликвотты бөлігі аластаушыдағы зерттелетін сынама хроматографқа енгізіледі және 230 нм кезінде белгісіз құрамда ХОП қоспасын бөлу жүргізіледі. Бұл жағдайларда тіркелген шығу сигналдары мынадай қосылыс топтарын сәйкестендіруге мүмкіндік береді: хлорбензолдар (160 мкл-дан 180 мкл дейін ұстау

уақыты); 4.4'-ДДТ және оның туындылары (235 мкл-ден 260 мкл дейін ұстау уақыты; 4,4-ДДЭ 190 мкл ұстау уақыты). Алайда соңғыларын сәйкестендіру хлорфенолдардың сынамаларында болуы қиындауы мүмкін (3-, 3,4- және 2,3,5,6-хлорфенолдар ұстау көлемінің ДДТ топтарының компоненттерімен жақындығы бар). Сондықтан соңғы сәйкестендіруді хлорфенолды қосылыстар максималды көрсетілгенге жақын, 220 нм кезінде сынамасына қайталама хроматографиялаудан кейін іске асырады. Сәйкестендіру сенімділігі 10 нм немесе 2 нм дискреттігімен тиісті шығу сигналында хроматографиялау процесін тоқтату кезінде жазылған жұту спектрін алып тастаумен көтерілуі мүмкін.

3-ҮЛГІ. Аластаушы сынамасының соңғы ерітіндісінің аликвотты бөлігін 280 нм кезінде режимнен жоғары сипатталғандй хроматографиялайды. Қосылыстардың үш тобының сәйкестендіру мүмкін жағдайда: ДДТ және оның туындыларынан басқа хлорбензолдар, хлорфенолдар және әр түрлі кластардағы ХОП (альдрин және т.б). хроматографиялық аймақта хлорфенолды қосылыстардың қатарын (275 мкл-дан 305 мкл дейін ұстау көлемі) және басқа кластың хлорорганикалық пестицидтер өкілдерін салу осы қосылыстардың дұрыс сәйкестендіруін жасауға мүмкіндік бермейді, сондықтан талдауды 310 нм кезінде қайталайды. Мұндай жағдайда ДДТ және оның хлорфенолдардың туынды және негізгі бөлігі (2,4.6-ТеХФ, 2,3.4,6-ТеХФ және 2,3,4,5,6,-ПХВ басқа) тіркелмейді.

Екі соңғы қосылыстарды ұстау көлемі ХОП (370 мкл және 530 мкл) хроматографиялық аймақпен сәйкес келмейді, бұл олардың сәйкестендіруге әсерін жояды. 2,4,6-ТХФ кедергілерін 220 нм және 300 нм екі максималды толқыны бар 2,46 –ТХФ жазылған спектрін жаза отырып немесе осы қосылыстың сигналы тіркелмеген жағдайда сынаманың қайталама талдауы кезінде 260 нм спектрофотометрге қайта қосумен жоюға болады.

Хроматографиялық бөлініс және сәйкестендіру бойынша операция санын жүргізу кезінде өткізілетін зерттеулердің міндеттеріне сәйкес шектелуі мүмкін.

5.8 Сынақ нәтижелерін өңдеу

ХОП топтарының және олардың метаболиттерінің сәйкестендірілген сапалы құрамы қосылыстардың сәйкестендірілген топтарының көп компонентті стандартты қоспасында және сынаманың белгісіз құрамының қоспасында хроматографиялық аймақтары жолымен анықталады. Жеке топтардың болуынан шыға отырып, талданатын сынаманың хлорорганикалық пестицидтер қоспасының топтық құрамын белгілегеннен кейін олардың метаболиттеріне жеке топтарының жеке компоненттерін ары қарай мөлшерлі өлшеу үшін аса тиімді әдісті (ТСХ, ГЖХ, ЖТСХ) таңдайды.

6 Газ сұйықтықты хроматография әдісімен құрама жемде және құрама жем шикізаттарында ХОП анықтау

6.1 Әдістің маңыздылығы

Әдіс электрондарды басып алу детекторымен (ЭБД) немесе рекомбинацияның тұрақты жылдамдығы тұрақты жылдамдығының детекторымен жабдықталған (РТД) газды хроматографында мөлшерлі анықтау және пестицидтер сығындыларын тазартуға (АПЛ) және шайғындауға арналған аппаратта су буында айдау тәсілімен талданатын сынамадан шыққан хлорорганикалық пестицидтердің сығындыларын тазартуға және шайғындауына негізделген. Анықталатын шоғырландырулар диапазоны 4-кестеде көрсетілген.

4-кесте – Анықталатын шоғырланулардың диапазоны

Қосылыстар атауы	Өлшенген шоғырлану диапазоны, мг/кг	Минималды детекторланған мөлшер, нг
γ - ГХЦГ (линдан)	0,001-0,1	0,001
α – ГХЦГ	0,001-0,1	0,001
ДДЭ	0,007-0,1	0,06
ДДТ	0,007-0,4	0,06
ДДД	0,007-0,2	0,06

6.2 Аппаратура, материалдар және реактивтер

6.2.1 Аппаратура және материалдар

- электрондарды басып алу детекторымен (ЭБД) немесе рекомбинацияның тұрақты жылдамдығының детекторымен (РТД) жабдықталған газ хроматографы;
- ГОСТ 24104 бойынша ± 0,0001 г шақтамалы абсолютті қателігінің аса шектікті арнайы дәлдік класының аналитикалық таразылары;
- ГОСТ 24104 бойынша ± 0,01 г шақтамалы абсолютті қателігінің аса шектікті жоғары дәлдік класының зертханалық таразылары;
- пестицидтердің сынамаларын шайғындауға және тазартуға арналған аппарат;
- ротациялық вакуумдық буландырғыш;
- 1 дм^3 сыйымдылықтағы дөңгелек түпті колбадан, 30 см ұзындықтағы және 2 см диаметрлі дефлегматордан, 250 см^3 сыйымдылықтағы қабылдау колбасынан, температура реттегішпен жабдықталған 40 °С -тан 80 °С дейін қыздыру температурасы бар колба қыздырғыш немесе су моншасынан және аллонждан тұратын органикалық ерітінділерді айдауға арналған қондырғы.
- қолданыстағы нормативтік құжаттама бойынша ±2 °С қателігімен 100 °С-тан 220 °С дейін кептірудің жұмыс аймағында берілген температураны ұстауды және құруды қамтамасыз ететін кептіргіш шкаф;
- плюс 4 °С -тан плюс 6 °С дейін тоңазытқыш камерасының температурасына қамтамасыз ететін тұрмыстық тоңазытқыш;
- 10 мкл сыйымдылықтағы МШ-10 шағын шприц;
- колба қыздырғыш немесе электр плитка;
- майлы немесе глицеринді монша;
- газды хроматографқа арналған шыны хроматографиялық бағаналар: ұзындығы 1,0 м диаметрі 3 мм және ұзындығы 1,5 м диаметрі 3;
- бағаналарға арналған саптамалар: N-AW-DMCS (0,16 мм -нан 0,20 мм дейін) хроматонда 5 % OV-17 немесе 3 % OV-210; N-супер (0,125 мм-нан 0,16 мм дейін) хроматонда немесе N-AW-DMCS (0,16 мм -нан 0,20 мм дейін) хроматонда 5 % SE-30;
- ГОСТ 25336 бойынша К-1 250 см^3 айдау колбалары;
- ГОСТ 25336 бойынша Гр-25 колбалар;
- ГОСТ 1770 бойынша 50, 100 см^3 өлшегіш колбалар;
- ГОСТ 25336 бойынша В-56 - 80 ХС құйғыш;
- ГОСТ 25336 бойынша Кн-1 250 см^3 конустық колба;
- ГОСТ 1770 бойынша 50; 100 см^3 өлшегіш цилиндрлер;
- ГОСТ 1770 бойынша 5, 10 см^3 сыйымдылықта мөлшерлегіш тығыз жабылатын тығындары бар түтіктер;
- ГОСТ 25336 бойынша 8Д-100 - 29/32. ВД-500 - 29/32 бөлгіш құйғыштар.
- ГОСТ 29227 бойынша 5; 10 см^3 тамызғыштар;
- ГОСТ 25336 бойынша су сорғалап ағатын сорғыш.

- ГОСТ 9147 бойынша 1200 см^3 сыйымдылықты фарфор стакандар;
- ГОСТ 12026 бойынша зертханалық сүзгі қағазы

6.2.2 Реактивтер

- ГОСТ 4204 бойынша 1,84 г/см^3 тығыздықтағы күкірт қышқылы. х.т.
- н-гексан. т.
- ГОСТ 4166 бойынша сусыз күкірт қышқылды натрий, т.;
- ГОСТ 6709 бойынша тазартылған су.
- диэтил эфирі;
- ГОСТ 5962 бойынша тамақ шикізатынан алынған этилді ректификатталған спирті;
- хлорорганикалық пестицидтер құрамының мемлекеттік стандартты үлгілері (МСҮ): ДДТ, ДДД, ДДЭ, ГХЦГ;
- ГОСТ 9293 бойынша газ тәрізді және сұйық азот;
- ГОСТ 2603 бойынша ацетон;
- ГОСТ 4220 бойынша екі хром қышқылды калий х.т.

1-ЕСКЕРТПЕ Ұқсас метрологиялық сипаттамалары бар немесе жоғары реактивтер, өлшегіш ыдыстар, аппаратураны қолдануға рұқсат етіледі.

2-ЕСКЕРТПЕ Қолданылатын өлшеу құралдары типін бекіту немесе метрологиялық аттестация, мемлекеттік өлшеу бірліктерін қамтамасыз ету жүйесінің реестріне түгендеу және енгізу мақсатында сынауға жатады.

6.3 Талдауға дайындық

6.3.1 н.гександы тазарту

Н-гександы (2/3 айдалған колба) бірінші және соңғы айдау үлесін алып тастай отырып, қондырғының көмегімен айдайды. Алынған н-гексанның тазалығын газды хроматографтың көмегімен анықтайды. Бұл үшін 50 см^3 сыйымдылықтағы конустық колбаға 10 см^3 алынған н-гександы жайғастырады және ауа немесе азот тогында 65 °С температура кезінде колба қыздырғышта 3 см^3 көлемге дейін булайды. Сығынды қалдығын 10 см^3 сыйымдылықтағы мөлшерлегіш түтікте қайта салады және 1 см^3 көлемге дейін булайды. Алынған сығындыны сынаманы хроматографиялау жағдайында талдайды (8-кестені қарау).

Н-гексан хлорорганикалық пестицидтерді анықтауға кедергі жасайтын шыңдардың хроматограммада болмауы жағдайында талдау үшін жарамды және тазартылған деп саналады.

6.3.2 Хромды қоспаны дайындау

Хромды қоспаны дайындау үшін фарфор стаканына 50 г екі хром қышқылды калийді қояды және 1 дм^3 құнарланған күкірт қышқылын бөліктері бойынша мұқият араластыра отырып ақырын құйылады. Хром қоспасын шыныдан алынған ыдыста сақтайды. Хром қоспасын сақтау мерзімі шектеусіз.

6.4 Газды хроматографты дайындау

6.4.1 Хроматографиялық бағаналарды дайындау

Алдын ала хром қоспасымен жуылған, этил спиртімен, содан кейін диэтилді эфирмен дайындалған құрғақ шыны бағана вакуумды немесе су сорғалап ағатын сорғыштың көмегімен қондырмамен толтырады. Бұл ретте бағаналарды тығыздау ағаш таяқшамен бағаналарды ұра отырып, дүркін-дүркін тығыздайды. Термостатта орнатылған хроматографиялық бағана жұмыс алдында мынадай режимде салқындатады: 100 °С кезінде 2 сағ; 150 °С кезінде 2 сағ; 200 °С кезінде 4 сағ; 220 °С кезінде 4 сағ. Салқындату кезінде бағана детектордан ажыратылуы тиіс. Салқындатуды бағаналарды ауыстыру

кезінде, сондай-ақ жұмысқа ұзақ үзілістерден кейін жүргізген жөн. Салқындату аяқталған соң бағанаы салқындатады, детекторға қосады және хроматографты жұмыс режиміне шығарады.

6.4.2 Хроматографтың жұмысқа дайындығы пайдалану жөніндегі нұсқаулыққа сәйкес жүргізіледі.

6.5 Хлорорганикалық пестицидтердің жұмыс ерітінділерін дайындау

6.5.1 Хлорорганикалық пестицидтердің негізгі жұмыс және аралық еріткіштерін дайындау

(100 ± 5) мг/дм^3 массалық шоғырлануымен анықталған хлорорганикалық пестицидтердің негізгі жұмыс еріткіштерін 7.3.1 бойынша дайындалған н-гександағы 100 см^3 сыйымдылықтағы өлшегіш колбада 0,1 мг дәлдікпен, 10 мг негізгі зат бар өлшендінің еріткіші жолымен әр хлорорганикалық пестицид үшін жеке салмақтық тәсілмен дайындайды. Негізгі еріткіштердің массалық шоғырланудың аралық жұмыс еріткіштерін дайындайды: 1 мг/дм^3 (№1 еріткіш), 0,1 мг/дм^3 (№2 еріткіш) және 0,01 мг/дм^3 (№3 еріткіш), хлорорганикалық пестицидтің тиісінше 1 см^3 және 0,1 см^3 негізгі еріткіші 100 см^3 сыйымдылықтағы өлшегіш колбаларға тамызғышпен салынады. 100 см^3 сыйымдылықтағы өлшегіш колбаға 0,01 мг/дм^3 бар №3 аралық еріткішті дайындау үшін 1 см^3 1- аралық еріткішті салады және н-гексанмен белгіге дейін жеткізеді.

Барлық аралық еріткіштерді тығыз жабылатын шыны шишаларда немесе 2 °С -тан 10 °С дейінгі температура кезінде тефлонды төсемдермен жабдықталған герметикалық жабылатын шишаларда 6 ай ішінде сақталады.

Мөлшерлегіш еріткіштерді дайындар алдында барлық хлорорганикалық пестицидтер ерітінділерін кем дегенде 20 мин бөлме температурасы кезінде ұстайды.

6.5.2 Мөлшерлегіш еріткіштердің шкалаларын дайындау

5 см^3 сыйымдылықтағы тығыз жабылатын тығындары бар түтіктерге әр хлорорганикалық пестицид үшін мөлшерлегіш еріткіштер шкаласын дайындайды (5-, 6-, 7- кестелерін қарау).

Мөлшерлегіш еріткіштерді 2 °С -тан 10 °С дейінгі температура кезінде тефлонды төсемдері бар тығындармен жабдықталған, герметикалық жабылатын шишаларда немесе тығыз жабылатын тығындары бар шыны шишаларда екі аптадан артық емес сақталады.

Қолданар алдында барлық хлорорганикалық пестицидтер ерітінділерін кем дегенде 20 мин бөлме температурасы кезінде ұстайды.

5-кесте - α-ГХЦГ және ДДЭ арналған мөлшерлегіш еріткіштердің шкаласы

Еріткіш сипаттамасы	Мөлшерлегіш еріткіштің нөмірі							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Аралық еріткіштің көлемі 3, см^3	1	2	5	-	-	-	-	-
Аралық еріткіштің көлемі 2, см^3	-	-	-	1*	2*	3*	4*	5*
Н-гексанның көлемі, см^3	4	3	0	4	3	2	1	0
Алынған мөлшерлегіш еріткіште ХОП массалық шоғырлануы, мг/дм^3	0,002	0,004	0,01	0,01	0,04	0,06	0,08*	0,01*
$5 \cdot 10^{-3}$ см^3 хроматографияланған сынамадағы ХОП массасы (10^{-5} мг)	0,01	0,02	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4*	0,5*
* ДДЭ үшін								

6-кесте - γ – ГХЦГ арналған мөлшерлегіш еріткіштердің шкаласы

Еріткіш сипаттамасы	Мөлшерлегіш еріткіш нөмірі						
	1	2	3	4	5	6	7
Аралық еріткіштің көлемі 3, $см^3$	3	5	-	-	-	-	-
Аралық еріткіштің көлемі 2, $см^3$	-	-	1	2	3	4	5
Н-гексанның көлемі, $см^3$	2	0	4	3	2	1	0
Алынған мөлшерлегіш еріткіште ХОП массалық шоғырлануы, мг/$дм^3$	0,006	0,01	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1
$5 \cdot 10^{-3}$ $см^3$ хроматографияланған сынамадағы ХОП массасы (10^{-3} мг)	0,03	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5

7-кесте - ДДТ және ДДД арналған мөлшерлегіш еріткіштердің шкаласы

Еріткіш сипаттамасы	Мөлшерлегіш еріткіш нөмірі							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Аралық еріткіштің көлемі 3, $см^3$	0,5*	1	2	3	4	5	-	-
Аралық еріткіштің көлемі 2, $см^3$	-	-	-	-	-	-	1	2**
Н-гексанның көлемі, $см^3$	4,5	4	3	2	1	0	4	3
Алынған мөлшерлегіш еріткіште ХОП массалық шоғырлануы, мг/$дм^3$	0,01*	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1	0,2	0,4**
$5 \cdot 10^{-3}$ $см^3$ хроматографияланған сынамадағы ХОП массасы (10^{-3} мг)	0,05*	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	1	2**
*ДДД үшін ** ДДТ								

6.6 Мөлшерлегіш сипаттаманы белгілеу

Хроматограф буландырғышына шағын шприцпен әр мөлшерлегіш еріткіштің 5×10^{-3} $см^3$ енгізеді (5-, 6-, 7-кестелерді қарау). Әр еріткішті хроматограммада анықталатын хлорорганикалық пестицидтің шың алаңының орташа мәнін есептей отырып, екі рет хроматографиялайды. Содан кейін мөлшерлегіш еріткіште анықталатын хлорорганикалық пестицидтің (т) массасының абсцисс (X) осі бойынша тастай отырып, ал (Y) ординат осі бойынша анықталатын хлорорганикалық пестицид шыңының орташа алаңында мөлшерлегіш графикті (аз шаршылар әдісін қолдана отырып) құрады. Теңдеумен сипатталған мөлшерлегіш графикті алады:

$$Y = A \times X, \qquad (2)$$

мұндағы А – нәтижелерді есептеу кезінде пайдаланатын салыстырмалы мөлшерлегіш коэффициент.

Хроматограф мөлшерлеуін 6 айда бір рет, сондай-ақ хроматографиялық бағаналарды немесе реактивтерді ауыстыру кезінде жүргізеді. Хроматограф жұмысының тұрақтылығын тексеруін мөлшерлегіш еріткіштерден хроматографиялау нәтижелері бойынша сынама серияларын талдау алдында жүргізеді. Егер мөлшерлегіш еріткіштің шоғырлануының алынған мәні мөлшерлегіш еріткіштің шоғырлануының аттестацияланған мәнінен 10 пайызға артық емес ерекшеленсе, мөлшерлегіш сипаттама тұрақты деп санайды.

Бақылау жүргізілетін көрсеткіштер тізбесін зертханаларда белгілейді. Егер бір мөлшерлегіш еріткіш үшін мөлшерлегіш сипаттамасының тұрақтылық шарты орындалмаса, қанағаттанарлықсыз өлшеу нәтижесін алып тастау мақсатында осы мөлшерлегіш еріткішті қайталап өлшеу орындалуы қажет.

Егер мөлшерлегіш сипаттама тұраксыз болса, әдістемемен қарастырылған басқа мөлшерлегіш үшін басқа мөлшерлегіш еріткіштерді қолдану арқылы бақылау қайталанады. Мөлшерлегіш сипаттамадан нәтижелердің ауытқуларының қайтадан табу кезінде жаңа мөлшерлегіш графикті құрайды.

Компоненттер ұстаудың абсолютті уақыт мәндері бойынша сәйкестендіреді.

6.7 Түзету коэффициентін белгілеу

Сынама дайындау кезінде шығынды ескеретін K_n түзету коэффициенті әр анықталатын хлорорганикалық пестицид үшін зертханада әдістемені енгізу кезінде белгілеуге міндетті.

Түзету коэффициентін белгілеу үшін стандартты қоспа әдісін қолданады. Қоспа мәні бастапқы сынамадағы анықталған хлорорганикалық пестицид мөлшерінен 50 % -дан 150 % дейін құрауы тиіс. Егер бастапқы сынамадағы анықталған хлорорганикалық пестицид мөлшері өлшеу диапазонының төменгі шекарасынан аз болса, қоспа мәні өлшеу диапазонының төменгі шекарасынан 2 немесе 3 рет болуы тиіс.

Барлық сынама дайындау сатыларын қосқанда анықталған хлорорганикалық пестицидтердің стандартты қоспасымен ($C_д$)және қоспасыз зертханаға түскен бастапқы сынаманың талдауын қосарлас жүргізеді. Әр анықталған хлорорганикалық пестицидтер үшін екі шоғырлануды алады: C_x (стандартты қоспасыз сынамада) және $C_{x+д}$ (стандартты қоспасы бар сынамада). Әр і-сынамадағы хлорорганикалық пестицидтер үшін түзету коэффициентінің мәні мына формула бойынша есептелінеді:

$$K = \frac{(C_{x+д} - C_x)}{C_д}, \qquad (3)$$

мұндағы $C_д$ – стандартты қоспаның шоғырлануы;

C_x – стандартты қоспасыз сынамадағы шоғырлану;

$C_{x+д}$ – стандартты қоспамен сынамадағы шоғырлану.

Сипатталған процедураны әр і-сынама үшін кем дегенде 5 рет қайталайды. Түзету коэффициентін белгілеу үшін алынған сынамалардың жалпы саны 8 сынамадан 10 сынамаға дейін болуы тиіс. Әр хлорорганикалық пестицид үшін K_n түзету коэффициентін K_n алынған коэффициенттерінің орташа арифметикалық мәні есебінде есептейді. Әр анықталатын хлорорганикалық пестицид үшін түзету коэффициентінің мәні кем дегенде 0,6 болуы тиіс. Түзету коэффициентін оператордың ауысуы кезінде, реактивтер партияларын бақылауға арналған үлгілерді талдау жолымен тексереді. Қанағаттанарлықсыз бақылау нәтижелерін алу кезінде бұрын белгіленген K_n қолданады. K_n теріс бақылау нәтижелерін алған жағдайда қайтадан белгілейді.

6.8 Сынамаларды іріктеу

Сынамаларды талдауға дайындауды ГОСТ Р 51419 талаптарына сәйкес жүргізеді.

6.9 Сынақтарды жүргізу

6.9.1 Хлорорганикалық пестицидтердің сығындыларын тазартуға және шайғындауға және шайғындауды жүргізуге арналған аппаратты дайындау (ары қарай АПП)

Хлорорганикалық пестицидтер сығындыларын тазартуға және шайғындауға арналған аппарат (ары қарай АПП) А қосымшасында көрсетілген.

Жұмыс басталар алдында барлық АПП крандарының және конустарының барлық тегістелген беттерін тазартылған сумен жуады. Уатылған және талдауға дайындалған құрама шөптік немесе құрама шөп шикізатының 10 г массалық өлшендісін 250 $см^3$ сыйымдылықтағы тілімтасы бар дөңгелек түпті колбаға орналастырады, содан кейін 100 $см^3$ тазартылған суды қосады және колбаның қабырғасы бойынша 5 $см^3$ құнарланған күкірт қышқылын ақырын құяды. Колбадағы температура 35 °С жоғары көтерілмейтіндей салқын су құбырлы су жіңішке ағысы астында салқындата отырып, колбаның ішіндегісін айналмалы қозғалыспен ақырын араластырады.

Колбаны ішіндегісімен 5 минутқа қалдырады, содан кейін оған 2 $см^3$ дайындалған н-гександы құяды және АПП аппаратымен қосады, үш жүрісті кранның кернге үшжүрісті кран арқылы шығынды болдырмау үшін 10 $см^3$ сыйымдылықтағы тілімтасы бар қабылдау түтігіне жалғастырады. Тоназытқыштың төменгі істігіне шланг көмегімен салқын су құбырлы суға қосады. Жоғарғы істікті шлангтің көмегімен төгу раковинасына қосады.

Конденсатордың жоғарғы тілімтасы арқылы құю түтігінің деңгейіне дейін тазартылған суды құяды. Мұнда 2 $см^3$ н-гександы қосады. Конденсатордың жоғарғы тілімтасын тығынмен жабады және дөңгелек түпті колбалы аппаратты қосылған май (глицеринді) моншаға немесе колба қыздырғышқа қояды, температура колбада оның қайнауы біркелкі соққысыз және асыра лақтырусыз үлгіде реттелуі тиіс. Соққысыз және асыра лақтырусыз біркелкі қайнауды қамтамасыз ету үшін дөңгелек түпті колбаға алдын ала жуылған және тесілген шыны кішкене шарларды енгізу қажет. Аппараттағы конденсат деңгейін қадағалау қажет және оның дөңгелек түпті колбаға кері лақтырылуына жол бермеу қажет. Бұл үшін конденсат артығын 100 $см^3$ сыйымдылықтағы бөлгіш құйғыштағы үш жүрісті кранның көмегімен дүркін-дүркін төгеді.

Аппараттың 1 сағ жұмысы аяқталған кезде колбадағы айдалатын мөлшердің қайнауы басталған сәттен аппаратты қыздыру көзінен алып тастайды. Аппаратты 10 минут салқындатқаннан кейін конденсатор ауасындағы мөлшерді бұл үшін үш жүрісті кранды қолдана отырып, конденсат артығын құйған сол бөлгіш құйғышқа құяды. Бөлгіш құйғыштағы сулы фазаны конустық колбаға құяды, ал гександы қабатты күкірт қышқылды сусыз натрий қабаты арқылы өткізіп, 50 $см^3$ сыйымдылықтағы дөңгелек түпті (айдалған) колбаға ауыстырады. Сулы фазаны бөлгіш құйғышқа қайтадан салады және 5 $см^3$ -ден 8 $см^3$ дейін н-гександа шайғындайды, сондай-ақ гександы фракцияны күкірт қышқылды сусыз натрийдің қабаты арқылы өткізе отырып, сол дөңгелек түпті (айдалған) колбаға ауыстырады. Гександы сығындыны 0,3 $см^3$-ден 0,5 $см^3$ дейінгі көлемде ротациялық буландырғышты пайдалану арқылы су моншасында (35 °С жоғары емесе температурада), содан кейін ауада немесе азот тогында құрғағанша булайды.

Құрғақ калдық 1 $см^3$ н-гександы, және аликвотты ерітеді, осы көлемнен газды хроматографта хроматографтайды.

6.9.2 Хроматографтау шарттары

$5 \cdot 10^{-3}$ $см^3$ гександы сығындыны шағын шприцпен газды хроматограф буландырғышына енгізеді және 8-кестеде көрсетілген жағдайда талдайды.

8-кесте – Әр түрлі бағаналарда хлорорганикалық пестицидтерді газды хроматографиялық бөлу шарттары

Көрсеткіш атауы	1-бағана		2-бағана		3-бағана
Бағана сыйымдылығы	N-AW-DMCS хроматонда 5 % OV – 17 (0,16 мм-нан 0,20 мм дейін)		N-супер хроматонда 3 % OV-210 (0,125 мм-нан 0,160 мм дейін)		N-AW-DMCS хроматонда 5 % SE-30 (0,16 мм –нан 0,20 мм дейін)
Бағана ұзындығы (см) және ішкі диаметр (мм)	100 × 3	100 × 3	100 × 3	100 × 3	150 × 3
Бағана температурасы, °С	170	210	160	190	190
Буланғыш температурасы, °С	220	220	220	220	210
Детектор температурасы, °С	230	230	230	230	230
Газ тасушы ағынның жылдамдығы, $см^3$/мин	40	40	35	35	60
Енгізілетін сынама көлемі, $см^3$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$
ХОП ұстау уақыты					
γ - ГХЦГ (линдан)	5 мин 32 с	-	4 мин 22 с	-	2 мин 10 с
α – ГХЦГ	3 мин 10 с	-	3 мин 15 с	-	1 мин 20 с
ДДЭ	-	4 мин 3 с	-	4 мин 37 с	7 мин 53 с
ДДТ	-	7 мин 26 с	-	11 мин 42 с	14 мин 00 с
ДДД	-	6 мин 0,3 с	-	6 мин 56 с	10 мин 51 с

6.9.3 Сынақты жүргізгеннен кейін химиялық ыдысты өңдеу

Дөңгелек түпті колбаны 5:1 қатынасындағы сулы-ацетонды қоспаны араластырады, колбаны АПП аппаратына қосады және 15 минуттан 20 минутқа дейін қайнатады. Содан кейін дөңгелек түпті колбаны ажыратады, және АПП тазартылған сумен мұқият жуады. Барлық көмекші шыны ыдысты ацетонмен жуады, содан кейін тазартылған сумен жуады.

6.10 Нәтижелерді өңдеу

6.10.1 Сынамада талданатын Х хлорорганикалық пестицидтердің қалған мөлшерінің шоғырлануы, мг/кг, талданатын сынамада мына формула бойынша сынама дайындау кезінде шығынды ескере отырып, мөлшерлегіш графикке сәйкес есептейді:

$$X = \frac{m_1 V_1 \cdot 10^3}{m_2 V_2 K_n}, \qquad (4)$$

мұндағы m_1, - мөлшерлегіш график бойынша анықталған хлорорганикалық пестицидтің массасы, мг;

V_1 – хроматографиялау үшін аликвот алынған ерітіндінің жалпы көлемі, $дм^3$;

m_2 – талданатын сынама өлшендісінің массасы, г;

V_2 – хроматографқа енгізілген аликвоттар көлемі, $дм^3$;

K_n – сынама дайындау кезінде шығынды ескеретін түзету коэффициенті.

Есептеулерді үшінші ондық белгіге дейін жүргізеді. Соңғы нәтижені екінші ондық белгіге дейін дөңгелектейді.

6.10.2 Талдаудың соңғы нәтижесі үшін екі қосарлас анықтамалар нәтижелерінің орташа арифметикалық мәнін қабылдайды.

Қосарлас анықтамалар арасындағы айырмашылық *r* қайталанушылық шектігінен аспауы тиіс. Барлық анықталатын хлорорганикалық пестицидтер үшін қайталанушылық шектігі 20 % құрайды.

6.10.3 Екі зертханадағы талдау нәтижелерін алу кезінде соңғы нәтижеге екі зертханада алынған талдау нәтижелерінің орташа арифметикалық мәнін қабылдайды. Екі зертханадағы талдау нәтижелерінің арасындағы айырмашылық R жаңғыртушылық шектігінен аспауы тиіс. Барлық анықталған хлорорганикалық пестицидтер үшін жаңғыртушылық шектігі 40 % құрайды.

Дәлдік, қайталанушылық және жаңғыртушылық көрсеткіштерінің мәндері 9-кестеде көрсетілген.

9-кесте – Дәлдік, қайталанушылық және жаңғыртушылық көрсеткіштері

Қосылыс атауы	Қайталанушылық көрсеткіші	Жаңғыртушылық көрсеткіші	Дәлдік көрсеткіші (сенімді ықтималдылық кезінде P = 0,95) ± δ, %
γ - ГХЦГ (линдан)	7	14	30
α – ГХЦГ			
ДДЭ			
ДДТ			
ДДД			
ЕСКЕРТПЕ Жүйелі құрылатын қателіксіз мәнсіз.			

6.11 Нәтижелерді рәсімдеу

6.11.1 X талдауының нәтижесі, мг/кг, құжатта оның қолдануы қарастырылғанда, ол мынадай түрде ұсынылуы мүмкін:

$$X \pm \Delta, \text{ мг/кг}, P = 0{,}95, \quad (5)$$

мұндағы мына формула бойынша есептелінген Δ - P = 0,95 ықтималдылығымен қабылданған дәлдік көрсеткіші:

$$X = \delta \cdot 0{,}01 \cdot X, \quad (6)$$

мұндағы δ – 9-кесте бойынша дәлдік көрсеткішінің мәні.

$\Delta n < \Delta$ шарты кезінде зертханаларда жіберілетін сынақтар нәтижесі X ± Δ, мг/кг, P = 0,95 түрінде рұқсат етіледі, мұндағы ± Δn – зертханада сынау кезінде белгіленген және өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылауды қамтамасыз ететін өлшеу нәтижелерінің қателік сипаттамаларының мәні.

6.12 Өлшеулерді орындау процедураларын орындаушымен бақылау

Өлшеулерді орындау процедураларын орындаушымен бақылау бақылауға арналған үлгілерді қолдану арқылы жүргізіледі. Осындай үлгілердің есебінде (басымдылықтың төмендеу тәртібінде) талданатын өнімі құрамының стандартты үлгілері қолданылады; зертханааралық салыстырмалы тәжірибе негізінде белгіленген талданатын компоненттер құрамына арналған үлгілер; осы әдіспен зертханада бірнеше рет талданған үлгілер.

К нормативті бақылауы бар $K_к$ бақылау процедураларының нәтижесін салыстырады. Бақылау процедураларының нәтижесін мына формула бойынша есептейді:

$$K_к = X - C, \quad (7)$$

мұндағы С – тірек (аттестацияланған) мән, мг/кг;

Х – бақылауға арналған үлгідегі пестицидтердің болуын анықтау нәтижесі, мг/кг.

К бақылауының нормативі есебінде (Δn, мг/кг) әдістемесін іске асыру кезінде және зертханада белгіленген өлшеу қателіктерінің сипаттамасының мәнін қабылдайды; егер бұл мәндер әлі де белгіленбесе (мысалы, әдістемені игеру кезінде), онда Δn орнына Δ мәнін қолданады. Егер $K_к \leq K$ болса, бақылау процедураларының сапасы қанағаттанарлық деп танылады. Теңсіздікті орындамаған кезде (3-формуланы қарау) бақылау процедурасын қайталайды. Қанағаттанарлықсыз нәтиже қайталанған жағдайда қанағаттанарлық нәтижелерге әкелген себептерді табады және жояды.

6.13 Жаңғыртушылық жағдайында алынған нәтижелердің тиімділігін бағалау

Екі зертханада алынған нәтижелер арасындағы айырмашылық жаңғыртушылық шектігінен аспауы тиіс.

Осы шартты орындау кезінде екі нәтиже де тиімді және оның тұжырымы есебінде олардың орташа мәні қолданыла алады.

Жаңғыртушылық шектігін арттырған кезде ГОСТ Р ИСО 5725-6 сәйкес өлшеу нәтижелерінің тиімділігін бағалау әдістері қолданылуы мүмкін.

7 Өлшеулер нәтижелерінің сапасын бақылау

Өлшеулер нәтижелерінің сапасын бақылау зертханада әдістемені іске асыру кезінде қарастырады:

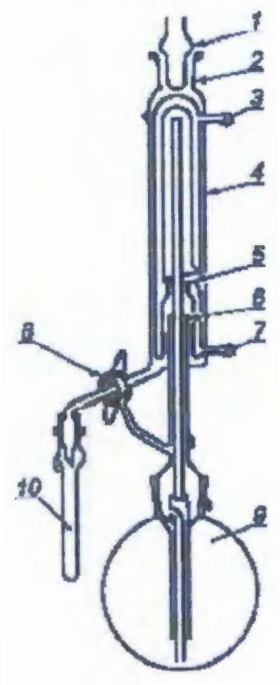
- нәтижелердің тиімділігін бағалау негізінде, қайталанушылық жағдайында өлшеулерді орындау процедураларын орындаушымен бақылау;
- жеке бақылау процедураларын іске асыру кезінде өлшеу қателіктерін бағалау негізінде өлшеулерді орындау процедураларын орындаушымен бақылау;
- қателік және дәл нәзіктік аралық (ішкі зертханалық) ОША, қайталанушылықтың орташа шаршылық ауытқуы (ОША) тұрақтылығын бақылау негізінде өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылау.

Жекелеген бақылау процедуралары кезінде іске асырылу кезінде өлшеу қателігін бағалау негізінде талдауды орындау процедураларын орындаушымен бақылау мерзімділігі, сондай-ақ өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылаудың іске асырылатын процедуралары зертхана сапасы жөніндегі нұсқаулықта регламенттеледі.

Өлшеу дәлдігін бақылау (қайталанушылық және жаңғыртушылық) ГОСТ ИСО 5725-1 және ГОСТ ИСО 5725-2 талаптарына сәйкес жүргізеді.

Қайталанушылық (ұқсастық) және жаңғыртушылық жағдайында алынған өлшеу нәтижелерінің тиімділігін тексеру ГОСТ ИСО 5725-6 бойынша жүзеге асырылады.

А қосымшасы
(міндетті)



1 бос орын; *2* - конденсатордың жоғарғы тілімтасы, *3* жоғарғы істік (суды ағызу); *4* — конденсатор; 5 — конденсаттын максималды деңгейі; *6* — су ағызу түтігінің деңгейі 7 төменгі істік (судың кіруі)· 8 — үш жүріст кран. 9 — тілімтасы бар дөңгелек түпті колба; *10* — тілімтасы бар кабылдау түтігі

А.1-суреті – Хлорорганикалық пестицидтердің шайғындауына және сығындысын тазартуға арналған аппарат

ӘӨЖ 502.5+612.39.7/.8+663.97:[543.393:543.544]:35 **МСЖ 13.060.01 67.040 65.120 65.020.20**

Түйінді сөздер: пестицидтер, жұқа қабатты хроматография, жоғары тиімділікті сұйықтықты хроматография, газ сұйықтықты хроматография, хроматографиялық бағаналар

188

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА, ПРОДУКТЫ ПИТАНИЯ, КОРМА И ТАБАЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Определение хлорорганических пестицидов хроматографическими методами

СТ РК 2011-2010

Издание официальное

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

Астана

99

Предисловие

1 **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета технического регулирования и метрологии и ТК по стандартизации № 71 в области экологической безопасности «Объекты окружающей среды. Промышленные отходы».

2 **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 08 ноября 2010 г. № 500-од.

3 В настоящем стандарте реализованы положения Закона Республики Казахстан «О техническом регулировании» от 9 ноября 2004 года № 603-II и учтены требования «Методические указания по групповой идентификации хлорорганических пестицидов и их метаболитов в биоматериале, продуктах питания и объектах окружающей среды методом адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографии» № 6129-91 от 29.07.91г., Клисенко, том 1, ЛИВ Антонов 1989г., ГОСТ Р 52698-2006.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2014 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 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 в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Требования к выполнению измерений	3
4 Метод тонкослойной хроматографии	3
5 Метод адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографии	13
6 Определение ХОП в комбикормах и комбикормовом сырье методом газожидкостной хроматографии	16
7 Контроль качества результатов измерений	25
Приложение А (обязательное)	26

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВОДА, ПРОДУКТЫ ПИТАНИЯ, КОРМА И ТАБАЧНЫЕ ИЗДЕЛИЯ

Определение хлорорганических пестицидов хроматографическими методами

Дата введения 2012-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения хлорорганических пестицидов (далее ХОП): ДДТ - 4,4'-дихлордифенилтрихлорэтана и его метаболитов: ДДД - 4,4'-дихлордифенилдихлорэтана и ДДЭ - 4,4'-дихлордифенилдихлорэтилена; ГХЦГ и его изомеров: линдана - гамма-изомера гексахлорциклогексана, альфа - изомера гексахлорциклогексана, бета-изомера гексахлорциклогексана, гексахлорбензол, гептахлора, кельтана и альдрина тонкослойной, высоко эффективной жидкостной и газожидкостной хроматографией.

Настоящий стандарт распространяется на воду, продукты питания, корма и табачные изделия.

Технические требования к контролируемому показателю установлены в Техническом регламенте «Требования к безопасности кормов и кормовых добавок», Техническом регламенте «Требования к безопасности питьевой воды для населения», Техническом регламенте «Требования к безопасности мяса и мясной продукции», Технический регламент «Требования к безопасности молока и молочной продукции», «Санитарно-эпидемиологические требования к пищевой продукции».

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

Технический регламент «Общие требования к пожарной безопасности» от 16.01.2009г. № 14, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

Технический регламент «Требования к безопасности пожарной техники для защиты объектов» от 16.01.2009г. № 16, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

Технический регламент «Требования к безопасности молока и молочной продукции», от 11.03.2008 года № 230, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

Технический регламент «Требования к безопасности кормов и кормовых добавок» от 18 марта 2008г. № 263, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

Технический регламент «Требования к безопасности мяса и мясной продукции» от 8.04.2008 года № 336, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстана.

Технический регламент «Требования к безопасности питьевой воды для населения» от 13.05.2008г. № 456, утвержден Постановлением Правительства Республики Казахстан.

Издание официальное

СТ РК 1.9-2007 Порядок применений международных, региональных и национальных стандартов и нормативных документов по стандартизации в Республике Казахстан.

СТ РК 2.21-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.

СТ РК 2.30-2007 ГСИ РК. Порядок проведения метрологической аттестации средств измерений.

СТ РК 2.4-2007 ГСИ РК. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения.

СТ РК 2.75-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок аттестации испытательного оборудования.

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 1277-75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия.

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

ГОСТ 2603-79 Ацетон. Технические условия.

ГОСТ 3760-79.Реактивы. Аммиак водный. Технические условия.

ГОСТ 3956-76 Силикагель технический. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия.

ГОСТ 4201-79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия.

ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия.

ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 5962-67 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 - Вода дистиллированная. Технические условия.

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

ГОСТ 9293-74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия.

ГОСТ 10929-76 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия.

ГОСТ 21400-75 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 25706-83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ ИСО 5725-1-2003. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

ГОСТ ИСО 5725-2-2003. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений.

ГОСТ ИСО 5725-6-2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.

---

* Применяется в соответствии СТ РК 1.9.

ГОСТ Р 51419-99* Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Подготовка испытуемых проб.

«Санитарно-эпидемиологические требования к пищевой продукции», Приказ МЗ РК № 611 от 6.08.10г.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы 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 затрагивающий эту ссылку.

3 Требования к выполнению измерений

3.1 Условия безопасного проведения работ

3.1.1 К практическому выполнению анализов допускаются специалисты, прошедшие инструктаж по технике безопасности при работе в лаборатории (с отметкой в журнале инструктажа) и ознакомившиеся с настоящим стандартом.

3.1.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

3.1.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по Техническому регламенту «Общие требования к пожарной безопасности» и иметь средства пожаротушения в соответствии с Техническим регламентом «Требования к безопасности пожарной техники для защиты объектов».

3.2 Требования к квалификации специалистов

Измерения может проводить специалист, владеющий техникой лабораторных работ и изучивший инструкцию по эксплуатации, используемого оборудования.

3.3 Условия выполнения измерений

- температура окружающего воздуха (20 ± 10) °С;
- атмосферное давление от 84 кПа до 106,7 кПа;
- относительная влажность (65 ± 15) %.

3.4 Необходимо соблюдать правила безопасности при работе с органическими растворителями, токсичными веществами, концентрированными кислотами.

4 Метод тонкослойной хроматографии

4.1 Сущность метода

Метод основан на хроматографии хлорсодержащих пестицидов в тонком слое в различных системах подвижных растворителей после экстракции их из исследуемых образцов и очистке экстрактов.

4.2 Метрологическая характеристика метода указана в Таблице 1.

Таблица 1 - Метрологическая характеристика

Анализируемая проба	Предел обнаружения, мг/дм^3 или мг/кг	Число параллельных определений, n	Стандартное отклонение, S %	Относительное отклонение,Sr %	Доверительный интервал при n=5 и a=0,95, %
Вода	0,005	7	10	10,7	93,0 ± 7,7
Вино	0,005	7	12	13,3	90,0 ± 9,0
Овощи	0,050	7	12	14,4	83,0 ± 9,0
Фрукты	0,050	6	9	11,1	81,0 ± 7,4
Зерно	0,050	7	10	13,3	75,0 ± 7,5
Трава	0,025	10	12	16,2	74,0 ± 7,6
Молоко	0,040	13	16	18,6	86,0 ± 8,9
Сливочное масло	0,050	8	17	20,0	83,0 ± 12,0
Рыба	0,050	10	12	14,1	83,0 ± 7,6
Мясо	0,050	10	15	17,2	87,0 ± 9,5
Животный жир	0,040	6	12	14,6	82,0 ± 9,9
Сахар	0,020	6	5	5,1	97,0 ± 4,13

Диапазон определяемых концентраций от 0,005 мг/кг до 2,0 мг/кг или мг/дм^3.

4.3 Аппаратура, материалы и реактивы

4.3.1 Аппаратура и материалы

- весы аналитические специального класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0001 г, по ГОСТ 24104;
- весы лабораторные высокого класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г, по ГОСТ 24104;
- испаритель ротационный по действующей нормативной документации;
- аппарат для встряхивания по действующей нормативной документации;
- облучатель хроматографический УФС-254 или ртутно-кварцевая лампа ПРК-4;
- колбы перегонные К-1-250-29/32 по ГОСТ 25336;
- колбы Гр-25-14/23 по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 2-50-2; 2-100-2; 2-500-2 по ГОСТ 1770;
- воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336;
- колба коническая Кн-1-250-29/32 по ГОСТ 25336;
- цилиндры мерные 1-50, 1-100 по ГОСТ 1770;
- пробирки с притертыми пробками вместимостью 10 см^3 по ГОСТ 25336;
- стеклянные банки с притертыми крышками, вместимостью 500, 1000 см^3№;
- воронки делительные ВД-100-29/32, ВД-250-29/32 по ГОСТ 25336;
- стакан В-1-50 по ГОСТ 25336;
- пипетки 1-2-2-5, 1-2-2-10 по ГОСТ 29227.;
- палочка из химико-лабораторного стекла по ГОСТ 21400;
- бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026 или фильтры бумажные;
- пластинки хроматографические по действующей нормативной документации;
- камера для хроматографирования: сосуд с плоским дном, закрывающийся пришлифованной крышкой, или эксикатор по ГОСТ 25336;
- пульверизатор стеклянный;
- колонка стеклянная хроматографическая для очистки экстрактов из продуктов,

содержащих жир: узкая часть - длина (50 ± 2) см, диаметр (1,7 ± 0,3) см, широкая часть - длина (1,5 ± 2) см, диаметр (2,5 ± 0,2) см.

4.3.2 Реактивы

- кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч., плотностью 1,84 г/см^3;
- гексан, ч., очищенный концентрированной серной кислотой, отмытый дистиллированной водой, высушенный кристаллическим едким кали и перегнанный с дефлегматором;
- ацетон по ГОСТ 2603, х.ч., перегнанный;
- аммиак водный по ГОСТ 3760, ч.д.а.;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 5962;
- хлороформ, х.ч., перегнанный по ГОСТ 20015;
- эфир диэтиловый по действующей нормативной документации;
- водорода пероксид по ГОСТ 10929, 30 %-ный раствор;
- натрий сульфат безводный по ГОСТ 4166, ч.;
- натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201, ч. д. а.;
- калий щавелевокислый по действующей нормативной документации;
- натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.;
- четыреххлористый углерод по действующей нормативной документации;
- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х.ч.;
- силикагель марки АСК, измельченный и просеянный через сито 0,30 мм по ГОСТ 3956;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- уголь активированный любой марки;
- бумага индикаторная универсальная для определения pH;
- стандартные государственные образцы (ГСО) состава хлорорганических пестицидов: ДДТ, ДДД, ДДЭ, ГХЦГ вещества гарантированной частоты с содержанием основного вещества не менее 90 %;
- аттестованные смеси состава растворов хлорорганических пестицидов: ДДТ, ДДД, ДДЭ, ГХЦГ.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду, реактивы имеющие аналогичные метрологические характеристики или выше.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа в соответствии с СТ РК 2.21 или метрологической аттестации в соответствии с СТ РК 2.30, поверке средств измерений в соответствии с СТ РК 2.4 и внесению в реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан, испытательное оборудование подлежит аттестации в соответствии с СТ РК 2.75».

4.4 Подготовка к испытаниям

4.4.1 Очистка силикагеля марки АСК

В стакан насыпают силикагель, заливают гексаном, перемешивают, гексан сливают. Промывку повторяют три раза. Промытый силикагель прокаливают при температуре 180 °С в течение 2 ч. Хранят в плотно закрытой стеклянной банке.

4.4.2 Очистка ваты

В коническую колбу помещают вату, заливают гексаном, выдерживают 15 мин. Операцию повторяют два раза. Очищенную вату сушат на воздухе под тягой. Хранят в закрытой стеклянной банке.

4.4.3 Подготовка хроматографической колонки для очистки от жиров

В нижнюю часть колонки помещают кусочек очищенной ваты, насыпают силикагель АСК на высоту (26,0 ± 0,5) см, уплотняют постукиванием по колонке деревянной

палочкой. Затем помещают силикагель, пропитанный серной кислотой в отношении 4:1 (по массе), на 3 см, далее насыпают безводный сульфат натрия слоем (1,0 ± 0,5) см. Через колонку пропускают 30 см^3 гексана и отжимают резиновой грушей. Эффективность колонки проверяют, внося 5 см^3 смеси хлорорганических пестицидов с заданной концентрацией (в пределах от 0,1 мг до 0,2 мкг). Дают возможность раствору впитаться в колонку, а затем элюируют пестициды 50 см^3 гексана со скоростью одна капля в секунду.

4.4.4 Хроматографическая колонка для очистки экстрактов из проб шротов (не обогащенных липидами), жмыхов и лузги.

Хроматографическую колонку заполняют на высоту 1 см стеклянной ватой, затем в колонку вносят просеянную окись алюминия (А) слоем 2,5 см или окись кремния слоем 3,5 см, далее засыпают, не утрамбовывая, комочки окиси алюминия (кремния), пропитанные серной кислотой, высота слоя (Б) 2,5 см. Каждый слой последовательно промывают гексаном (всего 30 см^3). Для анализа жмыхов и шротов, обогащенных липидами, слои окиси алюминия следует увеличить соответственно до 5 (А) и 3 см (Б), а при использовании окиси кремния до 6 (А) и 3 см (Б).

4.4.5 Приготовление проявляющих реактивов

Раствор 1. 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 7 см^3 аммиака и доводят объем до 100 см^3 ацетоном. Раствор хранят в течение 3 дней в холодильнике.

Раствор 2. 0,25 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают 2,5 см^3 дистиллированной воды, 5 см^3 2-феноксиэтанола, доводят до метки ацетоном и добавляют 3 капли 30 %-ного раствора пероксида водорода.

4.4.6 Подготовка хроматографической камеры

В хроматографическую камеру за 30 мин до начала хроматографирования заливают смесь подвижных растворителей для насыщения ее парами. Объем подвижного растворителя в камере должен находиться на высоте не более чем 0,5 см от уровня дна.

4.4.7 Приготовление основных растворов пестицидов с массовой концентрацией 100 мкг/см^3

Для приготовления основного раствора любого пестицида используют государственный стандартный образец в соответствии с инструкцией и паспортом.

Хранят основные растворы в колбах с притертой пробкой в холодильнике в течение 6 мес.

4.4.8 Подготовка пластин "Силуфол" для хроматографирования

- пластинки для хроматографии «Силуфол UV-254» перед использованием импрегнируют о-толидином. Для этого каждую пластинку погружают в 0,1 %-ный раствор о-толидина в ацетоне, налитого в камеру для хроматографирования. После того как фронт растворителя поднимется до верхнего края пластинки, ее вынимают и высушивают на воздухе, избегая прямого солнечного света, пластинка готова к употреблению. Пластинки, импрегнированные о-толидином, хранят в эксикаторе.

- пластины перед употреблением промывают. Для этого в хроматографическую камеру наливают систему растворителей ацетон-аммиак (1:1) на высоту от 5 мм до 7 мм и помещают туда пластинки в вертикальном положении. После того, как линия фронта подвижного растворителя поднимется, не доходя 10 мм до верха пластинки, ее вынимают высушивают на воздухе, затем активируют в сушильном шкафу при температуре 110 °С от 15 мин до 30 мин. Перед употреблением с вертикальных сторон пластинки удаляют слой в 3 мм, что способствует выравниванию фронта растворителя.

4.5 Отбор проб

Отбор проб и подготовка их к испытанию - в соответствии с нормативной документацией на конкретную продукцию.

4.6 Проведение испытаний

4.6.1 Экстракция

4.6.1.1 Экстракция и очистка экстракта из воды и вина

Пробу 200 $см^3$ помещают в делительную воронку и экстрагируют пестициды, встряхивая в течение 3 мин, гексаном или эфиром тремя порциями по 30 $см^3$, или диэтиловым эфиром тремя порциями по 50 $см^3$. В объединенные экстракты насыпают 10 г безводного сернокислого натрия или фильтруют через воронку, заполненную на 2/3 сернокислым натрием. Экстракты переносят в прибор для отгонки растворителей и отгоняют растворитель до объема от 0,2 $см^3$ до 0,3 $см^3$. В случае необходимости экстракт чистят серной кислотой.

4.6.1.2 Экстракция и очистка экстракта из овощей и фруктов

Измельченную пробу 20 г помещают в колбу с притертой пробкой и проводят экстрагирование пестицидов трижды в течение 15 мин на аппарате для встряхивания гексаном или эфиром порциями по 30 $см^3$. Объединенные экстракты сушат безводным сернокислым натрием, переносят в прибор для отгонки растворителей, отгоняют растворитель объемом от 0,2 $см^3$ до 0,3 $см^3$ и наносят на пластинку.

4.6.1.3 Экстракция и очистка экстракта из зерна и грибов

Из измельченных проб отбирают 20 г зерна, 50 г сырых или 10 г сухих грибов и помещают в колбы с притёртыми пробками. Экстракцию пестицидов проводят трижды на приборе для встряхивания гексаном или эфиром порциями по 30 $см^3$. Объединенные экстракты переносят в делительную воронку, прибавляют 10 $см^3$ насыщенного раствора безводного сернокислого натрия в серной кислоте и осторожно встряхивают несколько раз. Отделяют органический слой и повторяют обработку до тех пор, пока кислота не станет бесцветной. Экстракт промывают дистиллированной водой, сушат безводным сернокислым натрием и отгоняют растворитель.

4.6.1.4 Экстракция и очистка экстракта из яблок, капусты, травы и сена

Пробы 20 г измельченных яблок, 20 г капусты, 40 г травы и 20 г сена заливают 100 $см^3$ ацетона в колбах с притертой пробкой. Встряхивают 3 мин, прибавляют 20 $см^3$ дистиллированной воды и охлаждают на льду 30 мин. Экстракт сливают и фильтруют холодным, экстракцию повторяют. Из объединенных водно-ацетоновых экстрактов отгоняют ацетон, а из водного остатка экстрагируют препараты гексаном тремя порциями по 10 $см^3$ в течение 10 мин. Гексановые экстракты очищают серной кислотой, насыщенной безводным сернокислым натрием. Сушат безводным сернокислым натрием. Отгоняют растворитель до небольшого объема и наносят на пластинку.

Если очистка неполная (после испарения растворителя на колбе остается белый налет), экстракт испаряют досуха, остаток смывают холодным ацетоном 3 раза порциями по 0,2 $см^3$ и сразу наносят на пластинку.

4.6.1.5 Экстракция и очистка экстракта из комбикорм

Для исследования берут навеску 40 г, увлажняют ее в колбе 60 $см^3$ дистиллированной воды. Увлажненную навеску оставляют на ночь в колбе с закрытой пробкой. Экстракцию пестицидов проводят дважды от 50 $см^3$ до 100 $см^3$ смеси гексана и ацетона (1:1) при встряхивании в течение 2 ч. Экстракты объединяют в делительной воронке на 500 $см^3$, прибавляют дважды по 50 $см^3$ дистиллированной воды и после разделения слоев нижний водный слой сливают в другую делительную воронку и экстрагируют пестициды 40 $см^3$ гексана. Водный слой сливают. Гексановые экстракты объединяют, фильтруют через воронку с бумажным фильтром, заполненным на 2/3 безводным сернокислым натрием. Экстракты упаривают на ротационном испарителе до объема от 20 $см^3$ до 30 $см^3$ или досуха, растворяя затем сухой остаток в от 20 $см^3$ до 30 $см^3$ гексана или эфира. Экстракт переносят в делительную воронку и производят

очистку серной кислотой, как описано выше.

4.6.1.6 Экстракция и очистка экстракта из шрота, лузги, жмыха

Навески шрота, обогащенного липидами, жмыха (15 г), не обогащенного липидами, и лузги (20 г) делят на равные части и помещают в колбы вместимостью от 100 $см^3$ до 250 $см^3$ с притертыми пробками, заливают гексаном (три объема гексана на одну весовую часть шрота), встряхивают на приборе для встряхивания 30 мин. Экстракт фильтруют через воронку Бюхнера, не перенося осадок на воронку. В колбу повторно заливают указанное количество гексана, встряхивают 30 мин, фильтруют, количественно переносят осадок на воронку Бюхнера с помощью 30 $см^3$ гексана (3 раза по 10 $см^3$). Полученный экстракт выпаривают до 30 $см^3$ на ротационном испарителе или в токе воздуха при температуре не выше 40 °С, остаток делят на две равные части и помещают в морозильную камеру холодильника на 1 ч (не менее). Каждую часть пропускают через отдельную колонку с окисью алюминия или окисью кремния, пропитанных серной кислотой, со скоростью 2 $см^3$/мин промывают колбу и колонку 50 $см^3$ охлажденной смеси этилового эфира с гексаном (15:85). Данную операцию необходимо проводить без перерыва, не оставляя на следующий день.

Очищенные экстракты объединяют и упаривают до объема 1 $см^3$. Остаток из колбы переносят количественно микропипеткой с помощью резиновой груши в пробирку на 1 $см^3$, колбу и микропипетку 2 или3 раза промывают небольшим количеством гексана (всего от 0,3 $см^3$ до 0,5 $см^3$), сливая его в ту же пробирку. Затем осторожно выпаривают гексан из пробирки на водяной бане при температуре 50 °С почти досуха (конечный объем 3 капли). Если общий объем экстракта и промывной жидкости превышает 1 $см^3$, то сначала выпаривают экстракт, постепенно прибавляя к нему промывную жидкость. При наличии в упаренном экстракте белого мазеобразного осадка в пробирку добавляют 5 капель гексана и помещают ее от 15 мин до 20 мин в морозильную камеру холодильника, затем декантируют дважды таким же количеством гексана и снова упаривают до конечного объема 3 капли.

Параллельно с исследуемыми образцами готовят два модельных экстракта. Каждый экстракт получают из 1 г шрота, не содержащего пестицидов (соотношение сухого вещества и пестицида то же, что и в исследуемых образцах). В один из экстрактов перед очисткой на колонке вносят микрошприцем (микропипеткой) определяемые пестициды в количестве 3 мкг, в другой 0,75 мкг. Упаренные исследуемые и модельные экстракты с помощью микрошприца или микропипетки количественно наносят на пластинку, трижды смывая пробирку небольшим количеством гексана.

4.6.1.7 Экстракция и очистка экстракта из рыбы, мяса и мясопродуктов

Мясо и мясопродукты пропускают через мясорубку. Рыбу очищают от чешуи, внутренних органов и тоже пропускают через мясорубку. Пробу 20 г перемешивают с безводным сернокислым натрием и помещают в колбу с притертой пробкой. Пестициды экстрагируют дважды смесью гексана и ацетона или эфира и ацетона в соотношении 1·1 порциями по 50 $см^3$ в течение 1,5 ч при встряхивании. Экстракт фильтруют через воронку с бумажным фильтром, заполненным на 2/3 безводным сернокислым натрием, затем растворитель отгоняют, сухой остаток растворяют в 20 $см^3$ гексана и вносят его в колонку с силикагелем АСК. После впитывания экстракта в сорбент пестицид элюируют 110 $см^3$ смеси бензола с гексаном в соотношении 3:8 порциями от 25 $см^3$ до 30 $см^3$. Элюат собирают в круглодонную колбу со шлифом емкостью от 250 $см^3$ до 300 $см^3$. Через 10 мин после впитывания последней порции растворителя сорбент отжимают с помощью груши. Элюат отгоняют до объема 0,1 $см^3$ и наносят на хроматографическую пластинку.

В том случае, если пробы мяса или рыбы содержит большое количество жира, после испарения первого экстрагента (смеси ацетона с гексаном) и растворения сухого остатка в гексане следует провести очистку гексанового экстракта серной кислотой, а затем

колоночную очистку, как описано выше.

4.6.1.8 Экстракция и очистка экстракта животного жира, яйца, яичного порошка

Жир измельчают на мясорубке, яичный порошок тщательно перемешивают, в яйце отделяют желток от белка, взвешивают желток и белок, а для анализа берут только желток. Конечный расчет содержания хлорорганических пестицидов в яйце приводят на все яйцо. Желтки тщательно перемешивают, пробу 25 г из подготовленного образца заливают 50 $см^3$ ацетона, перемешивают и нагревают на горячей водяной бане до закипания растворителя. Колбу охлаждают, добавляют в нее 10 $см^3$ охлажденного 2 %-ного раствора сернокислого натрия, перемешивают и охлаждают 45 мин на ледяной бане. Затем сливают ацетоновый слой в круглодонную колбу через слой обезжиренной ваты. Экстракцию ацетоном с последующим вымораживанием жира повторяет еще 2 раза.

Из объединенных экстрактов отгоняют ацетон на ротационном испарителе или в приборе для отгонки растворителей (температура бани не более (70 ± 2) °С) и трижды экстрагируют эфиром порциями 20, 10 и 10 $см^3$. Продолжительность первой экстракции 1 ч, последующих 15 мин. Эфир переносят в делительную воронку с 40 $см^3$ 2 %-ного водного раствора сернокислого натрия, перемешивают содержимое в течение 2 мин, дают слоям разделиться и водную фазу отбрасывают. Чтобы улучшить разделение слоев, можно добавить несколько миллилитров насыщенного раствора сернокислого натрия.

Операцию промывки экстракта повторяют еще 2 раза, после чего эфир сливают в стакан с 20 г безводного сернокислого натрия, ополаскивают делительную воронку дважды 5 $см^3$ эфира. Подсушенный экстракт количественно переносят в мерный цилиндр на 50 $см^3$ и доводят объем раствора эфиром до 30 $см^3$.

Далее наносят 30 $см^3$ экстракта в колонку с силикагелем АСК, как указано выше. Для проб свиного жира насыпают 75 $см^3$ силикагеля АСК, для всех остальных проб 70 $см^3$. Очистку экстрактов проводят так же, как описано для проб мяса. Элюат собирают в круглодонную колбу на 150 $см^3$, растворитель упаривают до объема нескольких капель и наносят на хроматографическую пластинку.

4.6.1.9 Экстракция и очистка экстракта из меда

Пробу меда 30 г смешивают с 3 г безводного сернокислого натрия и трижды экстрагируют пестициды гексаном порциями по 30 $см^3$, каждый раз по 15 мин, тщательно растирая мед стеклянной палочкой в узком химическом стакане. Экстракты объединяют и отгоняют гексан до объема 30 $см^3$ или до небольшого объема, далее доводят экстракт до 30 $см^3$ гексаном. 30 $см^3$ экстракта вносят в хроматографическую колонку с силикагелем АСК и проводят очистку экстракта и испарение растворителя так, как описано выше.

4.6.1.10 Экстракция и очистка экстракта из сахара

Из навески 50 г сахара, предварительно растворенного в воде, пестициды экстрагируют в делительной воронке на 250 $см^3$ гексаном. Экстракцию пестицидов проводят трижды по 50, 25 и 25 $см^3$ растворителя, каждый раз встряхивая по 5 мин. Объединенные гексановые экстракты очищают от коэкстрактивных веществ (красящие, аминокислоты, липиды) сернокислотным способом.

4.6.1.11 Экстракция и очистка экстракта из молока и цельномолочных продуктов

Для подготовки проб можно использовать один из приведенных способов.

4.6.1 11.1 Первый способ

Он применим для работы со сливками, сметаной, молоком и другими цельномолочными продуктами. Для, анализа берут 20 г сливок и сметаны, которые разводят равным объемом дистиллированной воды, к 50 $см^3$ молока, кефира прибавляют концентрированную серную кислоту от 30 $см^3$ до 40 $см^3$ до полного почернения пробы. Охлажденный от 10 °С до 15 °С раствор переносят в делительную воронку и экстрагируют препараты гексаном 2 раза порциями по 25 $см^3$. Для полного извлечения воронку встряхивают 2 мин, затем оставляют ее на 30 мин до полного разделения слоев. Если

образуется эмульсия, прибавляют от 1 см^3 до 2 см^3 этилового спирта. К объединенным экстрактам и делительной воронке прибавляют 10 см^3 концентрированной серной кислоты, насыщенной сернокислым натрием, и осторожно встряхивают несколько раз. Очистку продолжают до получения бесцветной серной кислоты.

При анализе творога и сыра 50 г творога или 10 г измельченного на терке сыра заливают 40 см^3 гексана или эфира, непрерывно встряхивают от 2 мин до 3 мин и оставляют на 30 мин. Экстракцию повторяют. Объединенные экстракты в делительной воронке очищают серной кислотой, как указано выше.

4.6.1.11.2 Второй способ

Его применяют для анализа молока, кефира, простокваши, кумыса и других цельномолочных продуктов. Пробу продукта 25 см^3 помещают в делительную воронку на 300 см^3, приливают по 5 см^3 5 % щавелевокислого калия и насыщенного раствора хлористого натрия, перемешивают, приливают 100 см^3 ацетона, встряхивают 2 мин. Приливают 100 см^3 хлороформа и встряхивают 2 мин. Воронку оставляют до полного разделения слоев. Верхнюю фазу отбрасывают, а нижнюю выливают в круглодонную колбу со шлифом и испаряют растворитель досуха. Остаток смывают 30 см^3 гексана.

4.6.1.12 Экстракция и очистка экстракта из сгущенного молока, 10 и 20%-ных сливок

К 10 г продукта прибавляют 10 см^3 насыщенного раствора хлористого натрия и выливают в делительную воронку вместимостью 150 см^3. К смеси приливают 40 см^3 ацетона, встряхивают 2 мин, приливают 60 см^3 хлороформа, встряхивают от 2 мин от 3 мин и оставляют до разделения фаз. Далее поступают, как при определении пестицидов в молоке.

4.6.1.13 Экстракция и очистка экстракта из сгущенных молочных продуктов

Навеску продукта 10 г помещают в стаканчик, заливают 10 см^3 воды температурой от 45 °С до 50 °С, перемешивают и переносят в делительную воронку на 150 см^3, добавляют 5 см^3 щавелевокислого калия. Содержимое воронки перемешивают, приливают 80 см^3 ацетона и встряхивают от 2 мин до 3 мин. Добавляют 100 см^3 хлороформа и встряхивают от 5 мин до 7 мин. После разделения фаз нижнюю фазу сливают в круглодонную колбу, растворители отгоняют, а сухой остаток растворяют в 30 см^3 эфира.

4.6.1.14 Экстракция и очистка экстракта из сухих молочных продуктов

Навеску сухих молочных продуктов 3 г (сливок 2 г) высыпают в стаканчик, приливают 15 см^3 дистиллированной воды температурой от 40 °С до 45 °С, размешивают и переносят в делительную воронку вместимостью 300 см^3, приливают по 5 см^3 щавелевокислого калия и насыщенного раствора хлористого натрия. Содержимое воронки перемешивают, добавляют 80 см^3 ацетона и встряхивают от 3 мин до 5 мин, приливают 100 см^3 хлороформа, встряхивают 5 мин и оставляют от 3 мин до 5 мин (до разделения фаз). Нижнюю фазу сливают в круглодонную колбу, растворитель отгоняют, а остаток смывают 30 см^3 гексана.

4.6.1.15 Экстракция и очистка экстракта из сметаны, 30 и 40%-ных сливок

Навеску продукта 5 г отвешивают в стаканчик, приливают 10 см^3 насыщенного раствора хлористого натрия и переносят в делительную воронку вместимостью 150 см^3. Стаканчик обмывают 40 см^3 ацетона, смывы переносят в делительную воронку, которую встряхивают от 2 мин до 3 мин, добавляют 70 см^3 хлороформа и встряхивают 2 мин. Воронку оставляют на несколько минут до разделения фаз, нижнюю фазу сливают в колбу для отгонки растворителей, растворители отгоняют, а остаток смывают 30 см^3 гексана.

4.6.1.16 Экстракция и очистка экстракта из творога и сыра

Навеску 10 г творога или измельченного на терке сыра растирают с 10 см^3 насыщенного раствора хлористого натрия и переносят в делительную воронку на от 250 см^3 до 300 см^3. Прибавляют 80 см^3 ацетона, встряхивают 2 мин, приливают 100 см^3

хлороформа и вновь встряхивают.

Нижнюю фазу используют для анализа после отгонки растворителей, растворив остаток в 30 см^3 гексана.

Далее проводят очистку экстрактов из проб молока и молочных продуктов от молочного жира, подготовленных по второму способу. Для этого 30 см^3 экстракта вносят в колонку с 70 см^3 силикагеля АСК. После впитывания экстракта в сорбент пестицид элюируют 110 см^3 смеси бензола с гексаном (3:8) порциями от 25 см^3 до 30 см^3. Элюат собирают в круглодонную колбу от 250 см^3 до 300 см^3. Через 10 мин после впитывания последней порции растворителя сорбент отжимают с помощью резиновой груши. После очистки растворители отгоняют под вакуумом.

4.6.1.17 Экстракция и очистка экстракта из сливочного масла

20 г сливочного масла растапливают на водяной бане в круглодонной колбе, прибавляют 50 см^3 ацетона, тщательно перемешивают до растворения - жира, прибавляют 10 см^3 ледяной дистиллированной воды и охлаждают на льду до затвердения жира 30 мин. Сливают ацетоновый экстракт и процедуру повторяют еще 2 раза. Из объединенных экстрактов в круглодонной колбе ацетон отгоняют на водяной бане. Пестициды экстрагируют из оставшегося водного экстракта гексаном тремя порциями по 10 см^3 в течение 5 мин. Объединенные гексановые экстракты в делительной воронке обрабатывают серной кислотой с сернокислым натрием. Очищенный экстракт сушат безводным сернокислым натрием и упаривают.

4.6.1.18 Экстракция и очистка экстракта из табака и табачных изделий

Навеску табака 5 г помещают в стеклянный стакан на 500 см^3, заливают 50 см^3 концентрированной серной кислоты и стеклянной палочкой тщательно размешивают до полного равномерного обугливания пробы. Спустя, от 10 мин до 15 мин в колбу добавляют 25 см^3 гексана, тщательно размешивают содержимое и прибавляют 25 см^3 четыреххлористого углерода. Экстракцию пестицидов из пробы проводят в течение 15 мин трижды, после чего экстракт последовательно переносят в делительную воронку для однократной или двукратной дополнительной очистки серной кислотой.

4.7 Хроматографирование

На хроматографическую пластинку на расстоянии 1,5 см от ее края шприцем или микропипеткой наносят исследуемую пробу в одну точку на линию старта, находящуюся от нижнего края на расстоянии 1 см так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Остаток экстракта в колбочке смывают тремя порциями по 0,2 см^3 диэтилового эфира, которые наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные образцы, содержащие 10, 5 и 1 мкг исследуемых препаратов (или другие концентрации, близкие к определяемым). Затем пластинки подсушивают на воздухе.

Пластинки с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования с подвижным растворителем При использовании пластинок с тонким слоем окиси алюминия или силикагеля в качестве подвижного растворителя применяют гексан или смесь гексана с ацетоном (6:1) для препаратов, у которых величина Rf в гексане ниже 0,3.

При использовании пластинок «Силуфол» подвижный растворитель – 1 %-ный раствор ацетона в гексане, а на пластинках «Силуфол», импрегнированных о-толидином, - гексан с диэтиловым эфиром (49:1). Край пластинки с нанесенными растворами может быть погружён в подвижный растворитель не более чем на 0,5 см.

При использовании пластинок "Сорбфил" применяется система подвижных растворителей ацетонитрил-вода (2:1).

После того как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут для испарения растворителя. Далее пластинку

орошают проявляющим реактивом и подвергают действию ультрафиолетового света в течение от 10 мин до 15 мин. Пластинки следует располагать на расстоянии 20 см от источника света. При наличии хлорорганических пестицидов на пластинке появляются пятна серо-черного цвета.

При использовании для анализа пластинок «Силуфол», импрегнированных о-толидином, их непосредственно после хроматографирования подвергают облучению ультрафиолетовым светом в течение нескольких минут, При наличии хлорорганических пестицидов в этом случае проявляются пятна сине-голубого цвета.

По значениям соответствующих R_f определяют, какие пестициды присутствуют в продукте.

Величины Rf пестицидов приведены в Таблице 2.

Таблица 2 - Величины Rf пестицидов

Наименование пестицида	Подвижный растворитель	Величина Rf	
		«Силуфол»	«Сорбфил»
Гексахлорбензол	Гексан		0,90
γ - ГХЦГ (линдан)	Гексан-ацетон (6:1)	0,23	-
	Ацетонитрил-вода (2:1)	-	0,30
	Гексан	0,15	-
α – ГХЦГ	Гексан	0,20	-
	Гексан-ацетон (6:1)	0,30	-
	1 % раствор ацетона в гексане	0,24	-
β - ГХЦГ	Гексан-ацетон (6:1)	0,73	-
Альдрин	Гексан-ацетон (6:1)	0,70	-
	Ацетонитрил-вода (2:1)	0,82	0,80
	Гексан	-	-
4,4 - ДДЭ	Гексан-ацетон (6:1)	0,61	-
	Ацетонитрил-вода (2:1)	-	0,70
	Гексан	0,45	-
4,4 - ДДТ	Гексан-ацетон (6:1)	0,78	-
	Ацетонитрил-вода (2:1)	-	0,85
	Гексан	0,67	-
Кельтан	Гексан-ацетон (6:1)	0,15	-
	Ацетонитрил-вода (2:1)	-	0,21
	Гексан	0,05	-
Гептахлор	Гексан-ацетон (6:1)	0,57	-
	Ацетонитрил-вода (2:1)	-	0,73
	Гексан	0,45	-
ДДД	Гексан-ацетон (6:1)	0,32	-
	Гексан	0,16	
Гексахлорбензол	Гексан		-

4.8 Обработка результатов

4.8.1 Измерение содержания пестицидов проводят путем сопоставления площади пятна испытуемого экстракта и площади пятна стандартного образца, наиболее близкого по интенсивности окраски к пятну экстракта. Площади пятен измеряют с помощью линейки. Содержание пестицидов X, мг/кг, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{mS_1V_1}{m_1S_2V_2}, \qquad (1)$$

где m - масса пестицида в 1 см^3 стандартного образца, мкг;

m_1 - масса навески исследуемой пробы, г;

S_1 - площадь пятна, полученного при нанесении испытуемого экстракта, мм^2;

S_2 - площадь пятна, полученного при нанесении стандартного образца, мм^2;

V_1 - объем экстракта, в котором перерастворен сухой остаток, см^3;

V_2 - объем исследуемого экстракта, нанесенного на пластинку, см^3.

При нанесении всей пробы $V_1 = V_2$.

4.8.2 Вычисления производят до первого десятичного знака. Окончательный результат округляют до целого числа.

4.8.3 За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов ($\overline{X}$) двух параллельных определений, расхождение между которыми при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать значений, указанных в Таблице 1.

5 Метод адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографии (далее ВЭЖХ)

5.1 Сущность метода

Метод основан не извлечении хлорорганических пестицидов и их метаболитов из различных субстратов, очистке и концентрировании экстрактов, последующей идентификации отдельных групп хлорорганических пестицидов с помощью адсорбционной ВЭЖХ при спектрофотометрическом детектировании.

5.2 Метрологическая характеристика метода

Параметры анализа хлорорганических пестицидов и их метаболитов методом адсорбционной ВЭЖХ представлены в Таблице 3.

Таблица 3 - Параметры ВЭЖХ анализа хлорорганических соединений и их метаболитов

Идентифицируемое соединение	V удерживания, мкл	Хроматографические зоны, мкл	Максимальная длина волны, нм
ХБ (группа хлорбензолов)	160	160-180	220
2-ХФ (группа хлорфенолов)	375	230-530	220, 280
Альдрин	270	180-300	280
4,4 - ДДЭ	190	190-260	250
4,4 - ДДТ	240	190-260	240
Кельтан	180	180-300	280
Гептахлор	295	180-300	280
ПРИМЕЧАНИЕ Предел обнаружения для ДДТ и его производных 0,05 – 0,5, для других ХОП 0,1 – 2,0 мкг в пробе.			

5.3 Избирательность метода

Метод групповой идентификации ХОП и их метаболитов избирателен в присутствии азот-, фосфорорганических пестицидов и других органических примесей.

5.4 Аппаратура, материалы и реактивы

5.4.1 Аппаратура и материалы

- хроматограф микроколоночный жидкостный типа «Милихром» по действующей нормативной документации;
- колонка стандартная металлическая (50 мм х 2 мм) с сорбентом «Силасорб-600» 5 мкм;
- весы аналитические специального класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0001 г, по ГОСТ 24104;
- испаритель ротационный по действующей нормативной документации;
-линейка металлическая по ГОСТ 25706;
-воронки конические по ГОСТ 25336;
- колбы круглодонные со шлифом на 100 см^3 поГОСТ 25336;
- колбы плоскодонные с пришлифованной пробкой на 100 см^3 по ГОСТ 25336;
- пипетки мерные на 1 см^3 по ГОСТ 1770;
- пробирки мерные на 10 см^3 по ГОСТ 1770;
- цилиндры мерные на 50 и 100 см^3 по ГОСТ 1770.

5.4.2 Реактивы

- ацетон, о.с.ч. по действующей нормативной документации;
- н-гексан, ч. по действующей нормативной документации;
- натрия сульфат безводный, ч. по ГОСТ 4166;
- серная кислота, ч.д.а. по ГОСТ 4204;
- фильтры «синяя лента»;
- государственный стандартный образец многокомпонентной смеси ХОП и их метаболитов в н-гексане с концентрацией индивидуальных компонентов по 100 мкг/см^3

5.5 Отбор проб

Отбор проб и подготовка их к анализу - в соответствии с нормативной документацией на конкретную продукцию.

5.6 Подготовка к испытаниям

5.6.1 Подготовка хроматографической системы

5.6.1.1 Приготовление элюента

Элюирующую смесь - н-гексан-ацетон в объемном соотношении 6:1 готовят в день проведения анализа проб: цилиндром вместимостью 100 см^3 отмеряют 90 см^3 н-гексана, который выливают в плоскодонную колбу с пришлифованной пробкой, туда же приливают 15 см^3 ацетона, колбу закрывает пробкой и ее содержимое перемешивают при легком взбалтывании. Затем элюирующую смесь фильтруют через складчатый фильтр с прокаленным сульфатом натрия в сосуд для элюента.

5.6.1.2 Подготовка хроматографа к проведению испытаний

Подготовку прибора к хроматографическому анализу начинают с промывки насоса и заполнения его свежеприготовленным элюентом, затем приступают к промывке хроматографической системы прибора и заполнению кюветы сравнения используемым элюентом. После установления равномерного нулевого сигнала детектора и снижения шумов до минимума проводят анализ групповой идентификации ХОП и их метаболитов.

5.7 Проведение анализа

5.7.1 Подготовка проб проводится в соответствии по п. 4.6.1. Оставшийся небольшой объём экстракта переносят в мерную пробирку и упаривают досуха. Сухой остаток пробы растворяют до 0,2 см^3 элюента (смесь н-гексана с ацетоном 6:1) и проводят хроматографическое разделение и идентификацию отдельных групп ХОП и метаболитов.

5.7.2 Хроматографическое разделение и идентификация отдельных групп ХОП и их метаболитов

Разделение и групповая идентификация ХОП и их метаболитов осуществляется при следующих условиях хроматографирования:

- неподвижная фаза - «Силасорб-600», 5 мкм;
- подвижная фаза - гексан-ацетон в объемном соотношении 6:1;
- скорость элюирующего потока 200 мкл/мин;
- детектор переменно-волновой спектрофотометр с проточной ячейкой 1,6 мкл, под диапазон чувствительности 3,2 А;
- время измерения выходного сигнала 0,6 с;
- скорость протяжки диаграммной ленты 720 мм/ч;
- длина волны (λ) поглощения светового потока (нм) определяется идентифицируемой группой соединений.

Близкие объемы удерживания ($V_{ул}$) представителей отдельных групп хлорорганических соединений и подбор соответствующей длины волны позволяют разграничить зоны хроматографирования, характерные для разных групп, что обеспечивает их идентификацию в сложной пестицидной смеси пробы при сопоставлении с зонами хроматографирования стандартной смеси соответствующих групп соединений.

5.7.3 Примеры идентификации отдельных групп ХОП в многокомпонентной смеси неизвестного состава пробы.

ПРИМЕР 1. Из 0,2 см^3 сконцентрированного раствора пробы в элюенте 20 мкл вводят в хроматографическую колонку, проводят анализ при 280 нм в ранее описанном режиме.

При этой длине волны, близкой к максимальной некоторые из исследуемых соединения можно идентифицировать:

1 - группу хлорбензолов (время удерживания от 160 мкл до180 мкл):

2 - группу хлорфенолов (время удерживания от 230 мкл до530 мкл);

3 - группу соединений, представителей различных классов ХОП – альдрин, ГХЦК, ГПХ, ГПХЭ и некоторых других (время удерживания от 180 мкл до 300 мкл).

Идентификация 4,4'-ДДТ и его производных достигается повторным хроматографированием при 230 нм. Объём удерживания соединений этой группы находятся в пределах от 235 мкл 260 мкл, а время удерживания 4,4-ДДЭ -190 мкл. При данных условиях идентификации группы 4,4-ДДГ и его производных не мешают присутствующие в пробе ХОП других классов (альдрин и другие), а также детектируемые на этой длина волны представители группы хлорбензолов (3-ХФ; 3,4 –ДХФ; 2,3,5.6-ТеХФ) с близкими объемами удерживания (230; 250 мкл). Окончательную идентификацию спорных хроматографических сигналов осуществляют подбором необходимой длины волны и снятием развернутых спектров соединений (см. Таблица 3).

ПРИМЕР 2. Аликвотная часть конечного раствора исследуемой пробы в элюенте вводится в хроматограф и проводится разделение смеси ХОП неизвестного состава при 230 нм. В этих условиях регистрируемые выходные сигналы позволит идентифицировать следующие группы соединений: хлорбензолы (время удерживания от 160 мкл до 180 мкл); 4.4'-ДДТ и его производные (время удерживания от 235 мкл до 260 мкл; время удерживания 4,4-ДДЭ 190 мкл). Однако идентификация последних может быть

затруднена наличием в пробах хлорфенолов (3-, 3,4- и 2,3,5,6-хлорфенолы имеют близкие с компонентами группы ДДТ объемы удерживания). Поэтому окончательную идентификацию осуществляют после повторного хроматографирования пробы при 220 нм, близкой к максимально указанных хлорфенольных соединений. Надежность идентификации может быть повышена снятием развернутого спектра поглощения при остановке процесса хроматографирования на соответствующем выходном сигнале с дискретностью 10 нм или 2 нм.

ПРИМЕР 3. Аликвотную часть конечного раствора пробы элюента хроматографируют в описанном выше режиме при 280 нм. В том случае возможна идентификация трех групп соединений: хлорбензолы, хлорфенолы и ХОП различных классов (альдрин и др.) за исключением ДДТ и его производных. Наложение хроматографической зоны ряда хлорфенольных соединений (объем удерживания от 275 мкл до 305 мкл) и представителей хлорорганических пестицидов других классов не позволяют провести правильную идентификацию этих соединений, поэтому анализ повторяют при 310 нм. В этих условиях ДДТ и его производные и основная часть хлорфенолов (за исключением 2,4.6-ТеХФ, 2,3.4,6-ТеХФ и 2,3,4,5,6,-ПХВ) не регистрируются.

Объёмы удерживания двух последних соединений не совпадают с хроматографической зоной ХОП (370 мкл и 530 мкл), что устраняет их влияние на идентификацию. Помехи 2,4,6-ТХФ можно устранить переключением спектрофотометра на 260 нм при повторном анализе пробы, когда сигнал этого соединения не регистрируется или записав развернутый спектр 2,4,6-ТХФ, имеющий две максимальные волны 220 нм и 300 нм.

При проведении число операция по хроматографическому разделению и идентификации может быть ограничено в соответствии с задачами проводимых исследований.

5.8 Обработка результатов испытаний

Качественный состав идентифицируемых групп ХОП и их метаболитов определяется путем сопоставления их хроматографических зон в смеси неизвестного состава пробы и многокомпонентной стандартной смеси идентифицируемых групп соединений. После установления группового состава смеси хлорорганических пестицидов в анализируемой пробе, исходя из наличия отдельных групп, выбирает наиболее эффективный метод (ТСХ, ГЖХ, ВЭЖХ) для дальнейшего количественного измерения индивидуальных компонентов отдельных групп к их метаболитам.

6 Определение ХОП в комбикормах и комбикормовом сырье методом газожидкостной хроматографии

6.1 Сущность метода

Метод основан на экстракции и очистке экстрактов хлорорганических пестицидов из анализируемой пробы способом дистилляции водяным паром на аппарате для экстракции и очистки экстрактов пестицидов (АПЛ) и количественном определении на газовом хроматографе, оснащенном детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР) или детектором захвата электронов (ДЭЗ). Диапазон определяемых концентраций указан в Таблице 4.

Таблица 4 - Диапазон определяемых концентраций

Наименование соединений	Диапазон измеряемых концентрация, мг/кг	Минимально детектируемые количества, нг
γ - ГХЦГ (линдан)	0,001-0,1	0,001
α – ГХЦГ	0,001-0,1	0,001
ДДЭ	0,007-0,1	0,06
ДДТ	0,007-0,4	0,06
ДДД	0,007-0,2	0,06

6.2 Аппаратура, материалы и реактивы

6.2.1 Аппаратура и материалы

- газовый хроматограф, оснащенный детектором захвата электронов (ДЭЗ) или детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР);
- весы аналитические специального класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0001 г, по ГОСТ 24104;
- весы лабораторные высокого класса точности с наибольшим пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г, по ГОСТ 24104;
- аппарат для экстракции и очистки экстрактов пестицидов;
- испаритель вакуумный ротационный,
- установка для перегонки органических растворителей, состоящая из круглодонной колбы вместимостью 1 дм^3, дефлегматора длиной 30 см и диаметром 2 см, приемной колбой вместимостью 250 см^3, аллонжа и водяной бани или колбонагревателя температурой нагрева от 40 °С до 80 °С, снабженных регулятором температуры.
- шкаф сушильный, обеспечивающий создание и поддержание заданной температуры в рабочей зоне высушивания от 100 °С до 220 °С с погрешностью ±2 °С по действующей нормативной документации;
- холодильник бытовой, обеспечивающий температуру холодильной камеры от плюс 4 °С до плюс 6 °С.
- микрошприц МШ-10 вместимостью 10 мкл;
- колбонагреватель или электрическая плитка;
- баня масляная или глицериновая;
- колонки хроматографические стеклянные для газового хроматографа: длиной 1,0 м диаметром 3 мм и длиной 1,5 м диаметром 3;
- насадки для колонок: 5 % OV-17 на хроматоне N-AW-DMCS (от 0,16 мм до 0,20 мм) или 3 % OV-210; на хроматоне N-супер (от 0,125 мм до 0,16 мм) или 5 % SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS (от 0,16 мм до 0,20 мм;
- колбы перегонные К-1 250 см^3 по ГОСТ 25336;
- колбы Гр-25 по ГОСТ 25336;
- колбы мерные 50, 100 см^3 по ГОСТ 1770;
- воронка В-56 - 80 ХС по ГОСТ 25336;
- колба коническая Кн-1 250 см^3 по ГОСТ 25336;
- цилиндры мерные 50; 100 см^3 по ГОСТ 1770;
- пробирки с притертыми пробками градуированные вместимостью 5, 10 см^3 по ГОСТ 1770;
- воронки делительные 8Д-100 - 29/32. ВД-500 - 29/32 по ГОСТ 25336.
- пипетки 5; 10 см^3 по ГОСТ 29227;
- насос водоструйный по ГОСТ 25336.
- стаканы фарфоровые вместимостью 1200 см^3 по ГОСТ 9147;

- бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026

6.2.2 Реактивы

- кислота серная плотностью 1,84 г/см^3 по ГОСТ 4204. х.ч.
- н-гексан. ч.
- натрий сернокислый безводный, ч. по ГОСТ4166;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
- эфир диэтиловый;
- спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962;
- стандартные государственные образцы (ГСО) состава хлорорганических пестицидов: ДДТ, ДДД, ДДЭ, ГХЦГ;
- азот газообразный и жидкий по ГОСТ 9293;
- ацетон по ГОСТ 2603;
- калий двухромовокислый х.ч. по ГОСТ 4220.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Допускается использовать аппаратуру, мерную посуду, реактивы имеющие аналогичные метрологические характеристики или выше.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Применяемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа или метрологической аттестации, поверке и внесению в реестр в государственной системе обеспечения единства измерений.

6.3 Подготовка к анализу

6.3.1 Очистка н-гексана

Н-гексан (2/3 объема отгонной колбы) перегоняют с помощью установки, отбрасывая первую и последнюю порцию отгона. Чистоту полученного н-гексана определяют с помощью газового хроматографа. Для этого в коническую колбу вместимостью 50 см^3 помещают 10 см^3 полученного н-гексана и упаривают его до объема 3 см^3 на колбонагревателе при температуре 65 °С в токе воздуха или азота. Остаток экстракта переносят в градуированную пробирку вместимостью 10 см^3 и упаривают до объема 1 см^3. Полученный экстракт анализируют в условиях хроматографирования пробы (см. Таблицу 8).

Н-гексан считают очищенным и пригодным для анализа при условии отсутствия на хроматограмме пиков, мешающих определению хлорорганических пестицидов.

6.3.2 Приготовление хромовой смеси

Для приготовления хромовой смеси в фарфоровый стакан помещают 50 г калия двухро-мовокислого и осторожно приливают по частям, тщательно перемешивая, 1 дм^3 концентрированной серной кислоты. Хромовую смесь хранят в сосуде из стекла. Срок хранения хромовой смеси неограничен.

6.4 Подготовка газового хроматографа

6.4.1 Подготовка хроматографической колонки

Сухую стеклянную колонку предварительно промытую хромовой смесью, приготовленной, этиловым спиртом, затем диэтиловым эфиром, заполняют насадкой с помощью вакуумного или водоструйного насоса. При этом набивку колонки периодически уплотняют, постукивая по колонке деревянной палочкой. Установленную в термостате хроматографическую колонку перед работой кондиционируют в следующем режиме: 2 ч при 100 °С; 2 ч при 150 °С; 4 ч при 200 °С; 4 ч при 220 °С. При кондиционировании колонка должна быть отключена от детектора. Кондиционирование следует проводить при смене колонки, а также после длительных перерывов в работе. По

окончании кондиционирования колонку охлаждают, подсоединяют к детектору и выводят хроматограф на рабочий режим.

6.4.2 Подготовку хроматографа к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

6.5 Приготовление рабочих растворов хлорорганических пестицидов

6.5.1 Приготовление основных рабочих и промежуточных растворов хлорорганических пестицидов

Основные рабочие растворы определяемых хлорорганических пестицидов с массовой концентрацией (100 ± 5) мг/дм^3 приготавливают весовым способом отдельно для каждого хлорорганического пестицида путем растворения навески, содержащей 10 мг основного вещества, с точностью 0,1 мг в мерной колбе вместимостью 100 см^3 в н-гексане, приготовленном по п. 7.3.1. Из основных растворов готовят промежуточные рабочие растворы массовых концентраций: 1 мг/дм^3 (раствор № 1), 0,1 мг/дм^3 (раствор № 2) и 0,01 мг/дм^3 (раствор № 3), переносят пипеткой в мерные колбы вместимостью 100 см^3 соответственно 1 см^3 и 0,1 см^3 основного раствора хлорорганического пестицида. Для приготовления промежуточного раствора № 3 с содержанием 0,01 мг/дм^3 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят 1 см^3 промежуточного раствора 1 и доводят до метки н-гексаном.

Все промежуточные растворы хранят в стеклянных флаконах с притертой пробкой или в герметично закрывающихся флаконах, снабженных пробками с тефлоновыми прокладками при температуре от 2 °С до 10 °С в течение 6 мес.

Перед приготовлением шкалы градуировочных растворов все растворы хлорорганических пестицидов выдерживают при комнатной температуре не менее 20 мин.

6.5.2 Приготовление шкалы градуировочных растворов

В пробирках с притертыми пробками вместимостью 5 см^3 готовят шкалу градуировочных растворов для каждого хлорорганического пестицида (см. Таблицы 5, 6, 7).

Градуировочные растворы хранят не более двух недель в стеклянных флаконах с притертой пробкой или в герметично закрывающихся флаконах, снабженных пробками с тефлоновыми прокладками при температуре от 2 °С до 10 °С.

Перед использованием все растворы хлорорганических пестицидов выдерживают при комнатной температуре не менее 20 мин.

Таблица 5 - Шкала градуировочных растворов для α-ГХЦГ и ДДЭ

Характеристика раствора	Номер градуировочного раствора							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объём промежуточного раствора 3, см^3	1	2	5	-	-	-	-	-
Объём промежуточного раствора 2, см^3	-	-	-	1*	2*	3*	4*	5*
Объём н-гексана, см^3	4	3	0	4	3	2	1	0
Массовая концентрация ХОП в полученном градуировочном растворе, мг/дм^3	0,002	0,004	0,01	0,01	0,04	0,06	0,08*	0,01*
Масса ХОП в $5 \cdot 10^{-3}$ см^3 хроматографируемой пробы (10^{-5} мг)	0,01	0,02	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4*	0,5*
*Для ДДЭ								

Таблице 6 - Шкала градуировочных растворов для γ – ГХЦГ

Характеристика раствора	Номер градуировочного раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
Объём промежуточного раствора 3, $см^3$	3	5	-	-	-	-	-
Объём промежуточного раствора 2, $см^3$	-	-	1	2	3	4	5
Объём н-гексана, $см^3$	2	0	4	3	2	1	0
Массовая концентрация ХОП в полученном градуировочном растворе, $мг/дм^3$	0,006	0,01	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1
Масса ХОП в $5 \cdot 10^{-3}$ $см^3$ хроматографируемой пробы (10^{-5} мг)	0,03	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5

Таблица 7 - Шкала градуировочных растворов для ДДТ и ДДД

Характеристика раствора	Номер градуировочного раствора							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Объём промежуточного раствора 3, $см^3$	0,5*	1	2	3	4	5	-	-
Объём промежуточного раствора 2, $см^3$	-	-	-	-	-	-	1	2**
Объём н-гексана, $см^3$	4,5	4	3	2	1	0	4	3
Массовая концентрация ХОП в полученном градуировочном растворе, $мг/дм^3$	0,01*	0,02	0,04	0,06	0.08	0.1	0,2	0,4**
Масса ХОП в $5 \cdot 10^{-3}$ $см^3$ хроматографируемой пробы (10^{-5} мг)	0,05*	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	1	2**
*Для ДДД ** ДДТ								

6.6 Установление градуировочной характеристики

В испаритель хроматографа микрошприцем вводят 5×10^{-3} $см^3$ каждого градуировочного раствора (см. Таблицы 5, 6, 7). Каждый раствор хроматографируют дважды, рассчитывая среднее значение площади пика определяемого хлорорганического пестицида на хроматограмме. Затем строят градуировочный график (используя метод наименьших квадратов), откладывая по оси абсцисс (X) массу определяемого хлорорганического пестицида (т) в градуировочном растворе, а по оси ординат (Y) - усредненные площади пиков определяемого хлорорганического пестицида. Получают градуировочный график, описываемый уравнением:

$$Y = A \times X, \qquad (2)$$

где А - относительный градуировочный коэффициент, который используют при вычислении результатов.

Градуировку хроматографа проводят один раз в 6 мес, а также при замене хроматографической колонки или реактивов. Проверку стабильности работы хроматографа проводят перед анализом серии проб по результатам хроматографирования одного из градуировочных растворов. Градуировочную характеристику считают стабильной в случае, если полученное значение концентрации градуировочного раствора отличается от аттестованного значения концентрации градуировочного раствора не более чем на 10 %.

Перечень показателей, по которым проводят контроль, устанавливают в лаборатории. Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется для одного градуировочного раствора, необходимо выполнить повторное измерение этого

градуировочного раствора с целью исключения неудовлетворительного результата измерения.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием других градуировочных растворов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении отклонения результатов от градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

Компоненты идентифицируют по абсолютным значениям времени удерживания.

6.7 Установление поправочного коэффициента

Поправочный коэффициент $K_п$ учитывающий потери при пробоподготовке обязательно устанавливают при внедрении методики в лаборатории для каждого определяемого хлорорганического пестицида.

Для установления поправочного коэффициента используют метод стандартной добавки. Значение добавки должно составлять от 50 % до 150 % от содержания определяемого хлорорганического пестицида в исходной пробе. Если содержание определяемого хлорорганического пестицида в исходной пробе меньше нижней границы диапазона измерений, го значение добавки должно в 2 или 3 раза превышать нижнюю границу диапазона измерений.

Параллельно проводят анализ исходной пробы, поступившей в лабораторию, без добавки и со стандартной добавкой ($C_д$) определяемых хлорорганических пестицидов, включая все стадии пробоподготовки. Получают две концентрации для каждого из определяемых хлорорганических пестицидов: $C_х$ (в пробе без стандартной добавки) и $C_{х+д}$ (в пробе со стандартной добавкой). Значение поправочного коэффициента для каждого из хлорорганических пестицидов в каждой i-й пробе рассчитывают по формуле:

$$K_i = \frac{(C_{х-д} - C_х)}{C_д}, \qquad (3)$$

где $C_Д$ – концентрация стандартной добавки;

$C_х$ – концентрация в пробе без стандартной добавки;

$C_{Х+Д}$ – концентрация в пробе со стандартной добавкой.

Описанную процедуру повторяют не менее 5 раз для каждой i-й пробы. Общее число проб, взятых для установления поправочного коэффициента, должно от 8 до 10 проб. Поправочный коэффициент $K_п$ для каждого хлорорганического пестицида рассчитывают как среднеарифметическое значение полученных коэффициентов $K_п$ Значение поправочного коэффициента для каждого определяемого хлорорганического пестицида должно быть не менее 0,6. Поправочный коэффициент проверяют при смене оператора, партии реактивов путем анализа образцов для контроля. При получении удовлетворительных результатов контроля используют ранее установленный $K_п$. В случае получения отрицательных результатов контроля $K_п$ устанавливают заново.

6.8 Отбор проб

Подготовку проб к анализу проводят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51419.

6.9 Проведение испытаний

6.9.1 Подготовка аппарата для экстракции и очистки экстрактов хлорорганических пестицидов (далее АПП) и проведение экстракции

Аппарат для экстракции и очистки экстрактов хлорорганических пестицидов (далее АПП) указан в Приложении А.

Перед началом работы все шлифованные поверхности конусов и кранов АПП промывают дистиллированной водой. Навеску измельченного и подготовленного к анализу комбикорма или комбикормового сырья массой 10 г помещают в круглодонную колбу со шлифом вместимостью 250 см^3, затем добавляют 100 см^3 дистиллированной воды и осторожно по стенкам колбы вливают 5 см^3 концентрированной серной кислоты. Содержимое колбы осторожно круговыми движениями перемешивают, охлаждая под струей холодной водопроводной воды, чтобы температура в колбе не поднималась выше 35 °С.

Колбу с содержимым оставляют на 5 мин после чего в нее приливают 2 см^3 н-гексана приготовленного, и соединяют с аппаратом АПП, к керну трехходового крана подсоединяют приемную пробирку со шлифом вместимостью 10 см^3 для предотвращения потерь через трехходовой кран. К нижнему штуцеру холодильника при помощи шлангов подсоединяют холодную водопроводную воду. Верхний штуцер также при помощи шланга подсоединяют к сливной раковине.

Через верхний шлиф конденсатора заливают дистиллированную воду до уровня сливной трубки. Туда же добавляют 2 см^3 н-гексана. Верхний шлиф конденсатора закрывают пробкой и ставят аппарат с круглодонной колбой на включенную масляную (глицериновую) баню или колбонагреватель, температура которых должна быть отрегулирована таким образом, чтобы кипение е колбе было равномерным без толчков и перебросов. Для обеспечения равномерного кипения без толчков и перебросов необходимо внести в круглодонную колбу предварительно промытые и прокаленные стеклянные шарики. Необходимо следить за уровнем конденсата в аппарате и не допускать его переброса обратно в круглодонную колбу. Для этого излишек конденсата периодически сливают с помощью трехходового крана в делительную воронку вместимостью 100 см^3.

По истечении 1 ч работы аппарата с момента начала кипения содержимого отгонной колбы аппарат снимают с источника нагрева. После 10 мин. охлаждения аппарата на воздухе содержимое конденсатора сливают в ту же делительную воронку, куда сливали излишек конденсата, используя для этого трехходовой кран. Водную фазу из делительной воронки сливают в коническую колбу, а гексановый слой переносят в круглодонную (отгонную) колбу вместимостью 50 см^3, пропустив через слой сернокислого безводного натрия. Водную фазу вновь помещают в делительную воронку и экстрагируют от 5 см^3 до 8 см^3 н-гексана, а также гексановую фракцию переносят в ту же круглодонную (отгонную) колбу, пропуская через спой сернокислого безводного натрия. Гексановый экстракт упаривают на водяной бане (температура не выше 35 °С) с использованием ротационного испарителя до объема от 0,3 см^3 до 0,5 см^3, а затем досуха на воздухе или в токе азота.

Сухой остаток растворяют 1 см^3 н-гексана, и аликвоту из этого объема хроматографируют на газовом хроматографе.

6.9.2 Условия хроматографирования

$5 \cdot 10^{-3}$ см^3 гексанового экстракта вводят микрошприцем в испаритель газового хроматографа и анализируют в условиях, указанных в Таблице 8.

Таблица 8 - Условия газохроматографического разделение хлорорганических пестицидов на различных колонках

Наименование показателя	Колонка 1		Колонка 2		Колонка 3
Насадка колонки	5 % OV –17 на хроматоне N-AW-DMCS (от 0,16 мм до0,20 мм)		3 % OV-210 на хроматоне N-супер (от 0,125 мм 0,160 мм)		5 % SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS (от 0,16 мм до 0,20 мм)
Длина колонки (см) и внутренний диаметр (мм)	100 × 3	100 × 3	100 × 3	100 × 3	150 × 3
Температура колонки, °С	170	210	160	190	190
Температура испарителя, °С	220	220	220	220	210
Температура детектора, °С	230	230	230	230	230
Скорость потока газа-носителя, $см^3$/мин	40	40	35	35	60
Объем вводимой пробы, $см^3$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$
Время удерживания ХОП					
γ - ГХЦГ (линдан)	5 мин 32 с	-	4 мин 22 с	-	2 мин 10 с
α – ГХЦГ	3 мин 10 с	-	3 мин 15 с	-	1 мин 20 с
ДДЭ	-	4 мин 3 с	-	4 мин 37 с	7 мин 53 с
ДДТ	-	7 мин 26 с	-	11 мин 42 с	14 мин 00 с
ДДД	-	6 мин 0,3 с	-	6 мин 56 с	10 мин 51 с

6.9.3 Обработка химической посуды после проведения испытаний

В круглодонную колбу помещают водно-ацетоновую смесь в соотношении 5:1, подсоединяют колбу к аппарату АПП и кипятят от 15 мин до 20 мин. Затем круглодонную колбу отсоединяют, и АПП тщательно промывают дистиллированной водой. Всю вспомогательную стеклянную посуду промывают ацетоном, затем дистиллированной водой.

6.10 Обработка результатов

6.10.1 Концентрацию остаточных количеств хлорорганических пестицидов X, мг/кг, в анализируемой пробе вычисляют в соответствии с градуировочными графиками, с учетом потерь при пробоподготовке по формуле:

$$X = \frac{m_1 V_1 \cdot 10^3}{m_2 V_2 K_n}, \qquad (4)$$

где m_1, - масса определяемого хлорорганического пестицида, найденная по градуировочному графику, мг;

V_1 - общий объем раствора, из которого взята аликвота для хроматографирования, $дм^3$;

m_2 - масса навески анализируемой пробы, г;

V_2 - объем аликвоты, вводимой в хроматограф, $дм^3$;

K_n - поправочный коэффициент, учитывающий потери при пробоподготовке.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака. Окончательный результат округляют до второго десятичного знака.

6.10.2 За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать предела повторяемости *r*. Предел повторяемости для всех определяемых хлорорганических пестицидов составляет 20 %.

6.10.3 При получении результатов анализа в двух лабораториях за окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях. Расхождение между результатами анализа в двух лабораториях не должно превышать предела воспроизводимости R. Предел воспроизводимости для всех определяемых хлорогорганических пестицидов составляет 40 %.

Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости представлены в Таблице 9.

Таблица 9 - Показатели точности, повторяемости и воспроизводимости

Наименование соединения	Показатель повторяемости,	Показатель воспроизводимости	Показатель точности (при доверительной вероятности P = 0,95) ± δ, %
γ - ГХЦГ (линдан)	7	14	30
α – ГХЦГ			
ДДЭ			
ДДТ			
ДДД			
ПРИМЕЧАИНЕ Систематическая составляющая погрешности незначима.			

6.11 Оформление результатов

6.11.1 Результат анализа X, мг/кг, в документах предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X \pm \Delta, \text{ мг/кг}, P = 0{,}95, \quad (5)$$

где Δ - показатель точности принятой вероятностью P = 0,95, вычисляемый по формуле:

$$X = \delta \cdot 0{,}01 \cdot X, \quad (6)$$

где δ – значение показателя точности по Таблице 9.

Допускается результат испытаний выдаваемых лабораториях, представлять в виде, X ± Δ, мг/кг, P = 0,95, при условии Δn < Δ, где ± Δn – значение характеристики погрешности результатов измерения, установленное при испытаниях в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

6.12 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводятся с использованием образцов для контроля. В качестве таких образцов применяют (в порядке понижения приоритетности) стандартные образцы состава анализируемой продукции; образцы, для которых содержание анализируемых компонентов установлено на основании

межлабораторного сличительного эксперимента; образцы, многократно проанализированные в лаборатории данным методом.

Сравнивают результат контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К. Результат контрольной процедуры вычисляют по формуле:

$$К_к = X - C, \quad (7)$$

где С – опорные (аттестованное) значение, мг/кг;

Х – результат определения содержания пестицидов в образце для контроля, мг/кг.

В качестве норматива контроля К принимают значение характеристики погрешности измерений, установленное в лаборатории и при реализации методики (Δn, мг/кг); если эти значения еще не установлены (например, при освоении методики), то вместо Δn используют значение Δ. Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, если $К_к \leq К$. при невыполнении неравенства (см. Формула 3) процедуру контроля повторяют. При повторном неудовлетворительном результате находят и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

6.13 Оценка приемлемости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее значение.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6.

7 Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

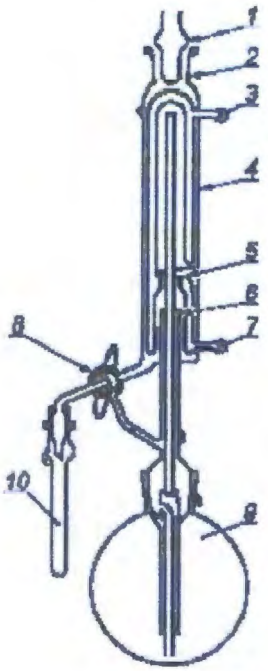
- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений на основе оценки приемлемости результатов, а условиях повторяемости;
- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений на основе оценки погрешности измерений при реализации отдельной контрольной процедуры;
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения (далее СКО) повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности и погрешности.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения анализа на основе оценки погрешности измерений при реализации отдельной контрольной процедуры, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Контроль точности измерений (повторяемость и воспроизводимость) производят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2.

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) и воспроизводимости, осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6.

Приложение А
(обязательное)



1 пробел; *2* — верхний шлиф конденсатора, *3* верхний штуцер (слив воды); *4* — конденсатор; 5 — максимальный уровень конденсата; *6* — уровень сливной трубки; 7 — нижний штуцер (вход воды); 8 — трехходовой кран. 9 — круглодонная колба со шлифом; *10* — приемная пробирка со шлифом

Рисунок А.1 - Аппарат для экстракции и очистки экстрактов хлорорганических пестицидов

217

УДК 502.5+612.39.7/.8+663.97:[543.393:543.544]:35 МКС 13.060.01 67.040 65.120 65.020.20

Ключевые слова: пестициды, тонкослойная хроматография, высокоэффективная жидкостная хроматография, газожидкостная хроматография, хроматографические колонки.

128

218

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ТАМАҚ ӨНІМДЕРІ, АЗЫҚ-ТҮЛІК ШИКІЗАТЫ, ЖАНУАРЛАРҒА АРНАЛҒАН ЖЕМ

Құрамындағы кадмийдің, қорғасынның, күшәннің, сынаптың, хромның мөлшерін электр-термиялық атомдау арқылы атомдық-абсорбциялық әдіспен анықтау

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ, КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

ҚР СТ 2350-2013

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

129

219

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ТАМАҚ ӨНІМДЕРІ, АЗЫҚ-ТҮЛІК ШИКІЗАТЫ, ЖАНУАРЛАРҒА АРНАЛҒАН ЖЕМ

Құрамындағы кадмийдің, қорғасынның, күшәнінің, сынаптың, хромның мөлшерін электр-термиялық атомдау арқылы атомдық-абсорбциялық әдіспен анықтау

ҚР СТ 2350-2013

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті (Мемстандарт)

Астана

130

ҚР СТ 2350-2013

Алғысөз

1 Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстан метрология институты» Республикалық мемлекеттік кәсіпорны мен «Люмэкс-маркетинг» ЖШҚ (Санкт-Петербург) **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасының Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитеті Төрағасының 2013 жылғы 29 қазандағы № 509-од бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт Ә 04-64-2010 «Тамақ өнімдері, азық-түлік шикізаты, жануарларға арналған жем. Құрамындағы кадмийдің, қорғасынның, күшәннің, сынаптың, хромның мөлшерін МГА-915, МГА-915М, МГД-915МД электр-термиялық атомдау арқылы атомдық-абсорбциялық әдіспен анықтау» негізінде әзірледі

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ **2019 жыл**
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ **5 жыл**

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандартқа енгізілетін өзгерістер туралы ақпарат «Стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттар» ақпараттық көрсеткіштерінде жыл сайын, сондай-ақ мәтін өзгерістер мен түзетулер ай сайын басылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі. Осы стандартты қайта қарау (өзгертілу) жою жағдайында, тиісті хабарлар ай сайын басылатын «Ұлттық стандарттар» ақпараттық көрсеткішінде жария етіледі.».

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және жаңа технологиялар министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай және бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды.

221

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ ҰЛТТЫҚ СТАНДАРТЫ

ТАМАҚ ӨНІМДЕРІ, АЗЫҚ-ТҮЛІК ШИКІЗАТЫ, ЖАНУАРЛАРҒА АРНАЛҒАН ЖЕМ

Құрамындағы кадмийдің, қорғасынның, күшәнінің, сынаптың, хромның мөлшерін электр-термиялық атомдау арқылы атомдық-абсорбциялық әдіспен анықтау

Енгізілген күні 2014-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт электротермиялық атомдау арқылы атомдық-абсорбциялық әдісті пайдалану арқылы ет және ет өнімдері, балық және балық өнімдері, бидай, ұн-тартатын, арпа және ұннан пісіретін бұйымдар, жеміс – көкөніс өнімдері (оның ішінде шай, кофе, шырын және шырын өнімдері), кант және кондитерлік бұйымдар (оның ішінде шоколад), тұз, биологиялық белсенді қоспалар, консервілер, жемдер, құрастырылған жемдер және оларды өндіретін шикізат сынамасындағы кадмий, қорғасын, күшән, сынап және хром мөлшерін анықтау әдісі белгіленеді. Сұйылтуды ескере отырып, элементтердің массалық үлесін өлшеу ауқымы 1-кестеде келтірілген.

Сынапты анықтау үшін сынапты – гидридті қондырма қосымша пайдаланылады.

Осы стандарт майлы шикізаттар мен майлы өнімдерге, сондай-ақ алкогольсіз және алкогольді сусындарға қолданылмайды.

1-кесте. Сұйылтуды ескере отырып, элементтердің массалық үлесін өлшеу ауқымы

Элемент	Өлшеу ауқымы, мг/кг (млн[1])
Кадмий	0,01 бастап 1 дейін қоса алғанда
Қорғасын	0,05 бастап 10 дейін қоса алғанда
Күшән	0,05 бастап 10 дейін қоса алғанда
Сынап	0,0025 бастап 1 дейін қоса алғанда
Хром	0,2 бастап 10 дейін қоса алғанда

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартты қолдану үшін мынадай сілтеме нормативтік құжаттар қажет:

ҚР СТ 2.1-2009 Қазақстан Республикасының өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Терминдер мен анықтамалар.

ҚР СТ 2.4-2007 Қазақстан Республикасының өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Өлшем құралдарын салыстырып тексеру. Ұйымдастыру және өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.21-2007 Қазақстан Республикасының Өлшем бірлікті қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Өлшеу құралдары типін бекіту және сынақ өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.30-2007 Қазақстан Республикасының Өлшем бірлікті қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Өлшеу құралдарының метрологиялық аттестациясын өткізу тәртібі.

ҚР СТ 2.79-2004 Қазақстан Республикасының өлшем бірлігін қамтамасыз етудің мемлекеттік жүйесі. Шетел өндірген заттар мен материалдардың құрамы мен қасиеттерінің стандарттық үлгілері. Қолдануға рұқсат ету тәртібі. Негізгі ережелер.

132

ГОСТ 12.0.004-90 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Еңбек қауіпсіздігін оқытуды ұйымдастыру. Жалпы ережелер.

ГОСТ 12.1.004-91 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Еңбек қауіпсіздігін оқытуды ұйымдастыру. Жалпы ережелер.

ГОСТ 12.1.007-76 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Зиянды заттар. Жіктеу және жалпы қауіпсіздік талаптары.

ГОСТ 12.4.009-2009 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Электр қауіпсіздігі. Терминдер мен анықтамалар.

ГОСТ12.1.019-2009 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Электр қауіпсіздігі. Қорғау түрлерінің жалпы талаптары мен номенклатурасы.

ГОСТ 12.4.009-83 Еңбек қауіпсіздігі стандарттарының жүйесі. Объектілерді қорғауға арналған өрт сөндіру техникасы. Негізгі түрлер. Орналастыру және қызмет көрсету.

ГОСТ 177-88 Сутек тотығы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 1770-74 Зертханалық өлшегіш шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, сынауықтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 3772-74 Реактивтер. Екі орналасқан аммоний фосфор қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4204-77 Реактивтер. Күкірт қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 4220-75 Реактивтер. Калий екі ромовоқышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 5667-65 Нан және ұннан пісірілген бұйымдар. Қабылдау ережесі және сынамаларды іріктеу әдістері. Органолептикалық көрсеткіштер мен бұйым массасын анықтау әдістері.

ГОСТ 6709-72 Тазартылған су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 7702.0-74 Құс еті. Үлгілерді іріктеу әдістері. Сапаны бағалаудың органолептикалық әдістері.

ГОСТ 9147-80 Зертханалық фарфор ыдыстар мен жабдықтар. Техникалық шарттар.

ГОСТ 9792-73 Шұжық бұйымдары және тоңқа, қой, сиыр және союға арналған мал мен құс етінен жасалған өнімдер. Қабылдау ережесі және сынамаларды іріктеу әдістері.

ГОСТ 11088-75 Реактивтер. 6-сулы нитрат магний. Техникалық шарттар.

ГОСТ 11125-84 Тазалығы ерекше азот қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 12026-76 Зертханалық сүзгіш қағаз. Техникалық шарттар.

ГОСТ 13496.0-80 Құрастырылған жем, шикізат. Сынамаларды іріктеу әдісі.

ГОСТ 13586.3-83 Зерно. Қабылдау ережесі және сынамаларды іріктеу әдістері

ГОСТ 14261-77 Тазалығы ерекше тұз қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 14262-78 Тазалығы ерекше күкірт қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 14836-82 Ұнтақтағы палладий. Техникалық шарттар.

ГОСТ 14919-83 Электроплиталар, электроплиткалар және ыстыққа төзімді тұрмыстық электршкафтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 19908-90 Тигельдер, тостағандар, стақандар, құтылар, құйғылар, сынауықтар және мөлдір кварц шынынан жасалған ұштар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ 25336-82 Зертханалық шыны ыдыстар мен жабдықтар. Типтер, негізгі параметрлер мен өлшемдер.

ГОСТ 26312.1-84 Жарма. Үлгілерді қабылдау және іріктеу әдістері. Органолептиканы анықтау әдісі.

ГОСТ 26313-84 Жемістер мен көкөністерді өңдеу өнімдері. Үлгілерді қабылдау ережесі және іріктеу әдістері.

ГОСТ 26929-94 Тамақ өнімдері мен шикізат. Уытты элементтердің мөлшерін анықтауға арналған минералдау сынамаларын дайындау.

ГОСТ 27668-88 Ұн және кебек. Сынамаларды қабылдау және іріктеу әдістері

ГОСТ 28311-89 Зертханалық дозаторлар. Жалпы техникалық талаптар мен сынау әдістері.

ГОСТ 29169-91 Зертханалық шыны ыдыс. Бір белгісі бар тамшуырлар.

ГОСТ 29227-91 Зертханалық шыны ыдыс. Градуирленген тамшуырлар. 1-бөлім. Жалпы талаптар.

ГОСТ 29251-91 Зертханалық шыны ыдыс. Сынауықтар. 1-бөлім. Жалпы талаптар.

ГОСТ 30364.0-97 Арпа өнімдері. Сынамаларды іріктеу әдістері және органолептиканы анықтау.

ГОСТ 31339-2006 Балық. Балықтық емес объектілер және олардан жасалған өнімдер. Сынамаларды қабылдау ережесі және іріктеу әдістері.

ГОСТ ИСО 5725-6 Өлшеу нәтижелерінің дәлдігі (дұрыстығы мен анықтығы). 6-бөлім.

ГОСТ Р 53150-2008 Тамақ өнімдері. Қалдық элементтерін анықтау. Жоғары қысымда минералдау әдісімен сынамаларды дайындау.

СанЕжН 168 от 25.01.2012 ж. «Қалалық және елді мекен жерлердегі атмосфералық ауаға, топырақтарда және адамға әсер ететін физикалық фактор көздері бар жұмыс шарттарына, қалалық және ауылдық елді мекен жер аумақтарының қауіпсіздігіне қойылатын санитарлық – эпидемиологиялық талаптар» санитарлық ережелері (Қазақстан Республикасы Үкіметінің 2012 жылғы 25 қаңтардағы қаулысымен бекітілген).

ЕСКЕРТПЕ. Осы стандарты пайдалану кезінде үстіміздегі жылдың берілген «Қазақстан Республикасы стандарттау жөніндегі нормативтік құжаттардың көрсеткіші», «Стандарттау бойынша мемлекетаралық нормативтік құжаттар көрсеткіші» жыл сайын жарық көретін ақпараттық көрсеткіші бойынша және үстіміздегі жылы жарияланған тиісті ай сайын жарық көретін ақпараттық көрсеткіштер бойынша сілтеме құжаттардың қолданылуын тексеру керек. Егер сілтеме құжат ауыстырылған (өзгертілген) жағдайда, онда сілтеме берілген ережеде осы сілтеме жатпайтын бөлігінде қолданылады. Егер сілтеме құжат ауыстырылмай алынып тасталған жағдайда, онда сілтеме берілген ережеде осы сілтеме жатпайтын бөлігінде қолданылады.

3 Терминдер мен анықтамалар

Осы стандартта [1] және ҚР СТ 2.1 сәйкес терминдер қолданылады.

4 Әдістің мәні

Элементтің массалық үлесін өлшеу әдісі атомдық-абсорбциялық әдісті пайдалану арқылы электр-термиялық атомдау әдісімен алынған минералдауда кейіннен градуирлеу және олардың үлестік шоғырлануын өлшеумен тамақ өнімдері мен өндірістік шикізат, құрастырылған жемдер мен үш әдістің біреуімен (құрғақ күлдендіру, ылғал минералдау, жоғары қысымда минералдау) құрастырылған шикізат сынамаларын минералдауға негізделген.

Сынапты өлшеу алдында оның қосылыстары қалайы хлоридінің ерітіндісімен қалпына келтіріледі және спектрометрдің дайындалған графиттік кюветасын инертті газ тоғымен жылжытады.

5 Өлшеу қателігінің алдын ала жазылған сипаттамалары

Осы стандарт 2-кестеде келтірілген өлшеу дәлдігі көрсеткішінің мәндерінен аспайтын қателігі бар нәтижелерді алуға қамтамасыз етеді.

2-кесте. Өлшеу дәлдігі көрсеткіштерінің мәндері

Өлшеу ауқымы, мг/кг (млн $^{-1}$)	Өлшеу дәлдігі көрсеткіші (P=0,95 ықтимал дәлдігі үшін салыстырмалы қателік шектері , ± δ, %)
Кадмий	
0,01 бастап 1 дейін қоса алғанда	26
Қорғасын	
0,05 бастап 0,2 дейін қоса алғанда	40
0,2 бастап 10 дейін қоса алғанда	26
Күшән	
0,05 бастап 10 дейін қоса алғанда	26
Сынап, ылғал минералдау	
0,0025 бастап 0.005 дейін қоса	36
0,005 бастап 1 дейін қоса алғанда	26
Сынап, жиілігі өте жоғары (ЖӨЖ) - минералдау	
0,005 бастап 0.02 дейін қоса алғанда	40
0,02 бастап 1 дейін қоса алғанда	26
Хром	
0,005 бастап 0.02 дейін қоса алғанда	40
0,02 бастап 1 дейін қоса алғанда	26

Қажет болған жағдайда өлшеу ауқымдары сынамаларды қосымша сұйылту есебінен үлкен мәндер жағына сияқты, сынама аспасын үлкейту және бос сынама шамасын түсіру есебінен де кіші мәндер жағына да кеңейтілуі мүмкін.

Осы жағдайда пайдаланушы 2-кестеде келтірілген метрологиялық сипаттамалардың алынған нәтижелерінің сәйкестігін растауға тиіс.

6 Өлшеу құралдары мен қосалқы құрылғылар, материалдар, реактивтер

Өлшеу әдісін орындау кезінде өлшеу құралдары, реактивтер, материалдар және басқа да қосалқы құрылғылар қолданылады.

6.1 Өлшеу құралдары мен қосалқы құрылғылар

Бөлу бағамы 0,1 мг және Өлшеудің ең жоғары шегі 210 г болатын дәлдік класы жоғары немесе арнайы зертханалық таразылар ГОСТ 24104 бойынша.

F1 класты, максималды номиналды массасы 1 г бастап 100 г дейін болатын Г-2-210 гир жиынтығы. 190 нм бастап 600 н дейін толқын ұзындығы аймағында жұмыс істейтін электр термикалық атомдалатын атомды-абсорбциялық спектрометр, мысалы, кадмий, қорғасын, күшән, сынап, хромды және арнайы жабдықталған программалық қамтамасыз етумен анықтау үшін спектралды шаммен жинақталған селективті емес сіңірудің Зееман түзетуі.

Өлшегіш құтылар 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2 ГОСТ 1770 бойынша.

Метрологиялық сипаттамасы бар бір арналы айнымалы көлемі 10-100 мм^3 және 1000-5000 мм^3 тамшуыр дозаторлары ГОСТ 28311 бойынша.

Граудирленген тамшуырлар 1(2,3)-1(2)-2-1(2,5,10) ГОСТ 29227 бойынша.

Бір белгілі тамшуырлар 1(2)-2-5(10) ГОСТ 29169 бойынша

Сыйымдылығы 10 мл болатын сынауықтар ГОСТ 29251 бойынша.

Сыйымдылығы 50 мл немесе 100 мл болатын өлшегіш цилиндрлер ГОСТ 1770 бойынша.

Анықталатын иондардың ертінді құрамының мемлекетаралық стандарттық үлгілері (аттестатталған мәнінің қателігі ± 1 %), МСО 1755:2012 (қорғасын), МСУ 1753:2012 (кадмий), МСУ 0095:1999 (күшән, хром), МСУ 0364-2002 (сынап).

Ионсыздандырылған суды алуға арналған қондырғы немесе бидистиллятор немесе белгіленген тәртіпмен бекітілген нормативтік құжат бойынша электр өткізгіштігі 0,20 мкS/см^3 артық емес қамтамасыз ететін тазартылған суды айдауға арналған (кварц немесе шыны) құрал.

Сыйымдылығы 50; 100; 250 және 500 см^3 болатын термотөзімді зертханалық стақан ГОСТ 25336 бойынша.

Сыйымдылығы 100; 250; 500; 1000 см^3 болатын термотөзімді конус тәрізді құтылар ГОСТ 25336 бойынша.

Тұрмыстық электроплитка ГОСТ 14919 бойынша.

Зертханалық құйғылар ГОСТ 25336 бойынша.

Сыйымдылығы 50; 100; 250 см^3 болатын кварц тостағандар ГОСТ 19908 бойынша.

Фарфор тигельдер (№ 2-4) ГОСТ 9147 бойынша.

2-100-29, 2-250-29 Кьельдаль құты ГОСТ 25336 бойынша.

«көк таспа» күлсіздендірілген сүзгіштер ГОСТ 12026 бойынша

Саңылау тесігі 0,45 – 0,55 мкм болатын мембраналық сүзгіштер.

Сынаманың ыдырауын қамтамасыз ететін жүйе: микротолқынды пеш немесе белгіленген тәртіпмен бекітілген нормативтік құжат бойынша параметрлері бар СВЧ.

Қателігі ± 25 °С болатын 150 °С бастап 600 °С дейінгі температуралық режимнің ұсталуын қамтамасыз ететін муфталық пеш немесе кедергі электр пеші.

Белгіленген тәртіпмен бекітілген нормативтік құжат бойынша РГП-915 сынап – гидридты қондырма (сынапты анықтау үшін).

Метрологиялық сипаттамалары ұқсас немесе одан артық басқа типті өлшеу құралдары мен стандарттық үлгілерін қолдануға рұқсат етіледі.

Пайдаланылатын өлшеу құралдары ҚР СТ 2.21 сәйкес типін бекіту мақсаттары үшін сынақ нәтижелері бойынша немесе ҚР СТ 2.30 сәйкес метрологиялық аттестаттау Қазақстан Республикасында қолдануға рұқсат етіледі және ҚР СТ 2.4 сәйкес салыстырып тексерілуге тиіс.

Шет елдердің стандарттық үлгілері ҚР СТ 2.79 стандартына сәйкес Қазақстан Республикасының аумағында қолдануға рұқсат етілуге тиіс.

Сынап және күшәнді анықтау үшін қосымша мыналар қажет:

Сыйымдылығы 500 см^3 болатын түбі дөңгелек құтылар КГУ-2-1 -500-29/32 ТС ГОСТ 25336 бойынша

ХШ-1 кері сулы тоңазытқыш ГОСТ 25336 бойынша.

Өлшемдерді орындауға химиялық ыдысты дайындау тәртібі А қосымшасында көрсетілген.

Дәлдігі қажет етілетін өлшемдердің өткізілуін қамтамасыз ететін басқа да өлшеу құралдары мен қосалқы жабдықты қолдануға рұқсат етіледі.

6.2 Реактивтер

Осы стандартта белгіленген сынақ әдісі үшін тазалық дәрежесі белгіленген реактивтер ғана қолданылады:

- ГОСТ 6709 талаптарына сәйкес келетін тазартылған немесе ионсыздандырылған су ГОСТ 6709 бойынша;
- азот қышқылы, ГОСТ 11125 бойынша;
- тұз қышқылы, ГОСТ 14261 бойынша;
- күкірт қышқылы, ГОСТ 4204 бойынша;

- сутек тотығы, (30 %) ГОСТ 177 бойынша;
- палладий нитраты, т.ұ.т. ГОСТ 14836 бойынша;
- магний нитраты, т.ұ.т. ГОСТ 11088 бойынша;
- аммоний дигидрофосфаты (фосфаттық модификатор) х.т. ГОСТ 3772 бойынша.

Сынапты анықтау үшін қосымша мыналар қажет:

- калий бихроматы, х.т. ГОСТ 4220 бойынша;
- күкірт қышқылы, х.т. ГОСТ 14262 бойынша;
- қалайы хлориді (II) 2-сулы, т.ұ.т. белгіленген тәртіпмен бекітілген нормативтік құжат бойынша;
- гексахлорплатин қышқылы, белгіленген тәртіпмен бекітілген нормативтік құжат бойынша;

7 Қауіпсіздік талаптары

Өлшеуді орындау кезінде ГОСТ 12.1.007 бойынша химиялық реактивтермен жұмыс кезінде қауіпсіздік техникасы талаптары, ГОСТ 12.1.019 бойынша электр қондырғыларымен бірге жұмыс кезінде электр қауіпсіздігі талаптары, сондай-ақ атомды – абсорбциялық спектрометрге арналған нормативтік құжатта көрсетілген талаптар сақталуы керек.

Ғимарат ГОСТ 12.1.004 бойынша өрт қауіпсіздігі талаптарына сәйкес келуге ГОСТ 12.4.009 бойынша өрт сөндіру құралдары болуға тиіс. Ауадағы зиянды заттардың мөлшері «Қалалық және елді мекен жерлердегі атмосфералық ауаға, топырақтарда және адамға әсер ететін физикалық фактор көздері бар жұмыс шарттарына, қалалық және ауылдық елді мекен жер аумақтарының қауіпсіздігіне қойылатын санитарлық – эпидемиологиялық талаптар» санитарлық ережелерінде көрсетілген рұқсат етілген мәндерден аспауға тиіс.

Сынаптың массалық үлесін өлшеуді орындау кезіндегі қауіпсіздік талаптары және құрамында сынабы бар ерітінділерді кәдеге асыру Қазақстан Республикасында қолданылатын нормативтік құжатқа сәйкес.

8 Оператор біліктілігіне қойылатын талаптар

Өлшеуді орындауға және олардың нәтижелерін өңдеуге жаттығу процесіне талдау әдістерін игерген тиісті нұсқаулықтан өткен және оң нәтижелі өлшеу дәлдігін бақылау процедурасынан өткен, химия зертханасында жұмыс тәжірибесі және жоғары немесе арнайы орта химиялық білімі бар маман жіберіледі

9 Өлшемдерді орындау шарттары

Өлшемдер мына жағдайларда орындалады:

- қоршаған ауа температурасы (20 ± 5) °С;
- ауаның салыстырмалы ылғалдығы 40 % бастап 80 % дейін;
- атмосфералық қысым (84,0 – 106,7) мм рт.ст.;
- қуаттандыру кернеуі 220 В (± 10 %);
- жарықтандыру 300 люкс кем емес.

10 Градуирлеу қисығын салу

Градуирлеу қисығы өлшемдер өткізгенге дейін кемінде 24 сағат 10.1 – 10.2 тармақтар бойынша құрылады.

10.1 Ерітінділерді дайындау

Барлық ерітінділер тазартылған (йонсыздандырылған) суды пайдалану арқылы дайындалады. Су сапасын тексеру 11.6.2 бойынша өткізіледі.

10.1.1 Көлемдік үлесі 0,3 % болатын азот қышқылы ерітіндісін дайындау

Конус тәрізді құтыға 300 $см^3$ немесе 400 $см^3$ екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су құяды, араластыру кезінде 3 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылымен 1000 $см^3$ дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) жеткізіп араластырады.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған ыдыста сақтау мерзімі шектелмеген.

Әрбір пайдалану алдында 11.6.2 бойынша ерітінді сапасы тексеріледі.

10.1.2 Көлемдік үлесі 25 % болатын тұз қышқылы ерітіндісін дайындау

Конус тәрізді құтыға 750 $см^3$ екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су құйылады, араластыру 250 $см^3$ концентрацияланған тұз қышқылы құйылып араластырылады.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған ыдыста сақтау мерзімі шектелмеген.

10.1.3 Үлестік шоғырлануы 0,5 $г/дм^3$ болатын палладий нитраты ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшегіш құтыға 1,25 $см^3$ бастапқы реактив ерітіндісі (үлестік шоғырлануы 10 $г/дм^3$) құйылады және белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтау мерзімі – 6 ай.

10.1.4 Аралас фосфат -магний модификатор ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшегіш құтыға 1,25 $см^3$ аммоний дигидрофосфаты ерітіндісі (үлестік шоғырлануы 100 $г/дм^3$) құйылады және 1,25 $см^3$ магний нитраты бастапқы ерітіндісі (үлестік шоғырлануы 10 $г/дм^3$) құйылып, белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтау мерзімі – 6 ай.

10.1.5 Аралас палладий -магний модификатор ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшегіш құтыға 1,25 $см^3$ палладий нитраты бастапқы ерітіндісі (үлестік шоғырлануы 10 $г/дм^3$) және 1,25 $см^3$ магний нитраты бастапқы ерітіндісі (үлестік шоғырлануы 10 $г/дм^3$) құйылып, белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған жабық ыдыста сақтау мерзімі – 6 ай.

10.1.6 Көлемдік қатынасы 1:1 болатын азот қышқылы азот қышқылы ерітіндісін дайындау

К 100 $см^3$ екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) суды араластыру кезінде концентрацияланған азот қышқылының бірдей көлемі құйылады.

Полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған ыдыста сақтау мерзімі шектелмеген.

10.1.7 Үлестік шоғырлануы 100 $мг/дм^3$ болатын элементтер ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 25 см^3 өлшегіш құтыға тамшуыр көмегімен тиісті ион ерітіндісі құрамының 5 см^3 ГСУ құйылып, 10.1.1 бойынша көлемдік үлесі 0,3 % болатын азот қышқылы ерітіндісімен белгіге дейін апарып араластырады.

Ерітінді полиэтилен, полипропилен немесе фторопласттан жасалған ыдыста 3 ай бойы сақтау кезінде тұрақты.

Ескертпе. Күшәнді қолдану кезінде осы концентрация ерітіндісі дайындамайды, өйткені, үлестік шоғырлануы 0,1 мг/см^3 (100 мг/дм^3) күшән ерітіндісінің ГСУ құрамы ерітіндісі пайдаланылады.

Бұдан әрі үлестік шоғырлануы 100 мг/дм^3 болатын жұмыс ерітіндісінің тізбекті сұйылту арқылы (бірақ әрбір қадамда 100 еседен артық емес) 4-кестеде көрсетілген элементтің градуирлеу ерітіндісі дайындалады.

Сұйылту алгоритмі, сондай-ақ фондық ерітінділері мен әр түрлі массалық концентрация ерітінділерін сақтау мерзімі Б қосымшасында келтірілген.

10.2 Сынапты анықтау үшін қосымша мыналар қажет:

10.2.1 Массалық үлесі 4 % болатын калий бихромат ерітіндісін дайындау

4 г калий бихроматы аспасын 96 см^3 екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен ерітеді. Тығынмен тығындалған күңгірт шынынан жасалған ыдыста сақтау мерзімі - 3 ай.

10.2.2 Сұйылту ерітіндісін дайындау

Термотөзімді шынынан жасалған стаканға 500 см^3 - 600 см^3 екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су құйылады және 50 см^3 концентрацияланған азот қышқылы мұқият құйылады. Содан кейін 10.2.1 бойынша 5 см^3 калий бихроматы ерітіндісі қосылады және көлемі 1000 см^3 дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізеді. Тығынмен тығындалған күңгірт шынынан жасалған ыдыста сақтау мерзімі - 3 ай.

10.2.3 Массалық үлесі 30 % болатын күкірт қышқылы ерітіндісін дайындау

Термотөзімді стаканға 100 см^3 екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су құйылып мұқият араластырылады және 60 см^3 концентрацияланған күкірт қышқылы (d =1,83 г/см^3), қосылады, салқындаған соң 200 см^3 дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен сұйылтады. Сақтау мерзімі шектелмеген.

10.2.4 Гексахлорплатина қышқылы ерітіндісін дайындау

1 г гексахлорплатина қышқылы аспасын 100 см^3 екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен ерітеді. Тығынмен тығындалған күңгірт шынынан жасалған ыдыста сақтау мерзімі - 12 ай.

10.2.5 Үлестік шоғырлануы 10 мг/дм^3 болатын сынап ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 200 см^3 өлшегіш құтыға 10.2.2 бойынша шамамен 30 см^3 сұйылту ерітіндісі құйылады, үлестік шоғырлануы 1 г/дм^3 болатын сынап ерітіндісі құрамының 2,0 см^3 ГСУ енгізеді, белгіге дейін сұйылту ерітіндімен жеткізіп, мұқият араластырылады. Тоңазытқыштағы сақтау мерзімі - 6 айдан артық емес.

10.2.6 Үлестік шоғырлануы 100 мкг/дм^3 болатын сынап ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 100 см^3 өлшегіш құтыға 10.2.5 бойынша үлестік шоғырлануы 10 мг/дм^3 болатын сынап ерітіндісі құйылады, 10.2.2 бойынша сұйылту ерітіндісімен белгіге дейін жеткізіп, мұқият араластырады. Тоңазытқышта сақтау мерзімі – 3 айдан артық емес.

10.2.7 Үлестік шоғырлануы 2 мкг/дм^3 болатын сынап ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 100 см^3 өлшегіш құтыға 10.2.5 бойынша үлестік шоғырлануы 100 мг/дм^3 болатын 2,0 см^3 сынап ерітіндісі құйылады, 10.2.2 бойынша сұйылту ерітіндісімен белгіге дейін жеткізіп, мұқият араластырады. Тоңазытқышта сақтау мерзімі – 10 айдан артық емес.

10.2.8 Үлестік шоғырлануы 1 мкг/дм^3 болатын сынап ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 100 см^3 өлшегіш құтыға 10.2.5 бойынша үлестік шоғырлануы 100 мкг/дм^3 болатын 1,0 см^3 сынап ерітіндісі құйылады, 10.2.2 бойынша сұйылту ерітіндісімен белгіге дейін жеткізіп, мұқият араластырады. Тоңазытқышта сақтау мерзімі – 10 айдан артық емес.

10.2.9 Үлестік шоғырлануы 0,5 мкг/дм^3 болатын сынап ерітіндісін дайындау

Сыйымдылығы 100 см^3 өлшегіш құтыға 10.2.5 бойынша үлестік шоғырлануы 2 мкг/дм^3 болатын 25 см^3 сынап ерітіндісі құйылады, 10.2.2 бойынша сұйылту ерітіндісімен белгіге дейін жеткізіп, мұқият араластырады. Ерітінді пайдалану күніне дайындалады.

11 Өлшемдерді орындауға дайындау

Өлшемдерді орындауға дайындау кезінде мынадай жұмыстар өткізілуге тиіс: спектрометрді жұмысқа дайындау, екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су сапасын тексеру, спектрометрді градуирлеу, сынамаларды іріктеу және талдауға дайындау.

11.1 Сынамаларды іріктеу

Тамақ өнімдері мен өндірістік шикізат, құрастырылған жемдер мен құрастырылған шикізаттардың зертханалық сынамаларын іріктеу өнімнің нақты түріне арналған нормативтік құжаттамаға сәйкес өткізіледі, мысалы астық және олардан өңделген өнімдері сынамаларын іріктеу ГОСТ 13586.3 және ГОСТ 27668, жарма ГОСТ 26312.1 бойынша, ұннан пісірілген өнімдер ГОСТ 5667 бойынша, шұжық өнімдері және шошқа, қой, сиыр және союға арналған мал мен құс етінен жасалған өнімдер ГОСТ 9792 бойынша, құс еті ГОСТ 7702.0 бойынша, балық және балық өнімдері, балықтық емес объектілері ГОСТ 31339 бойынша, жеміс – көкөніс өнімдері ГОСТ 26313 бойынша, арпа-кебек өнімдері ГОСТ 30364.0 бойынша, құрастырылған жемдер мен оларды өндіретін шикізат ГОСТ 13496.0 бойынша өндіріледі.

11.2 Қорғасын, кадмий, хром мөлшерін анықтауға арналған сынамаларды дайындау

Егер сынама құрамы белгісіз жағдайда, минералдаудың барлық тәсілдері үшін тиісті тәсілге арналған максималды аспаны алу керек. Сынамаларды құрғақтай минералдау тәсілімен толық минералдау болмайтын жағдайда (мысалы, ерімейтін қышқылда қалдықтар туындайды) 11.2.2 бойынша ылғал минералдау пайдаланылады немесе 11.2.3 бойынша жоғары қысым кезінде минералданады.

11.2.1 Құрғақ минералдау

Құрғақ минералдау тәсілі шикізаттар мен өнімдердің барлық түрлері үшін қолданылады.

Фарфор тигельге немесе кварц тигельге (тостағанға) 0,5 г - 2 г өнім аспасы салынады және ГОСТ 26929 сәйкес минералдау өткізіледі. Алынған күл 10.1.6 бойынша 1 см^3 азот қышқылы (1:1) ерітіндісімен ерітіледі және ылғал тұзға дейін буланады және 10.1.1 бойынша сыйымдылығы 25 см^3 - 100 см^3 өлшегіш құтыға массалық үлесі 0,3 % болатын азот қышқылы ерітіндісі құйылады. Белгіге дейін сол қышқыл ерітіндісімен жеткізіп араластырылады.

11.2.2 Ылғал минералдау

Массасы 0,5 г – 1 г болатын сынама аспасы Кьельдаль құтына құйылады және ГОСТ 26929 бойынша органикалық заттардың бұзылуы өткізіледі. Кьельдаль құты орналасқан аспаға 10 см^3 концентрацияланған азот қышқылы қосылады және кемінде 15 мин ұсталады. Содан соң құты ішіндегі сұйық 3 см^3 - 5 см^3 дейін буландырылып, құты қыздырғышта қыздырылады. Осыдан кейін 1 см^3 порция бойынша 15 см^3 30 %-дық сутек тотығы мұқият құйылады және 3 см^3 - 5 см^3 дейін тағы да буландырады.

Толық минералданған сынама деп құрамында ерімеген бөлшектері жоқ, тұнық түссіз сұйықты білдіреді (болымсыз ақшыл – сары бояулар рұқсат етіледі).

Жартылай минералданған жағдайда таңдалған аспа массасын азайтуға немесе ыдырау кезінде пайдаланылатын реактивтер мөлшерін арттыру ұсынылады.

Ылғал минералдау тәсілімен алынған ерітінді сыйымдылығы 25 см^3-100 см^{3}өлшегіш құтыға Кьельдаль құты қабырғасын екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен шаю арқылы құйылады. Белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады.

11.2.3 Жоғары қысым кезінде минералдау

Жоғары қысым кезінде минералдау әдісімен сынамаларды дайындау ГОСТ Р 53150 сәйкес өткізіледі. ГОСТ Р 53150 бойынша қысым астында минералдауға арналған кез келген құрал пайдаланылады, мысалы СВЧ-минерализатор немесе микротолқынды қыздыру тәсілімен микротолқынды жүйесі. Жұмыс тәртібі осы құралдарды пайдалану арқылы минералдау өткізу бойынша пайдалану бойынша нормативтік құжатта және әдістемелік нұсқаулықта көрсетілген. Сынақ аспасы 0,5 г бастап 1 г дейін, концентрацияланған азот қышқылын көлемі 10 см^3-15 см^3 құрайды.

Алынған минерализат сынама минералдауы екі рет тазартылған (йонсыздандырылған) сумен өткізілген фторопластикалық стақан қабырғасын шая отырып, сыйымдылығы 25 см^3 - 50 см^3 өлшегіш құтыға құйылады. Белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады.

11.3 Сынап мөлшерін анықтау үшін сынамаларды дайындау

11.3.1 Ылғал минералдау

Массасы 0,1 г - 2,0 г болатын сынама аспасы тегістелген түбі дөңгелек термотөзімді құтыға құйылады, 10 см^3 концентрацияланған азот қышқылы (егер қышқыл сынамамен қарқынды сіңіретін жағдайда, 1 см^3 бастап 5 см^3 дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен және оны 10 – 20 мин қалдырады. Құтыны кері тоңазытқышпен жабылады, тоңазытқыш жейдесі арқылы су тогын қосады және ыдыраудың бірінші сатысында қатты реакциядан қаша отырып, қоспаны мұқият қыздырады. Содан соң қоспаны құйғанға дейін жеткізе отырып, қыздыру қарқындылығы арттырады. Кезеңнің бағыттау ұзақтығы 30 мин бастап 40 мин дейін. Кері тоңазытқыш арқылы реакциялық қоспаға азот оксидін қатты бөлуді тоқтаған соң 5 см^3 концентрацияланған азот және күкірт қышқылы мұқият қосылады. Қарқынды қайнату арқылы қыздыруды арттырады. 30 мин бастап 40 мин дейін ұсталады.

Тоңазытқыш жейдесіне 2 -3 мин басу арқылы су тогы жабылады, сынама бояуы жоғалғанға дейін 2 – 3 мин аралығымен 2 см^3 порциямен кері тоңазытқыш арқылы сутек тотығы реакциясына енгізеді (10 см^3 - 30 см^3 қажет етіледі).

Толық минералданған сынама деп құрамында ерімеген бөлшектері жоқ, тұнық түссіз сұйықты білдіреді (болымсыз ақшыл – сары бояулар рұқсат етіледі). Жартылай минералданған жағдайда таңдалған аспа массасын азайтуға немесе ыдырау кезінде пайдаланылатын реактивтер мөлшерін арттыру ұсынылады.

Осы жағдайда реактивтердің жиынтық көлемі минерализат құйылған құты көлемінен аспауға тиіс, себебі сынаманы дайындау процесінде қоспа көлемі азайтылмайды.

Бұдан әрі кері тоңазытқыш арқылы аздаған екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су қосылады және реакциялық қоспаны тағы да 5 мин қайнатады, одан кейін салқындатып, кері тоңазытқыш алынады және 10.2.1 бойынша 2 см^3 калий бихромат ерітіндісі қосылады.

Алынған ерітінді сыйымдылығы 100 см^3 өлшегіш құтыға түбі дөңгелек құты қабырғасын екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен шаю арқылы құйылады. Белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады. Сынаманы 48 сағат бойы талдау керек.

Ескертпе. Калий дихроматы бояуын минерализатқа қосу кезінде жылдам бұзылу сынамада ыдырамаған сутек тотығының болуы немесе органикалық матрицаны толық емес минералдау туралы куәландыра алады, екеуі де қолжетімсіз. Осы жағдайда сынаманың минералдауын қайталау керек.

11.3.2 Жоғары қысымда минералдау

Жоғары қысымда минералдау әдісімен сынамаларды дайындау ГОСТ Р 53150 стандартына сәйкес өткізіледі.

ГОСТ Р 53150 бойынша қысым астында минералдауға арналған кез келген құрал пайдаланылады, мысалы СВЧ-минерализатор немесе микротолқынды қыздыру тәсілімен микротолқынды жүйесі. Жұмыс тәртібі осы құралдарды пайдалану арқылы минералдау өткізу бойынша пайдалану бойынша нормативтік құжатта және әдістемелік нұсқаулықта көрсетілген.

Массасы 0,1 г сынақ аспасы сынама дайындауға арналған фторопласт стаканға салады, 5 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылы қосады және 0,8 МПа қысым астында 20 мин бойы ыдырау процесі өткізіледі. Жабық жүйедегі қысым 0,2 МПа дейін түскен соң, оны лақтырады. Осындай процедура сынап шығынын болдырмауға мүмкіндік береді.

Алынған ерітінді сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшегіш құтыға фторопласт стакан қабырғасын екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен шаю арқылы құйылады. Белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады. 2 $см^3$ калий бихроматы ерітіндісі 10.2.1 бойынша құйылып, белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады.

11.4 Күшәннің мөлшерін анықтауға арналған сынамаларды дайындау (ылғал минералдау)

Массасы 0,1 г - 2,0 г сынақ аспасы түбі дөңгелек термотөзімді құтыға құйылады, 10 $см^3$ концентрацияланған азот қышқылы енгізіледі және оны 10 – 20 мин қалдырады.

Құтыны кері тоңазытқышпен жабады, тоңазытқыш жейдесі арқылы су тогын қосады және ыдыраудың бірінші сатысында қатты реакциядан қаша отырып, қоспаны мұқият қыздырады. Содан соң қоспаны құйғанға дейін жеткізе отырып, қыздыру қарқындылығы арттырады. Кезеңнің бағыттау ұзақтығы 30 мин бастап 40 мин дейін. Кері тоңазытқыш арқылы реакциялық қоспаға азот оксидін қатты бөлуді тоқтаған соң 5 $см^3$ концентрацияланған азот және күкірт қышқылы мұқият қосылады. Қарқынды қайнату арқылы қыздыруды арттырады. 30 мин бастап 40 мин дейін ұсталады.

Тоңазытқыш жейдесіне 2 -3 мин басу арқылы су тогы жабылады, сынама бояуы жоғалғанға дейін 2 – 3 мин аралығымен 1 $см^3$ - 2 $см^3$ порциямен кері тоңазытқыш арқылы сутек тотығы реакциясына енгізеді (5 $см^3$ - 10 $см^3$ қажет етіледі).

Толық минералданған сынама деп құрамында ерімеген бөлшектері жоқ, тұнық түссіз сұйықты білдіреді (болымсыз ақшыл – сары бояулар рұқсат етіледі). Жартылай минералданған жағдайда таңдалған аспа массасын азайтуға немесе ыдырау кезінде пайдаланылатын реактивтер мөлшерін арттыру ұсынылады.

Осы жағдайда реактивтердің жиынтық көлемі минерализат құйылған құты көлемінен аспауға тиіс, себебі сынаманы дайындау процесінде қоспа көлемі азайтылмайды.

Бұдан әрі кері тоңазытқыш арқылы аздаған екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) су қосылады және реакциялық қоспаны тағы да 5 мин қайнатады, одан кейін салқындатады.

Алынған ерітінді сыйымдылығы 25 $см^3$-100 $см^3$ өлшегіш құтыға түбі дөңгелек құты қабырғасын екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен шаю арқылы құйылады. Белгіге дейін екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен жеткізіп араластырылады.

Ескертпе. Қолданыстағы нормативтік құжаттарға сәйкес тамақ өнімдері мен құрастырылған жем элементтерін анықтау үшін минералдаудың басқа да әдістерін пайдалануға болады, алайда осы жағдайда пайдаланушы метрологиялық сипаттаманың бағалауын өздігінен өткізуге тиіс.

11.5 Бос сынаманы дайындау

Бос сынама сынамаларды талдау кезінде сол реактивтерді, сол мөлшерде пайдалана отырып, талданатын объектінің аспасыз, жұмыс сынамаларының әрбір топтамасымен бірге бір уақытта дайындалып талданады.

Ескертпе. Бос сынама сигналының шамасы ерітіндідегі элементтердің төменгі концентрация аумағында өлшемдерді өткізу мүмкіндігін анықтайтынын ескеру керек. Бос сынаманы ластанудың негізгі себебі сынаманы дайындау кезінде пайдаланылатын қышқыл болып табылады.

11.6 Элементтерді тура анықтау кезінде спектрометрді градуирлеу

11.6.1 «Бос атомдау» өткізу

Спектрометрді градуирлеуге кірісе отырып, сондай-ақ сынамадағы белгілі бір элементтің мөлшерін өлшеу алдында «бос атомдау» өткізу керек, яғни атомизатордың графиттік кюветасына сынаманы өткізбей 3-кесте бойынша өлшемдердің таңдалған параметрлерінде атомдаудың барлық процедурасын іске асыру керек.

Элементпен анықталатын кюветаның ластауы жоқтығына көзіне жеткізу керек және ластау болатын жағдайда күйдіру арқылы жою керек. «Бос» атомдауды аналитикалық сигналдың мәні 0,01 төмен түскенге дейін өткізеді.

11.6.2 Сапаны бақылау екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен және азот қышқылы ерітіндісімен өткізеді. Жұмыс бастар алдында 10.1.1 бойынша екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен және азот қышқылы ерітіндісімен сапасы тексеріледі. Ол үшін граудирлеу сипаттамасы үшін белгіленгендер бойынша 12-бөлімге сәйкес анықталған элементтің үлестік шоғырлануы өлшенеді.

Егер 40 мм^3 енгізу кезінде элементтің үлестік шоғырлануының өлшенген мәні градуирлеу ерітіндісінің үлестік шоғырлануы мәнінің 4-кестеде ұсынылатын мәндердің 5 % аспайтын жағдайда, су сапасы (азот қышқылы ерітіндісі) қанағатты боп танылады. Егер градуирлеу сипаттамасы зертханадағы осы элементтер үшін белгіленбеген жағдайда, онда дайындаушы – зауытта белгіленген градуирлеу сипаттамасы пайдаланылады.

Градуирлеу сипаттамасы болмаған жағдайда судың бірдей көлемінен (азот қышқылы ерітіндісі) және 0,05 аспауға тиіс градуирлеу ерітіндісі (мысалы, 20 мм^3) аналитикалық сигналдар қатынасы табылады.

11.6.3 Спектрометрдің градуирлеуі

Сынамаларды гардуирлеу кезінде және талдау кезінде әрбір элемент үшін атомдау процесінің әр түрлі сатысын өткізетін ұсынылатын параметрлері 3- кестеде келтірілген.

3-кесте. Талдауды өткізу шарттары

Элемент	Толқын ұзындығы, нм	Кептіру		1-пиролиз		2-пиролиз		Атомдау		Тазалау	
		Уақыт, с	Температура, °С	Уақыт, с	Температура, °С	Уақыт, с	Температура,	Уақыт, с	Температура, °с	Уақыт, с	Температура,
Cd*	228,8	40	120	20-30	600	**	**	1.5	1300	2,0	1500
Pb*	283,3	40	120	20-30	650	20	1450	1.5	2400	2.0	2700
As*	193,7	40	120	20-30	600	**	**	1.5	2750	2,0	2800
Cr	357,9	40	120	20-30	600	20	1500	1.5	2550	2,0	2700
Sn*	286,3	40	120	20-30	600	**	**	1.5	2650	2.0	2750

* модификаторды пайдаланып анықтау (5-кесте).

** 2-пиролиз қажет болған жағдайда өткізіледі (егер 12.1 бойынша өткізілетін нәтижелердің анықтығы расталмайды).

Спектрометрдің градуирлеу сипаттамасы элемент концентрациясынан аналитикалық сигнал байланысын білдіреді.

11.7.1 бойынша дайындалған атомизатордың графиттік кюветасына Б қосымшасына сәйкес дайындалған тиісті элементтің 10; 20; 40 мм^3 градуирлеу ерітіндісінің автосемплер көмегімен немесе тікелей дозатормен енгізіледі.

Әрбір элемент үшін градуирлеу ерітіндісінің үлестік шоғырлануының ұсынылатын мәндері 4-кестеде көрсетілген.

4-кесте. Градуирлеу сипаттамасын құруға арналған ерітіндісінің үлестік шоғырлануының ұсынылатын мәндері

Элемент	Градуирлеу ерітіндісінің үлестік шоғырлануы, мкг/дм^3
Cd	1
Cr	5
As, Pb	10
Sn	20

Хромнан басқа барлық элементтер үшін градуирлеу сипаттамасы модификаторды пайдалану арқылы құрылады. 5-кестеде пайдаланылатын модификаторлар мен олармен жұмыс істеу тәсілдері келтірілген.

Сынамаларды талдау кезінде градуирлеуді өткізу кезінде пайдаланылатын модификатор енгізіледі.

5-кесте. Модификаторды енгізу

Элемент	Модификатор	Көлемі, мм^3	Енгізу тәсілі
Cd	$Pd(N0_3)_2$ 10.1.3 бойынша	10	1,2
Pb	$Mg(N0_3)_2+NH_4H_2P0_4$ 10.1.4 бойынша	10	1,2
Sn	$Pd(N0_3)_2+Mg(N0_3)_2$ 10.1.5 бойынша	10	1,2
As	$Pd(N0_3)_2$ 10.1.3 бойынша	10	1,2

1-тәсіл. Модификаторды тізбектеп және сынаманы тікелей кюветаға енгізу (сынама мен модификатордың жиынтық көлемі 50 мм^3 аспауға тиіс).
2-тәсіл. Модификаторды градуирлеу ерітіндісіне/сынаманы енгізу. 1 см^3 градуирлеу ерітіндісіне/сынамаға 20 мм^3 модификатор ерітіндісін қосады, сосын спектрометрдің графиттік кюветасында дозаланады.

Градуирлеу ерітіндісінің ұсынылатын көлемінің әрқайсысы бес реттен графиттік кюветаға енгізіледі және спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалану арқылы, аналитикалық сигнал шамасы өлшенеді.

Содан соң барлық енгізулер үшін сигналдың орташа арифметикалық мәні және 6 % аспауға тиіс оның орташа квадраттық ауытқуы (ОКА) есептеледі.

Егер осы шарт сақталмаса, онда тұрақсыздық себебін тауып жою керек және градуирлеу ерітіндісін қайта енгізу керек.

Нөлдік нүктенің аналитикалық сигнал ретінде (нөлге тең тиісті элементтің массасы) күйдірілгендерден графиттік кюветаның 11.6.1 бойынша сигнал алынады.

Нөлдік нүкте үшін ОКА мәнін тексеру өткізілмейді.

Графиттік кюветаға енгізілген элемент массасы мына формула бойынша есептеледі, (M, пг):

$$M = C \cdot V \,, \qquad (1)$$

мұндағы C- градуирлеу ерітіндісінің массалық концентрациясы, мкг/дм^3;

V – кюветаға енгізілген градуирлеу ерітіндісінің көлемі, мм^3.

Спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалана отырып градуирлеу сипаттамасы белгіленеді.

11.6.4 Градуирлеу сипаттамасының қабылдағыштығын тексеру

Градуирлеу сипаттамасының қабылдағыштығын тексеру оны салғаннан кейін 11.6.3 бойынша тікелей өткізіледі, бұл ретте оны салу кезінде енгізілген модификаторлар енгізіледі. Қабылдағыштығын тексеру өткізу алдында 11.6.1 бойынша графиттік кювета күйдіруін өткізу керек.

Тексеру градуирлеу кезінде пайдаланылатын 15; 20; 25 мм^3 ерітіндісі кезінде анықталатын элементтің үлестік шоғырлануын өлшеуден тұрады. Ерітіндінің таңдалған көлемін кемінде үш рет графиттік кюветаға енгізіледі.

Спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалана отырып, барлық өлшемдер үшін элементтің үлестік шоғырлануының орташа мәні алынған мәндердің салыстырмалы ОКА есептеледі.

Егер:

- ОКА мәні 6 % артпайтын жағдайда;
- тиісті элементтің үлестік шоғырлануының орташа арифметикалық мәнінің нақты мәнінен ауытқуы (4-кесте) 12 % артпайтын болса, градуирлеу сипаттамасы қабылданбалы деп танылады.

11.6.5 Градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау

Градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау спектрометрде әрбір жұмыс бастар алдында және әрбір 12 -20 өлшемнен кейін өткізіледі. Бұл ретте градуирлеу сипаттамасын өткізу кезінде енгізілген сол модификатор енгізіледі

Бақылауға арналған үлгі ретінде 4-кестеде келтірілген үлестік шоғырлануы элементінің ерітіндісі пайдаланылады.

Дозаланатын көлемде элементтің массасы градуирлеу сипаттамасы ауқымына сәйкес келетін жағдайда басқа да концентрация ерітінділерін пайдалануға болады.

10 мм^3 бастап 40 мм^3 дейінгі бақылауға арналған үлгі атомизатордың графиттік кюветасын кемінде үш рет енгізіледі және жұмыстың таңдалған режимдеріне сәйкес элементтің үлестік шоғырлануының мәндері өлшенеді (3-кесте).

Егер:

- өлшеу нәтижелерінің ОКА мәні 6 % артпайтын жағдайда;
- тиісті элементтің үлестік шоғырлануының орташа арифметикалық мәнінің нақты мәнінен ауытқуы 15 % артпайтын болса, градуирлеу сипаттамасы тұрақты деп танылады.

Осы жағдайда градуирлеу сипаттамасы сынамаларды бұдан әрі өлшеу үшін пайдаланылуы мүмкін.

Кері жағдайда градуирлеу сипаттамасы тұрақтылығын бұзуға әкелетін (ерітіндіні дайындау кезіндегі қателіктер, графиттік кюветаның жұмыс қабілеттілігі ресурсының бітуі) себептер табылады, олар жойылады және 11.6.2 бойынша спектрометрдің градуирлеуі тағы да өткізіледі.

Тұрақтылығын бақылағаннан кейін алынған нәтижелер күмәнді болып табылады, осы кезеңде өткізілген сынамаларды өлшеу қайталанады.

Ескертпе. Зертхана градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау және қабылдауды тексеру кезінде олардың мәні осы тармақта келтірілген мәндерден артпайтын жағдайда, нормативтің меншікті мәндерін белгілеуге құқылы.

11.7 Сынапты анықтау кезінде спектрометрді градуирлеу

11.7.1 Кюветаны платиналау

Графиттік кюветаға дозатормен 40 мм^3 гексахлорплатина қышқылы ерітіндісі енгізіледі (10.2.4) және атомдау былай өткізіледі.

- кептіру - 120 °С, 40 с;
- 1-пиролиз - 600 °С, 20 с;
- 2-пиролиз- 1500 °С, 3 с;
- атомдау – 2000 °С, 2 с;
- тазалау – 2200 °С, 2 с;
- пауза - 60 с.

Барлық операциялар аргонның үлкен ішкі тогында өткізіледі (0,5 - 1,0 дм^3/мин).

Ерітіндіні енгізу процедурасы және атомдау тағы да төрт рет қайталанады, содан кейін кювета жұмысқа дайын болады.

Платиналау 50 -60 өлшем өткізген соң, сондай—ақ жұмыс процесінде 11.7.4 бойынша градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылаудың кері нәтижелері кезінде қайталанады.

11.7.2 Спектрометрді градуирлеу

Спектрометр пайдалану бойынша нұсқауға сәйкес сынапты – гидридті қондырмасымен бірге жұмысқа дайындалады.

Градуирлеу құрудың ұсынылатын параметрлері 6-кестеде келтірілген.

Реакциялық ыдысқа сынапты –гидридті қондырмалар қалайы хлоридінің 3 см^3 қалпына келтіру ерітіндісін дозатормен енгізіледі, сынап, қалпына келтіру ерітіндісі іздерін жою үшін аргонмен үрленеді (реактив тазалығына байланысты шығыны 0,4-0,6 дм^3/мин, уақыты 10 с бастап 60 с дейін).

Реакциялық ыдысқа 5 см^3 градуирлеу сынап ерітіндісі енгізіледі және Пайдалану бойынша нұсқауына сәйкес аналитикалық сигнал өлшенеді.

6-кесте. Сынап және сынаманың граудирлеу ерітінділерін талдаудың ұсынылатын параметрлері

Параметрі	Мәні
Аргон шығыны, дм^3/мин	0,4 - 0,6 (40 -60 бірл. Ротаметр шкаласы бойынша)
Пиролиз температурасы, °С	80
Пиролиз ұзақтығы, с	60
Кептіру температурасы, °С	80
Кептіру ұзақтығы, с	20
Атомдау температурасы, °С	1000
Атомдау ұзақтығы, с	3
Тазалау температурасы, °С	1500
Тазалау ұзақтығы, с	2
Тоқтау ұзақтығы, с	30

5 см^3 градуирлеу ерітіндісіне сәйкес келетін сынап массасы 7-кестеде келтірілген.

Градуирлеу байланыстылығын құрау кезінде сұйылту ерітіндісін бастау керек, содан соң концентрация өсу ретімен градуирлеу ерітіндісі тізбектеп енгізіледі.

Сынаптың әрбір массасы бес рет өлшенеді және программалық қамтамасыз ету көмегімен және 6 % аспауға тиіс аналитикалық сигналдың алынған мәндерінің орташа арифметикалық мәні салыстырмалы стандарттық ауытқуы есептеледі

Егер осы шарт сақталмаса, онда тұрақсыздық себебін анықтап жойылады және градуирлеу ерітіндісін қайта енгізеді.

7-кесте. Градуирлеу байланыстылығын салуға арналған сынап массасының ұсынылатын мәндері

Градуирлеу ерітіндісінің үлестік шоғырлануы, мкг/дм^3	Сынап массасы, пг
Сұйылту ерітіндісі 10.2.2 бойынша	0
0,5	2500
1,0	5000
2,0	10000

Нөлдік нүктелер үшін сұйылту ерітіндісіне сәйкес келетін интегралдық аналитикалық сигнал мәндері пайдаланылады. Нөлдік ерітінділер үшін ОКА мәндерін тексеру өткізілмейді.

Үлестік шоғырлануы 0,5 мкг/дм^3 болатын ерітіндіден аналитикалық сигнал мәні сұйылту мәнінен аналитикалық сигнал мәнінен кемінде 20 есе аспауға тиіс.

Спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалана отырып, сынап массасынан аналитикалық сигналдың градуирлеу байланыстылығы (градуирлеу ерітіндісін тізбектеп енгізуге арналған орташа арифметикалық мәндер) белгіленеді.

11.7.3 Градуирлеу сипаттамасының қабылдағыштығын тексеру

Градуирлеу сипаттамасының қабылдағыштығын тексеру 11.7.2 бойынша оны салғаннан кейін тікелей өткізіледі.

Реакциялық ыдысқа сынапты – гидридті қондырмалар қалайы хлоридінің 3 см^3 қалпына келтіру ерітіндісін дозатормен енгізіледі, сынап, қалпына келтіру ерітіндісі іздерін жою үшін аргонмен үрленеді (реактив тазалығына байланысты шығыны 0,4-0,6 дм^3/мин, уақыты 10 с бастап 60 с дейін). Реакциялық ыдысқа 10.2.8 бойынша үлестік шоғырлануы 1 мкг/дм^3 болатын 3 см^3 градуирлеу сынап ерітіндісі енгізіледі және Пайдалану бойынша нұсқауына сәйкес аналитикалық сигнал өлшенеді. Өлшемдер кемінде үш рет өткізіледі.

Спектрометрге программалық қамтамасыз етуді пайдалана отырып, барлық өлшемдер үшін элементтің үлестік шоғырлануының орташа мәні алынған мәндердің салыстырмалы ОКА есептеледі.

Егер:

- ОКА мәні 6 % артпайтын жағдайда;
- сынаптың үлестік шоғырлануының орташа арифметикалық мәнінің нақты мәнінен ауытқуы 12 % артпайтын болса, градуирлеу сипаттамасы қабылданбалы деп танылады.

11.7.4 Градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау

Градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақылау процедурасы жұмыс бастар алдында және 10 – 12 сынама талдаған соң 10.2.7 - 10.2.9 бойынша дайындалған ерітінділердің біреуінде сынаптың үлестік шоғырлануының кемінде екі параллель өлшеуден тұрады.

11.6.5 тармағында қалыптасқан критерийді пайдалана отырып, градуирлеу сипаттамасының тұрақтылығын бақыланады.

12 Өлшемдерді орындау

12.1 Дайындалған сынамада элементтердің (сынаптан басқа) үлестік шоғырлануын өлшеу

11.2 немесе 11.4 бойынша дайындалған сынамалар графиттік кюветаны және оның тазалығын бағалаумен міндетті түрде алдын ала күйдірумен 11.6.1 бойынша Спектрометрді пайдалану бойынша нұсқауға сәйкес талданады.

Сынамада нақты элементтің үлестік шоғырлануын анықтау кезінде және градуирлеу кезінде талдау өткізу шарттары (оның ішінде модификаторды енгізу) сәйкес келуге тиіс.

Талдауды сынаманың (10 мм^3) минималды ықтимал көлемін кюветаға енгізуден бастау ұсынылады.

Аналитикалық сигналдың алынған шамасына байланысты:

- егер сигнал шамасы кіші болса (бірінші градуирлеу нүктесінің сигнал шамасының жартысынан кіші), онда дозаланатын сынама көлемі артады, бірақ 40 мм^3 дейінгі қарағанда артық емес;
- егер нәтиже терезесінде массалық концентрация мәнінің орнына «<> калибр.» немесе «дұрыс емес мәндер», шығатын болса, онда сынама 10 мм^3 бастап 40 мм^3 дейін дозалау кезінде сұйылтылған сынама сигналы градуирлеу сипаттамасы ауқымының шамамен ортасына сәйкес келетіндей етіп сұйылту арқылы келіп түседі.

Сұйылту коэффициенті мына формула бойынша есептеледі:

$$Q = \frac{V_k}{V_a} \quad , \qquad (2)$$

Мұндағы V_k- сұйылтылған сынама көлемі, см^3

V_a – сұйылту үшін алынған бастапқы сынама аликвоттық порциясы, см^3.

Дайындалған сынаманың таңдалған көлемі (бастапқы немесе сұйылтылған) кюветаға кемінде үш рет дозаланады және элементтің үлестік шоғырлануы өлшенеді.

Программалық қамтамасыз ету көмегімен алынған нәтижелердің салыстырмалы ОКА және массалық концентрацияның алынған мәндерінің арифметикалық мәні табылады. Алынған нәтижелер, егер салыстырмалы ОКА 6 % аспайтын жағдайда, қабылданбалы деп саналады. Осы жағдайда алынған мәндердің орташа арифметикалық мәні ретінде сынаманың минерализатындағы ($C_{изм}$) элементтің үлестік шоғырлануын өлшеу нәтижесі қабылданады.

Сынаманың матрицалық тиімділігінің ықтимал пайда болған кезде алынған нәтижелердің анықтығы қоспа енгізу арқылы расталады.

Процедура мынадан тұрады: кюветаға таңдалған көлем сынамасы енгізіледі, бұдан әрі аналитикалық сигнал градуирлеу сипаттамасы ауқымының шеңберінде қалдыра отырып, 1,5 – 2 есе артатындай етіп, белгілі концентрация элементі ерітіндісінің осындай көлемі кюветаға енгізіледі. Бұл ретте енгізілген сынама мен қоспаның жиынтық көлемі 40 мм^3 аспауға тиіс. Содан соң өлшеу процедурасы іске қосылады. Қоспалы өлшемдер кемінде үш рет қайталанады және элемент массасының орташа арифметикалық мәні табылады.

Элемент массасының күтілетін мәні енгізілген сынама көлемінде болатын элементтің масса жиынтығы мен енгізілген қоспа көлеміндегі элементтің массасын білдіреді.

Егер элемент массасының өлшенген мәні мен күтілетін мәні арасындағы айырмашылық күтілетін мәнінен артпайтын 15 % жағдайда, онда сынаманың талдау нәтижесі расталған деп саналады.

Егер осы шарт орындалмаса, онда талдаудың басқа да шарттарын таңдауға болады: басқа модификатор, графиттік пештің температуралық программасын оңтайландыру және т.б.

Қиындық туған жағдайда әзірлеушіге жүгіну керек.

12.2 Дайындалған сынамада сынаптың үлестік шоғырлануын өлшеу

Реакциялық ыдысқа сынапты – гидридті қондырма қалайы хлоридінің 3 см^3 қалпына келтіру ерітіндісі дозатормен енгізіледі, ластаушы қалпына келтіру ерітіндісінің сынап іздерін жою үшін аргон үрленеді (шығыны 0,4-0,6 дм^3/мин, уақыты 10 с бастап 60 с дейін реактив тазалығына байланысты) және 11.4 бойынша дайындалған 5 см^3 сынама минерализатының аликвотасы дозаланады.

Әрбір сынама минерализатының кемінде үшін аликвот талданады және 11.8 сәйкес белгіленген градуирлеу байланыстылығы бойынша сынаптың үлестік шоғырлануы есептеледі.

Программалық қамтамасыз ету көмегімен алынған нәтижелердің салыстырмалы ОКА және сынаптың массалық концентрацияның алынған мәндерінің арифметикалық мәні табылады. Алынған нәтижелер, егер салыстырмалы ОКА 6 % аспайтын жағдайда, қабылданбалы деп саналады. Осы жағдайда алынған мәндердің орташа арифметикалық мәні ретінде сынаманың минерализатындағы ($C_{изм}$) сынаптың үлестік шоғырлануын өлшеу нәтижесі қабылданады.

Градуирлеу байланыстылығын салу кезінде тіркелген максималды сигналда сынаманың аналитикалық сигналы арту кезінде сынама, аналитикалық сигнал мәні градуирлеу байланыстылығын құру ауқымының ортасында түсетіндей етіп екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен сұйылтады.

Сұйылтылған сынама жоғарыда сипатталған сияқты талданады. Сынаманы сұйылту Q коэффициенті (2) формула бойынша есептеледі.

12.3 Бос сынаманы талдау

11.5 сәйкес дайындалған бос сынамалар 12.1 немесе 12.2 бойынша талданады. 12.1 бойынша талдау кезінде атомизатордың графиттік кюветасына енгізілетін бос сынама көлемі 40 мм^3 құрайды.

Бос сынамадағы элементтің үлестік шоғырлануын өлшеу нәтижесі ретінде ($C_{хол}$) бос сынаманың графиттік кюветаға тізбекті енгізу кезінде алынған (12.1) немесе оның аликвотасын 12.2 бойынша талдау кезінде алынған орташа арифметикалық мәні қабылданады.

2-кестеде келтірілген көрсеткіш мәндеріне сәйкес өлшеу дәлдігін қамтамасыз ету үшін бос сынама шамасы кадмий үшін 0,1 мкг/дм^3, қорғасын, күшән үшін 2 мкг/дм^3, және қалайы үшін 4 мкг/дм^3 аспауға тиіс.

Сына үшін бос сынама шамасы 0,1 мкг/дм^3 аспауға тиіс. Бұл СВЧ-минералдауды пайдалану кезінде сынаптың төменгі концентрациясын анықтау кезінде ерекше маңызды, өйткені басқа элементтен қарағанда сынап фторопласт стакан қабырғасында сорбцияланады.

Сондықтан бос сынамадағы массалық концентрация мәні 0,1 мкг/дм^3 кем екеніне көз жеткізу үшін бос сынаманы алдымен дайындау және тек осыдан кейін ғана сынамаларды минералдауға кірісу керек екені ұсынылады.

Егер бос сынама үшін көрсетілген нормативтер орындалмайтын жағдайда, онда ластану көзін тауып жою керек және бос сынаманы 11.5 бойынша дайындап, оны талдау керек.

Егер сынама сұйылтумен талданатын болса, онда бос сынаманы сәйкес сұйылту керек.

Ескертпе. Жүйелік жұмыс кезінде бақылау картасын пайдалану арқылы анықталатын элементтер бойынша бос сынаманың мәндерінің тұрақтылығын бақылау керек және бос сынама мәндері үшін негативті тенденцияны қалыптастыру кезінде оперативті шараларды қабылдау керек.

13 Өлшеу нәтижелерін өңдеу

Сынамадағы анықталатын элементтің массалық (X) үлесі мына формула бойынша есептеледі:

$$X = \frac{0{,}001 \cdot (C_{экм} - C_{хол}) \cdot V \cdot Q}{m}, \qquad (3)$$

мұндағы X – сынамадағы элементтің массалық үлесі, мг/кг;

$C_{экм}$ – 12.1 немесе 12.2 бойынша сынама минерализатындағы элементтің үлестік шоғырлануының өлшенген мәні, мкг/дм^3;

$C_{хол}$ – 12.3 бойынша бос сынамадағы элементтің үлестік шоғырлануының өлшенген мәні, мкг/дм^3;

V – минерализат көлемі, см^3;

Q – минерализаттың қосымша мәні;

m – сынама аспасының массасы, г;

0,001 – масса бірлігінің өлшемдерін келісу коэффициенті.

14 Өлшеу нәтижелерін рәсімдеу

Пайдаланылуын қарастыратын құжатта өлшеу нәтижесі мына түрде көрсетіледі:

а) $X \pm \Delta_x$, мг/кг, P = 0,95,

мұндағы X – анықталатын элементтің массалық үлесін өлшеу нәтижесі ((3) формула), мг/кг;

Δ_x – әдістеме дәлдігінің көрсеткіші (P = 0,95 ықтималдығы кезінде өлшеудің бірлік нәтижесінің абсолюттік қателік шегі), мг/кг;

$$\Delta_x = \frac{\delta_x \cdot \ddot{O}}{100}, \quad (4)$$

δ_x мәні 2-кестеде келтірілген.

б) Зертхана беретін құжатта өлшеу нәтижесі мына түрде беріледі: $X \pm \Delta_л$ мг/кг, P = 0,95,

$\Delta_л$ – зертханада әдістемені іске асыру кезінде белгіленген өлшеу нәтижелері қателігінің сипаттама мәні, мг/кг.

15 Өнімділік жағдайында алынатын нәтижелердің қабылдағыштығын тексеру

Екі зертханада алынған өлшеу нәтижелері арасындағы айырмашылық өнімділік шегінен аспауға тиіс:

$$|X_{1,лаб} - X_{2,лаб}| \leq 0{,}01 \cdot X_{ср} \cdot R_{отн}, \quad (5)$$

мұндағы $X_{1,лаб}$ – бірінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/кг;

$X_{2,лаб}$ – екінші зертханада алынған өлшеу нәтижесі, мг/кг;

$X_{ср}$ – екі зертханадағы өлшеу нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні, мг/кг;

R – өнімділік шегінің мәні (8-кесте), %.

(5) теңсіздік шарты орындалу кезінде екі өлшеу нәтижесі қабылданды, түпкілікті ретінде олардың жалпы орташа мәні пайдаланылуы мүмкін.

Осы шарттарды орындалмаған жағдайда, ГОСТ ИСО 5725-6 сәйкес өлшеу нәтижелерінің қабылдағыштығын тексеру әдістері пайдаланылуы мүмкін.

8-кесте. Қайталанғыштығы мен өнімділік шектері (P = 0,95)

Өлшеу ауқымы, мг/кг (млн$^{-1}$)	Қайталану шегі (екі параллель анықтамалар арасындағы рұқсат етілетін айырмашылығының салыстырмалы мәні), r %	Өнімділік шегі (әр түрлі зертханада алынған әр түрлі нәтижелер арасындағы рұқсат етілетін айырмашылығының салыстырмалы мәні), R %
Кадмий		
0,01 бастап 1 дейін қоса	25	36
Қорғасын		
0,05 бастап 0,2 дейін қоса	39	56
0,2 жоғары 10 дейін қоса	25	36
Күшән		
0,05 бастап 10 дейін қоса	25	36
Сынап, ылғал минералдау		
0,0025 бастап 0,005 дейін	36	50
0,005 бастап 1 дейін қоса	25	36
Сынап, СВЧ-минералдау		
0,005 бастап 0,02 дейін қоса алғанда	39	56
0,02 жоғары 1 дейін қоса	25	36
Хром		
0,2 бастап 10 дейін қоса	25	36

151

16 Зертханада әдістемені іске асыру кезінде өлшеу нәтижелерінің сапасын бақылау

16.1 Зертханада әдістемені іске асыру кезінде өлшеу нәтижелерінің сапасын бақылау:

- қайталану жағдайында нәтижелердің қабылдағыштығын бақылау;
- жеке алынған бақылау процедурасын іске асыру кезінде қателігін бағалау негізінде өлшеу процедурасын оперативті бақылау
- зертхана ішілік анықтық көрсеткіштерінің орташа квадраттық ауытқу тұрақтылығын бақылау негізінде өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылауды қарастырады.

16.2 Қайталану жағдайында нәтижелердің қабылдағыштығын бақылау

Қайталану жағдайында алынатын нәтижелердің қабылдағыштығын бақылау осы стандарт бойынша талданатын өнім сынамаларын пайдалану арқылы таңдап бақылау арқылы өткізіледі.

Әдістеме жазуына сәйкес нақты сынаманың екі аспасы талданады және екі өлшеу нәтижесі алынады. Өлшеу нәтижелері шарттарды орындау кезінде қабылдамалы деп танылады.

$$X_{max} - X_{min} \leq 0{,}01 \cdot \bar{O} \cdot r, \qquad (6)$$

Мұндағы X_{max} – параллель анықтамалардың үлкен нәтижесі, мг/кг;

X_{min} - параллель анықтамалардың кіші нәтижесі, мг/кг;

$\bar{O}$ - параллель анықтамалардың нәтижелерінің орташа арифметикалық мәні, мг/кг;

r – қайталану шегінің мәні (8-кесте), %.

(6) теңсіздік орындалмаған кезде бақылау процедурасы үлгілердің екі еселенген мөлшерінде қайталанады. Қайта қанағатсыз нәтижеде қанағатсыз нәтижеге әкелетін себептер табылып, жойылады.

17 Өлшеу процедурасын оперативті бақылау

Өлшеуді орындау процедурасын оперативті бақылау $К_д$.нормативті бақылаумен жеке алынған $К_к$ бақылау процедурасы нәтижесін салыстыра арқылы өткізіледі. Бақылауға арналған үлгілер тиісті элементтердің массалық үлесінің аттестатталған мәндерімен талданатын объектілер құрамының стандарттық үлгілерінің бағыттарын түсіру ретімен пайдаланылады, элементтердің массалық үлесі зертхана аралық сынақ нәтижелері бойынша белгіленген үлгілер; зертханада көп рет талданған үлгілер.

$К_к$ бақылау процедурасының нәтижесі мына формула бойынша есептеледі:

$$K_к = |X\text{-}C|, \qquad (7)$$

Мұндағы

С – тіреу мәні (стандарттық үлгідегі элементтің массалық үлесінің аттестатталған мәні, зертхана аралық салыстыру сынақ нәтижелері бойынша белгіленген жалпы орташа мәні немесе көп рет өлшеу нәтижелері бойынша зертханада белгіленген орташа мәні), мг/кг.

$К_б$ бақылау нормативі мына формула бойынша есептеледі:

$$K_д = \Delta_л, \qquad (8)$$

мұндағы $\Delta_л$ – бақылауға арналған үлгінің аттестатталған мәніне сәйкес келетін және әдістемені іске асыру кезінде зертханада белгіленген өлшеу нәтижелері қателігінің сипаттама мәні, мг/кг.

Егер зертханада салыстырмалы қателік шектері белгіленген болса ($\delta_л$, %), онда $\Delta_л$, мәндері мг/кг, мына формула бойынша есептеледі:

$$\Delta_л = 0{,}01\ \delta_л \cdot X, \qquad (9)$$

Бақылау процедурасының сапасы мына шарт орындалған жағдайда қанағатты деп танылады:

$$K_я \leq K_д\ , \qquad (10)$$

Егер (10) теңсіздігі орындалмайтын жағдайда, онда бақылау процедурасы қайталанады. Осы шарт қайта орындалмаған кезде қанағатсыз нәтижеге әкелетін себептер анықталады.

Өлшемді орындау процедурасы орындаушы бақылау кезеңділігі, сондай-ақ орындалатын өлшем нәтижелерінің тұрақтылығын бақылаудың іске асырылатын процедурасы зертханадағы сапа бойынша нұсқауда регламенттеледі.

Ескертпе. Зертханада әдістемені енгізу кезінде өлшеу нәтижелерінің дәлдік көрсеткішін өлшеу нәтижелерінің тұрақтылығын бақылау процесінде ақпараттың жиналу шаралары бойынша кейіннен нақтылау арқылы $\delta_л$ = 0,84δ (δ мәндері 2-кестеде келтірілген) өрнек негізінде белгілеуге рұқсат етіледі.

153

А қосымшасы
(міндетті)

Өлшемдерді орындауға химиялық ыдысты дайындау

Өлшемдерді орындау кезінде мына ережелерді басшылыққа ала отырып, химиялық ыдыс тазалығын мұқият сақтау керек. Химиялық ыдысты жуу үшін концентрацияланған азот (х.т.) немесе күкірт (х.т.) қышқылын пайдалануға рұқсат етіледі.

Ыдысты жуу үшін сілтінің барлық түрлерін, жуу құралдарының барлық түрлерін, хром қоспасын пайдалануға қатаң тыйым салынады.

Ыдыс суқұбыр суымен алдын ала шайылады, содан соң оған шамамен ½ азот немесе күкірт қышқылы құйылады, ішкі жағы толық шайылады, содан кейін арнайы ыдысқа құйылады.

Алмұрт тәрізді құрал көмегімен тамшуыр белгіден жоғары бірнеше рет қышқылмен толықтырылады.

Ыдыс су – құбыр (кемінде бес рет) шайылған соң екі рет тазартылған су (йонсыздандырылған) сумен (екі – үш рет) түпкілікті шайылады.

Сынапты анықтау үшін барлық ыдыс ыстық су – құбыр сумен жуылады, содан соң (1:1) ыстық азот қышқылы ерітіндісімен шайылады.

Ыдыс су – құбыр (кемінде бес рет) шайылған соң (кемінде бес рет) екі рет тазартылған сумен (екі – үш рет) түпкілікті шайылады

Әрбір ерітінді үшін талдау өткізу кезінде өзінің тамшуырын пайдалану керек.

Құты ерітіндісі таза, құрғақ стаканға құйылады, одан ерітінді тамшуырға жиналады.

Ластану болдырмау үшін ерітіндінің барлық көлеміне тамшуыр жүктеуге тыйым салынады. Дозатормен жұмыс істеу кезінде ұқсас түрде келіп түседі. Барлық ұштар бір рет пайдаланылуға тиіс.

Әрбір элементтің ерітінділерін дайындау үшін ыдыстың жеке жиыны ұсынылады.

Б қосымшасы
(ақпарат)

Күшән, кадмий, хром, қорғасын градуирлеу ерітінділерін дайындау алгоритмі Б.1 суретінде ғана келтірілген.

Сұйылтуға арналған ерітінділер:

1) As, Cd, Cr, Pb – азот қышқылы ерітіндісі 10.1.1 бойынша;

2) Sn - тұз қышқылы ерітіндісі 10.1.2 (1 мг/дм³ үшін) бойынша, содан соң екі рет тазартылған (ионсыздандырылған) су 20 мкг/дм³ үшін.

Б.1 суреті

Библиография

[1] Қазақстан Республикасының «Өлшем бірлігін қамтамасыз ету туралы» 200 жылғы 7 маусымдағы № 53-II заңы

ӘОЖ 664:546.56.06.006.354 **МСЖ 67.050**

Түйін сөздер: тамақ өнімдері, өндірістік шикізат, жем, мөлшерін анықтау, кадмий, қорғасын, сынап, хром, атомды-абсорбциялық әдіс

247

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ, КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

СТ РК 2350-2013

Издание официальное

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

Астана

158

Предисловие

1 **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт метрологии» и ООО «Люмэкс-маркетинг», г. Санкт-Петербург

2 **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Приказом Комитета технического регулирования и метрологии Министерства индустрии и новых технологий Республики Казахстан от 29 октября 2013 года № 509-од

3 Настоящий стандарт разработан на основе М 04-64-2010 «Продукты пищевые и сырье продовольственное. Корма, комбикорма и сырье для их производства. Методика измерений массовой доли кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома, олова методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией модификаций МГА-915, МГА-915М, МГД-915МД»

4 **СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ**	**2018 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ	**5 лет**

5 **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

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

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ, ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ, КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ

Определение содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией

Дата введения 2014-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания кадмия, свинца, мышьяка, ртути и хрома в пробах мяса и мясопродуктов, рыбы и рыбопродуктов, молока и молочных продуктов, зерна, мукомольно-крупяных и хлебобулочных изделий, плодоовощной продукции (в том числе чая, кофе, соков и соковой продукции), сахара и кондитерских изделий (в том числе шоколада), соли, биологически активных добавок, консервов, кормов, комбикормов и сырья для их производства с использованием атомно-абсорбционного метода с электротермической атомизацией. Диапазон измерений массовой доли элементов с учетом разбавления приведен в Таблице 1.

Для определения ртути дополнительно используется ртутно-гидридная приставка.

Настоящий стандарт не распространяется на масличное сырье и жировые продукты, а также на безалкогольные и алкогольные напитки.

Таблица 1 - Диапазон измерений массовой доли элементов с учетом разбавления

Элемент	Диапазон измерений, мг/кг (млн$^{-1}$)
Кадмий	от 0,01 до 1 включительно
Свинец	от 0,05 до 10 включительно
Мышьяк	от 0,05 до 10 включительно
Ртуть	от 0,0025 до 1 включительно
Хром	от 0,2 до 10 включительно

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

СТ РК 2.1-2009 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Термины и определения.

СТ РК 2.4-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения.

СТ РК 2.21-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения испытаний и утверждения типа средств измерений.

СТ РК 2.30-2007 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Порядок проведения метрологической аттестации средств измерений.

Издание официальное

СТ РК 2.79-2004 Государственная система обеспечения единства измерений Республики Казахстан. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов зарубежного выпуска. Порядок допуска к применению. Основные положения.

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.1.009-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Термины и определения.

ГОСТ 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

ГОСТ 177-88 Водорода перекись. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.

ГОСТ 3772-74 Реактивы. Аммоний фосфорнокислый двузамещенный. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия.

ГОСТ 5667-65 Хлеб и хлебобулочные изделия. Правила приемка и методы отбора проб. Методы определения органолептических показателей и массы изделия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 7702.0-74 Мясо птицы. Методы отбора образцов. Органолептические методы оценки качества.

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

ГОСТ 9792-73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ 11088-75 Реактивы. Магний нитрат 6-водный. Технические условия.

ГОСТ 11125-84 Кислота азотная особой чистоты. Технические Условия.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 13496.0-80 Комбикорма, сырье. Метод отбора проб.

ГОСТ 13586.3-83 Зерно. Правило приемки и методы отбора проб

ГОСТ 14261-77 Кислота соляная особой чистоты. Технические Условия.

ГОСТ 14262-78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия.

ГОСТ 14836-82 Палладий в порошке. Технические условия.

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жаропрочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 19908-90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

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

ГОСТ 26312.1-84 Крупа. Приемка и методы отбора образцов. Метод определения органолептики.

ГОСТ 26313-84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб.

ГОСТ 26929-94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб минерализация для определения содержания токсичных элементов.

ГОСТ 27668-88 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб.

ГОСТ 28311-89 Дозаторы лабораторные. Общие технические требования и методы испытания.

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметки.

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 30364.0-97 Продукты яичные. Методы отбора проб и определение органолептики.

ГОСТ 31339-2006 Рыба. Нерыбные объекты и продукция из них. Правила приемки и методы отбора проб.

ГОСТ ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6.

ГОСТ Р 53150-2008 Продукты пищевые. Определение следовых элементов. Подготовка проб методом минерализации при повышенном давлении.

«Санитарно-эпидемиологические требования к атмосферному воздуху в городских и сельских населенных пунктов, условиям работы с источниками физических факторов, оказывающих воздействие на человека», утвержденные постановлением Правительства Республики Казахстан от 25 января 2012 г. № 168.

ПРИМЕЧАНИЕ При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов по ежегодно издаваемому информационному указателю «Нормативные документы 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины в соответствии с [1] и СТ РК 2.1.

4 Сущность метода

Метод измерений массовой доли элементов основан на минерализации проб пищевых продуктов и продовольственного сырья, комбикормов и комбикормового сырья одним из трех методов (сухое озоление, мокрая минерализация, минерализация при повышенном давлении) с последующими градуировкой и измерением их массовой концентрации в полученном минерализате методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией.

Перед измерением ртути ее соединения восстанавливают раствором хлорида олова и переносят током инертного газа в подготовленную графитовую кювету спектрометра.

5 Приписанные характеристики погрешности измерений

Настоящий стандарт обеспечивает получение результатов с погрешностью, не превышающей значений показателя точности измерений, приведённых в Таблице 2.

Таблица 2 - Значения показателей точности измерений

Диапазон измерений, мг/кг (млн $^{-1}$)	Показатель точности измерений (граница относительной погрешности для доверительной вероятности P=0,95, ± δ, %)
Кадмий	
От 0,01 до 1 вкл.	26
Свинец	
От 0,05 до 0,2 вкл.	40
Свыше 0,2 до 10 вкл.	26
Мышьяк	
От 0,05 до 10 вкл.	26
Ртуть, мокрая минерализация	
От 0,0025 до 0.005 вкл.	36
Свыше 0,005 до 1 вкл.	26
Ртуть, сверхвысокочастотная (СВЧ) - минерализация	
От 0,005 до 0.02 вкл.	40
Свыше 0,02 до 1 вкл.	26
Хром	
От 0,005 до 0.02 вкл.	40
Свыше 0,02 до 1 вкл.	26

При необходимости диапазоны измерений могут быть расширены как в сторону больших значений за счет дополнительного разбавления проб, так и в сторону меньших значений за счет увеличения навески пробы и снижения величины холостой пробы. В этих случаях пользователь должен подтвердить соответствие получаемых результатов метрологическим характеристикам, приведенным в Таблице 2.

6 Средства измерений и вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении метода измерений применяют следующие средства измерений, реактивы, материалы и другие вспомогательные устройства.

6.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные высокого или специального класса точности с наибольшим пределом взвешивания 210 г и ценой деления 0,1 мг по ГОСТ 24104.

Набор гирь Г-2-210 с максимальной номинальной массой от 1 г до 100 г, класса F1.

Спектрометр атомно-абсорбционный с электротермической атомизацией, работающий в диапазоне длин волн от 190 нм до 600 нм, например, с Зеемановской коррекцией неселективного поглощения, укомплектованный спектральными лампами для определения кадмия, свинца, мышьяка, ртути, хрома и снабженный специализированным программным обеспечением.

Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770.

Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 10-100 мм^3 и 1000-5000 мм^3 с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311.

Пипетки градуированные 1(2,3)-1(2)-2-1(2,5,10) по ГОСТ 29227.

Пипетки с одной отметкой 1(2)-2-5(10) по ГОСТ 29169.

Бюретка вместимостью 10 мл по ГОСТ 29251.

Мерные цилиндры вместимостью 50 мл или 100 мл по ГОСТ 1770.

Межгосударственные стандартные образцы состава раствора определяемых ионов (погрешность аттестованного значения ± 1 %), МСО 1755:2012 (свинец), МСО 1753:2012 (кадмий), МСО 0095:1999 (мышьяк, хром), МСО 0364-2002 (ртуть).

Установка для получения деионизованной воды или бидистиллятор или прибор для перегонки дистиллированной воды (кварцевый или стеклянный) обеспечивающий электропроводимость не более 0,20 мкS/см^3, по нормативному документу, утвержденному в установленном порядке.

Стаканы лабораторные термостойкие вместимостью 50; 100; 250 и 500 см^3 по ГОСТ 25336.

Колбы конические термостойкие вместимостью 100; 250; 500; 1000 см^3 по ГОСТ 25336.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Чашки кварцевые вместимостью 50; 100; 250 см^3 по ГОСТ 19908.

Тигли фарфоровые № 2-4 по ГОСТ 9147.

Колбы Кьельдаля 2-100-29, 2-250-29 по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные «синяя лента» по ГОСТ 12026 или мембранные фильтры диаметром пор 0,45-0,55 мкм.

Система, обеспечивающая разложение проб: микроволновая или СВЧ с параметрами по нормативному документу, утвержденному в установленном порядке.

Муфельная печь или электропечь сопротивления, обеспечивающая поддержание температурного режима от 150 °С до 600 °С с погрешностью ± 25 °С.

Ртутно-гидридная приставка РГП-915 (для определения ртути) по нормативному документу, утвержденному в установленном порядке.

Допускается использование других типов средств измерений и стандартных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками. Используемые средства измерений подлежат испытаниям с целью утверждения типа в соответствии с СТ РК 2.21 или метрологической аттестации в соответствии с СТ РК 2.30, регистрации в реестре государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан и поверке в соответствии с СТ РК 2.4.

Стандартные образцы зарубежных стран должны быть допущены к применению на территории Республики Казахстан в соответствии с СТ РК 2.79.

Дополнительно для определения ртути и мышьяка необходимо:

Колбы круглодонные КГУ-2-1 -500-29/32 ТС, вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 25336

Холодильник водяной обратный ХШ-1- по ГОСТ 25336.

Порядок подготовки химической посуды к выполнению измерений изложен в Приложении А.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, обеспечивающих проведение измерений с требуемой точностью.

6.2 Реактивы

Для метода испытания, установленного настоящим стандартом, применяют только реактивы установленной степени чистоты:

- вода бидистиллированная или деионизированная, соответствующая требованиям ГОСТ 6709;
- кислота азотная ос.ч. по ГОСТ 11125;
- кислота соляная, ос.ч. по ГОСТ 14261;
- кислота серная ос.ч. по ГОСТ 4204;

- водорода перекись (30 %) ос.ч. по ГОСТ 177;
- нитрат палладия, ч.д.а. по ГОСТ 14836;
- нитрат магния, ч.д.а. по ГОСТ 11088;
- дигидрофосфат аммония (фосфатный модификатор) х.ч. по ГОСТ 3772.

Дополнительно для определения ртути необходимо:

- бихромат калия, х.ч. по ГОСТ 4220;
- кислота серная, ос.ч. по ГОСТ 14262;
- хлорид олова (II) 2-х водный, ч.д.а. по нормативному документу, утвержденному в установленном порядке;
- кислота гексахлорплатиновая, ч.д.а. по нормативному документу, утвержденному в установленном порядке.

7 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, а также требования, изложенные в нормативном документе на атомно-абсорбционный спектрометр.

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений, указанных в «Санитарно-эпидемиологических требованиях к атмосферному воздуху в городских и сельских населенных пунктов, условиям работы с источниками физических факторов, оказывающих воздействие на человека». Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

Требования безопасности при выполнении измерений массовой доли ртути и утилизация растворов, содержащих ртуть согласно нормативных документов, действующих в Республике Казахстан.

8 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают операторов, имеющих высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки и показавших удовлетворительные результаты при выполнении процедур контроля качества результатов измерений.

9 Условия выполнения измерений

Измерения проводятся при следующих условиях:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха от 40 % до 80 %;
- атмосферное давление (84,0 – 106,7) мм рт.ст.;
- напряжение питания 220 В (± 10 %);
- освещенность не менее 300 люкс.

10 Построение градуировочной кривой

Градуировочные кривые строят по 10.1 – 10.2 не ранее чем за 24 ч до проведения измерений.

10.1 Приготовление растворов

Все растворы готовят с использованием бидистиллированной (деионизованной) воды. Проверку качества воды проводят по 11.6.2.

10.1.1 Приготовление раствора азотной кислоты, объемная доля 0,3 %

В коническую колбу помещают 300 $см^3$ или 400 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной) воды, осторожно, при перемешивании приливают 3 $см^3$ концентрированной азотной кислоты квалификации ос.ч., доводят до 1000 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают. Срок хранения в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта не ограничен.

Перед каждым использованием проверяют качество раствора по 11.6.2.

10.1.2 Приготовление раствора соляной кислоты, объемная доля 25 %

В коническую колбу помещают 750 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной) воды, осторожно, при перемешивании приливают 250 $см^3$ концентрированной соляной кислоты квалификации ос.ч. и перемешивают. Срок хранения в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта не ограничен.

10.1.3 Приготовление раствора нитрата палладия, массовая концентрация 0,5 $г/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают 1,25 $см^3$ раствора исходного реактива (массовая концентрация 10 $г/дм^3$) и доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой.

Срок хранения в закрытом сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта в темном месте - 6 месяцев.

10.1.4 Приготовление раствора смешанного фосфатно-магниевого модификатора

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают 1,25 $см^3$ исходного раствора дигидрофосфата аммония (массовая концентрация 100 $г/дм^3$) и 1,25 $см^3$ исходного раствора нитрата магния (массовая концентрация 10 $г/дм^3$) и доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой.

Срок хранения в закрытом сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта в темном месте - 6 месяцев.

10.1.5 Приготовление раствора смешанного палладиево-магниевого модификатора

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ помещают 1,25 $см^3$ исходного раствора нитрата палладия (массовая концентрация 10 $г/дм^3$) и 1,25 $см^3$ исходного раствора нитрата магния (массовая концентрация 10 $г/дм^3$) и доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой.

Срок хранения в закрытом сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта в темном месте - 6 месяцев.

10.1.6 Приготовление раствора азотной кислоты, объемное соотношение 1:1

К 100 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной) воды при перемешивании приливают равный объем концентрированной азотной кислоты. Срок хранения в сосуде из полиэтилена, полипропилена или фторопласта не ограничен.

10.1.7 Приготовление растворов элементов массовой концентрации 100 $мг/дм^3$

В мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают при помощи пипетки 5 $см^3$ ГСО состава раствора соответствующего иона, доводят до метки раствором азотной кислоты объемной доли 0,3 % по 10.1.1 и перемешивают.

Растворы устойчивы при хранении в полиэтиленовой, полипропиленовой или фторопластовой посуде в течение 3 месяцев.

ПРИМЕЧАНИЕ В случае применения мышьяка раствор данной концентрации не готовят, т.к. используют ГСО состава раствора мышьяка массовой концентрации 0,1 мг/см^3 (100 мг/дм^3).

Далее приготавливают градуировочные растворы элементов, указанные в Таблице 4, путем последовательного разбавления (но не более чем в 100 раз на каждом шаге) рабочего раствора массовой концентрации 100 мг/дм^3.

Алгоритм разбавления, а также фоновые растворы и сроки хранения растворов различных массовых концентраций приведены в Приложении Б.

10.2 Дополнительно для определения ртути необходимо:

10.2.1 Приготовление раствора бихромата калия, массовая доля 4 %

Навеску 4 г бихромата калия растворяют в 96 см^3 бидистиллированной (деионизованной) воды. Срок хранения в емкости из темного стекла с притертой пробкой - 3 месяца.

10.2.2 Приготовление раствора разбавления

В стакан из термостойкого стекла помещают 500 см^3 - 600 см^3 бидистиллированной (деионизованной) воды и осторожно приливают, тщательно перемешивая, 50 см^3 концентрированной азотной кислоты квалификации ос.ч. Затем добавляют 5 см^3 раствора бихромата калия по 10.2.1 и доводят объем до 1000 см^3 бидистиллированной (деионизованной) водой. Срок хранения в емкости из темного стекла с притертой пробкой - 3 месяца

10.2.3 Приготовление раствора серной кислоты, объемная доля 30 %

В термостойкий стакан помещают 100 см^3 бидистиллированной (деионизованной) воды и осторожно, при перемешивании, добавляют 60 см^3 концентрированной серной кислоты (d =1,83 г/см^3), после охлаждения разбавляют раствор бидистиллированной (деионизованной) водой до 200 см^3. Срок хранения не ограничен.

10.2.4 Приготовление раствора гексахлорплатиновой кислоты

Навеску 1 г гексахлорплатиновой кислоты растворяют в 100 см^3 бидистиллированной (деионизованной) воды. Срок хранения в колбе с притертой пробкой в темном месте -12 месяцев.

10.2.5 Приготовление раствора ртути массовой концентрации 10 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают примерно 30 см^3 раствора разбавления по 10.2.2, вносят 2,0 см^3 ГСО состава раствора ртути массовой концентрации 1 г/дм^3, доводят до метки раствором разбавления и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике - не более 6 месяцев.

10.2.6 Приготовление раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1,0 см^3 раствора ртути массовой концентрации 10 мг/дм^3 по 10.2.5, доводят до метки раствором разбавления по 10.2.2 и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике - не более 3-х месяцев.

10.2.7 Приготовление раствора ртути массовой концентрации 2 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 2,0 см^3 раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3 по 10.2.5, доводят до метки раствором разбавления по 10.2.2 и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике - не более 10 дней.

10.2.8 Приготовление раствора ртути массовой концентрации 1 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1,0 см^3 раствора ртути массовой концентрации 100 мкг/дм^3 по 10.2.5, доводят до метки раствором разбавления по 10.2.2 и тщательно перемешивают. Срок хранения в холодильнике - не более 10 дней.

10.2.9 Приготовление раствора ртути массовой концентрации 0,5 мкг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 25 см^3 раствора ртути массовой концентрации 2 мкг/дм^3 по 10.2.5 доводят до метки раствором разбавления по 10.2.2 и тщательно перемешивают. Раствор готовят в день использования.

11 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка спектрометра к работе, проверка качества бидистиллированной (деионизованной) воды, градуировка спектрометра, отбор и подготовка проб к анализу.

11.1 Отбор проб

Отбор лабораторных проб пищевых продуктов и продовольственного сырья, комбикормов и комбикормового сырья проводят в соответствии с нормативной документацией на конкретный вид продукции, например, отбор проб зерна и продуктов его переработки по ГОСТ 13586.3 и ГОСТ 27668, круп по ГОСТ 26312.1, хлеба и хлебобулочных изделий по ГОСТ 5667, колбасных изделий и продуктов из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц по ГОСТ 9792, мяса птицы по ГОСТ 7702.0, рыбы, нерыбных объектов и продукции из них по ГОСТ 31339, продуктов переработки плодов и овощей по ГОСТ 26313, продуктов яичных по ГОСТ 30364.0, комбикормов сырья для их производства по ГОСТ 13496.0.

11.2 Подготовка проб для определения содержания свинца, кадмия, хрома

Для всех способов минерализации в случае, если неизвестен состав пробы, следует брать максимальную навеску для соответствующего способа.

В тех случаях, когда не удается добиться полной минерализации проб способом сухой минерализации (например, образуется нерастворимый в кислотах остаток), используют мокрую минерализацию по 11.2.2 или минерализацию при повышенном давлении по 11.2.3.

11.2.1 Сухая минерализация

Способ сухой минерализации применяют для всех видов сырья и продуктов.

В фарфоровый или кварцевый тигель (чашку) помещают навеску продукта 0,5 г - 2 г и проводят минерализацию согласно ГОСТ 26929. Полученную золу растворяют в 1 $см^3$ раствора азотной кислоты (1:1) по 10.1.6, упаривают до влажных солей и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$-100 $см^3$ раствором азотной кислоты массовой доли 0,3 % по 10.1.1. Доводят до метки тем же раствором кислоты и перемешивают.

11.2.2 Мокрая минерализация

Навеску пробы массой 0,5 г -1 г помещают в колбу Кьельдаля и проводят разрушение органических веществ по ГОСТ 26929.

К навеске, помещенной в колбу Кьельдаля, добавляют 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и выдерживают не менее 15 мин. Затем постепенно нагревают в колбонагревателе, упаривая содержимое колбы до 3 $см^3$ - 5 $см^3$. После этого осторожно добавляют 15 $см^3$ 30 %-ной перекиси водорода порциями по 1 $см^3$ и снова упаривают до 3 $см^3$ - 5 $см^3$. Полностью минерализованная проба должна представлять собой прозрачную бесцветную (допускается слабая бледно-желтая окраска) жидкость, в которой отсутствуют не растворившиеся частицы.

В случае неполной минерализации рекомендуется либо уменьшить выбранную массу навески, либо увеличить количество реактивов, используемых для разложения.

Раствор, полученный по способу мокрой минерализации, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$-100 $см^3$, омывая стенки колбы Кьельдаля бидистиллированной (деионизованной) водой. Доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают.

11.2.3 Минерализация при повышенном давлении

Подготовку проб методом минерализации при повышенном давлении проводят согласно ГОСТ Р 53150.

168

Используют любой прибор для минерализации под давлением, удовлетворяющий ГОСТ Р 53150, например, СВЧ-минерализатор или систему микроволновую с микроволновым способом нагрева. Порядок работы изложен в нормативном документе по эксплуатации и методических указаниях по проведению минерализации с использованием этих приборов.

Навеска пробы составляет от 0,5 г до 1 г, объем концентрированной азотной кислоты 10 $см^3$-15 $см^3$. Полученный минерализат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ - 50 $см^3$, омывая стенки фторопластового стакана, в котором проводилась минерализация пробы, бидистиллированной (деионизованной) водой. Доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают.

11.3 Подготовка проб для определения содержания ртути

11.3.1 Мокрая минерализация

Навеску пробы массой 0,1 г - 2,0 г помещают в круглодонную термостойкую колбу со шлифом, вносят 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты (если кислота интенсивно впитывается пробой, рекомендуется также добавить от 1 $см^3$ до 5 $см^3$ бидистиллированной (деионизованной) воды) и оставляют на 10 - 20 мин.

Закрывают колбу обратным холодильником, включают ток воды через рубашку холодильника и осторожно нагревают смесь, избегая бурной реакции на первых стадиях разложения. Затем плавно увеличивают интенсивность нагрева, доводя смесь до кипения. Ориентировочная длительность этапа от 30 мин до 40 мин.

После прекращения бурного выделения оксидов азота через обратный холодильник к реакционной смеси аккуратно добавляют по 5 $см^3$ концентрированной азотной и серной кислот. Увеличивают нагрев, добиваясь интенсивного кипения. Выдерживают от 30 мин до 40 мин.

Перекрывают ток воды через рубашку холодильника и, выждав 2-3 мин, вводят в реакционную смесь перекись водорода через обратный холодильник порциями по 2 $см^3$ с интервалом 2-3 мин до потери пробой окраски (требуется от 10 $см^3$ до 30 $см^3$).

Полностью минерализованная проба должна представлять собой прозрачную бесцветную (допускается слабая бледно-желтая окраска) жидкость, в которой отсутствуют не растворившиеся частицы. В случае неполной минерализации рекомендуется либо уменьшить выбранную массу навески, либо увеличить количество реактивов, используемых для разложения. В этом случае следует учитывать, что суммарный объем реактивов не должен превышать объем колбы, в которую будет перенесен минерализат, т.к. объем смеси в процессе пробоподготовки не уменьшается.

Далее добавляют через обратный холодильник небольшое количество бидистиллированной (деионизованной) воды и кипятят реакционную смесь еще 5 мин, после чего охлаждают, снимают обратный холодильник и добавляют 2 $см^3$ раствора бихромата калия по 10.2.1. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, омывая стенки круглодонной колбы бидистиллированной (деионизованной) водой. Доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают.

Пробу необходимо проанализировать в течение 48 часов.

ПРИМЕЧАНИЕ Мгновенное разрушение окраски дихромата калия при его добавлении в минерализат может свидетельствовать о присутствии неразложившейся перекиси водорода в пробе, либо о неполной минерализации органической матрицы; и то, и другое недопустимо. В этом случае следует повторить минерализацию пробы.

1609

11.3.2 Минерализация при повышенном давлении

Подготовку проб методом минерализации при повышенном давлении проводят согласно ГОСТ Р 53150.

Используют любой прибор для минерализации под давлением, удовлетворяющий ГОСТ Р 53150, например, СВЧ-минерализатор с микроволновым способом нагрева или СВЧ-минерализатор другой марки с такими же техническими характеристиками. Порядок работы изложен в нормативном документе по эксплуатации и методических указаниях по проведению минерализации с использованием этих приборов.

Навеску пробы массой 0,1 г помещают во фторопластовый стакан для пробоподготовки, добавляют 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и проводят разложение под давлением 0,8 МПа в течение 20 мин. После того, как давление в закрытой системе упадет до 0,2 МПа, его сбрасывают. Такая процедура позволяет избежать потерь ртути. Полученный минерализат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, омывая стенки фторопластового стакана, в котором проводилась минерализация пробы, бидистиллированной (деионизованной) водой. Вносят 2 $см^3$ раствора бихромата калия по 10.2.1 доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают.

11.4 Подготовка проб для определения содержания мышьяка (мокрая минерализация)

Навеску пробы массой 0,1 г - 2,0 г помещают в круглодонную термостойкую колбу, вносят 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и оставляют на 10-20 мин.

Закрывают колбу обратным холодильником, включают ток воды через рубашку холодильника и осторожно нагревают смесь, избегая бурной реакции на первых стадиях разложения. Затем плавно увеличивают интенсивность нагрева, доводя смесь до кипения. Ориентировочная длительность этапа от 30 мин до 40 мин.

После прекращения бурного выделения оксидов азота через обратный холодильник к реакционной смеси аккуратно добавляют 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Увеличивают нагрев, добиваясь интенсивного кипения. Выдерживают от 30 мин до 40 мин.

Перекрывают ток воды через рубашку холодильника и, выждав 2 - 3 мин, вводят в реакционную смесь перекись водорода через обратный холодильник порциями по 1 $см^3$- 2 $см^3$ с интервалом 2 - 3 мин до потери пробой окраски (требуется от 5 $см^3$ до 10 $см^3$).

Полностью минерализованная проба должна представлять собой прозрачную бесцветную (допускается слабая бледно-желтая окраска) жидкость, в которой отсутствуют не растворившиеся частицы. В случае неполной минерализации рекомендуется либо уменьшить выбранную массу навески, либо увеличить количество реактивов, используемых для разложения. В этом случае следует учитывать, что суммарный объем реактивов не должен превышать объем колбы, в которую будет перенесен минерализат, т.к. объем смеси в процессе пробоподготовки не уменьшается.

Далее добавляют через обратный холодильник небольшое количество бидистиллированной (деионизованной) воды и кипятят реакционную смесь еще 5 мин, после чего охлаждают.

Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 - 100 $см^3$, омывая стенки круглодонной колбы бидистиллированной (деионизованной) водой. Доводят до метки бидистиллированной (деионизованной) водой и перемешивают.

ПРИМЕЧАНИЕ Допускается использовать другие методы минерализации для определения элементов в пробах пищи и комбикормов в соответствии с действующими нормативными документами, однако в этом случае пользователь должен самостоятельно провести оценку метрологических характеристик.

11.5 Подготовка холостой пробы

Холостую пробу готовят и анализируют одновременно с каждой партией рабочих проб, используя те же реактивы и в тех же количествах, что и при анализе проб, но без навески анализируемого объекта.

ПРИМЕЧАНИЕ Следует иметь в виду, что величина сигнала холостой пробы определяет возможность проводить измерения в области низких концентраций элементов в растворе. Основной причиной загрязнений холостой пробы обычно является кислота, используемая при подготовке пробы.

11.6 Градуировка спектрометра при прямом определении элементов

11.6.1 Проведение «холостой атомизации»

Приступая к градуировке спектрометра, а также перед началом измерений содержания определенного элемента в пробах, необходимо провести «холостую атомизацию», т.е. осуществить всю процедуру атомизации при выбранных параметрах измерений по Таблице 3 без введения пробы в графитовую кювету атомизатора.

Это необходимо для того, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений кюветы определяемым элементом и при наличии загрязнения устранить его путем отжига. «Холостую» атомизацию проводят до тех пор, пока значение аналитического сигнала не опустится ниже 0,01.

11.6.2 Контроль качества бидистиллированной (деионизованной) воды и раствора азотной кислоты

Перед началом работы проверяют качество бидистиллированной (деионизованной) воды и раствора азотной кислоты по 10.1.1. Для этого измеряют массовую концентрацию определяемых элементов в соответствии с Разделом 12 по установленным для них градуировочным характеристикам.

Качество воды (раствора азотной кислоты) признают удовлетворительным, если измеренное значение массовой концентрации элемента при вводе 40 мм^3 не превышает 5 % от рекомендуемых в Таблице 4 значений массовой концентрации градуировочного раствора.

Если градуировочная характеристика для данного элемента в лаборатории еще не установлена, то используют градуировочную характеристику, установленную на фирме-изготовителе. При отсутствии градуировочной характеристики находят отношение аналитических сигналов от одинаковых объемов воды (раствора азотной кислоты) и градуировочного раствора (например, 20 мм^3), которое не должно превышать 0,05.

11.6.3 Градуировка спектрометра

Рекомендуемые параметры проведения различных стадий процесса атомизации для каждого элемента при градуировке и при анализе проб приведены в Таблице 3.

Таблица 3 - Условия проведения анализа

Элемент	Длина волны, нм	Сушка		Пиролиз 1		Пиролиз 2		Атомизация		Очистка	
		Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура,	Время, с	Температура, °С	Время, с	Температура,
Cd*	228,8	40	120	20-30	600	**	**	1.5	1300	2,0	1500
Pb*	283,3	40	120	20-30	650	20	1450	1.5	2400	2.0	2700
As*	193,7	40	120	20-30	600	**	**	1.5	2750	2,0	2800
Cr	357,9	40	120	20-30	600	20	1500	1.5	2550	2,0	2700
Sn*	286,3	40	120	20-30	600	**	**	1.5	2650	2.0	2750

* Определение с использованием модификаторов (см. Таблицу 5).
** Пиролиз 2 проводится при необходимости (если не подтверждается достоверность результатов, проводимая по 12.1

Градуировочная характеристика спектрометра представляет собой зависимость аналитического сигнала от концентрации элемента.

В графитовую кювету атомизатора, подготовленную по 11.7.1, вводят последовательно дозатором или при помощи автосемплера 10; 20; 40 мм^3 градуировочного раствора соответствующего элемента, приготовленного в соответствии с Приложением Б. Рекомендуемые значения массовой концентрации градуировочных растворов для каждого элемента представлены в Таблице 4.

Таблица 4 - Рекомендуемые значения массовой концентрации растворов для построения градуировочных характеристик

Элемент	Массовая концентрация градуировочного раствора, мкг/дм^3
Cd	1
Cr	5
As, Pb	10
Sn	20

Градуировочная характеристика для всех элементов, кроме хрома, строится с использованием модификаторов. В Таблице 5 приведены используемые модификаторы и способы работы с ними. При анализе проб вводятся те же модификаторы, что и при проведении градуировки.

Таблица 5 - Введение модификатора

Элемент	Модификатор	Объем, мм^3	Способ ввода
Cd	$Pd(N0_3)_2$ по 10.1.3	10	1,2
Pb	$Mg(N0_3)_2$+$NH_4H_2P0_4$ по 10.1.4	10	1,2
Sn	$Pd(N0_3)_2$+$Mg(N0_3)_2$ по 10.1.5	10	1,2
As	$Pd(N0_3)_2$ по 10.1.3	10	1,2
Способ 1. Последовательное введение модификатора и пробы непосредственно в кювету (суммарный объем пробы и модификатора не должен превышать 50 мм^3). Способ 2. Введение модификатора в градуировочный раствор/пробу. К 1 см^3 градуировочного раствора/пробы добавляют 20 мм^3 раствора модификатора и затем дозируют в графитовую кювету спектрометра.			

Каждый из рекомендуемых объемов градуировочного раствора последовательно вводят в графитовую кювету по пять раз и измеряют величины аналитического сигнала, используя программное обеспечение к спектрометру. Затем рассчитывают среднее арифметическое значение сигнала для всех вводов и его среднее квадратическое отклонение (СКО), которое не должно превышать 6 %. Если это условие не соблюдается, то необходимо выявить и устранить причины нестабильности и повторить ввод градуировочного раствора.

В качестве аналитического сигнала нулевой точки (масса соответствующего элемента равна нулю) берут сигнал от отожженной по 11.6.1 графитовой кюветы. Проверку значения СКО для нулевой точки не проводят.

Массу элемента, введенную в графитовую кювету (M, пг) вычисляют по Формуле:

$$M = C \cdot V \,, \qquad (1)$$

где C- массовая концентрация градуировочного раствора, мкг/дм^3;

V – объем градуировочного раствора, введенный в кювету, мм^3.

Используя программное обеспечение к спектрометру, устанавливают градуировочную характеристику.

11.6.4 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Проверку приемлемости градуировочной характеристики проводят непосредственно после ее построения по 11.6.3, при этом водятся те же модификаторы, что и при ее построении. Перед проведением проверки приемлемости необходимо провести отжиг графитовой кюветы по 11.6.1.

Проверка состоит в измерении массовой концентрации определяемого элемента при 15; 20; 25 мм^3 раствора, используемого при градуировке. Выбранный объем раствора следует вводить в графитовую кювету не менее трех раз.

Используя программное обеспечение к спектрометру, рассчитывают среднее значение массовой концентрации элемента для всех измерений и относительное СКО полученных значений. Градуировочная характеристика признается приемлемой, если:

- значение СКО не превышает 6 %;
- отклонение среднего арифметического значения массовой концентрации соответствующего элемента от действительного значения (см. Таблицу 4) не превышает 12 %.

11.6.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят каждый раз перед началом работы на спектрометре и после каждых 15 - 20 измерений. При этом вводятся те же модификаторы, что и построении градуировочной характеристики.

В качестве образца для контроля используют раствор элемента массовой концентрации, приведенной в Таблице 4. Допускается использование растворов других концентраций при условии, что масса элемента в дозируемом объеме соответствует диапазону градуировочной характеристики.

Не менее трех раз вводят в графитовую кювету атомизатора от 10 мм^3 до 40 мм^3 образца для контроля и измеряют значения массовой концентрации элемента в соответствии с выбранным режимом работы (см. Таблицу 3). Градуировочная характеристика признается стабильной, если:

- СКО результатов измерений не превышает 6 %;
- отклонение найденного среднего арифметического значения массовой концентрации элемента от действительного значения в образце для контроля не превышает 15 %.

В этом случае градуировочная характеристика может быть использована для проведения дальнейших измерений проб. В противном случае находят причины, приведшие к нарушению стабильности градуировочной характеристики (ошибка в приготовлении раствора, исчерпан ресурс работоспособности графитовой кюветы и т.д.), устраняют их и вновь проводят градуировку спектрометра по 11.6.2.

Результаты, полученные после предыдущего контроля стабильности, считают сомнительными, и измерения проб, проведенные в этот период, повторяют.

ПРИМЕЧАНИЕ Лаборатория вправе устанавливать собственные значения нормативов, используемых при проведении проверки приемлемости и контроле стабильности градуировочной характеристики при условии, что они не превышают значений, приведенных в настоящем пункте.

11.7 Градуировка спектрометра при определении ртути

11.7.1 Платинирование кюветы

В графитовую кювету дозатором вводят 40 мм^3 раствора гексахлорплатиновой кислоты (см. 10.2.4) и проводят атомизацию в следующем режиме:

- сушка - 120 °С, 40 с;
- пиролиз 1 - 600 °С, 20 с;
- пиролиз 2 - 1500 °С, 3 с;
- атомизация – 2000 °С, 2 с;
- очистка – 2200 °С, 2 с;
- пауза - 60 с.

Все операции следует проводить при большом внутреннем токе аргона (0,5 - 1,0 дм^3/мин).

Процедуру ввода раствора и атомизации повторяют еще четыре раза, после чего кювета готова к работе.

Платинирование необходимо повторять после проведения 50 -60 измерений, а также при отрицательных результатах контроля стабильности градуировочной характеристики по 11.7.4 в процессе работы.

11.7.2 Градуировка спектрометра

Подготавливают спектрометр к работе с ртутно-гидридной приставкой в соответствии с Руководством по эксплуатации. Рекомендуемые параметры построения градуировочной зависимости приведены в Таблице 6.

В реакционный сосуд ртутно-гидридной приставки вводят дозатором 3 см^3 восстановительного раствора хлорида олова осуществляют продувку аргоном (расход 0,4–0,6 дм^3/мин, время от 10 с до 60 с в зависимости от чистоты реактивов) для удаления следов ртути, восстановительный раствор. Вводят дозатором в реакционный сосуд 5 см^3 градуировочного раствора ртути и проводят измерение аналитического сигнала в соответствии с Руководством по эксплуатации.

Таблица 6 - Рекомендуемые параметры анализа градуировочных растворов ртути и проб

Параметр	Значение
Расход аргона, $дм^3$/мин	0,4 - 0,6 (40 -60 ед. по шкале ротаметра)
Температура пиролиза, °С	80
Длительность пиролиза, с	60
Температура сушки, °С	80
Длительность сушки, с	20
Температура атомизации, °С	1000
Длительность атомизации, с	3
Температура очистки, °С	1500
Длительность очистки, с	2
Длительность паузы, с	30

Масса ртути, соответствующая вводу 5 $см^3$ градуировочного раствора приведена в Таблице 7.

При построении градуировочной зависимости следует начинать с раствора разбавления, а затем последовательно вводить градуировочные растворы в порядке возрастания концентрации.

Измерение с каждой массой ртути проводят пять раз и при помощи программного обеспечения рассчитывают среднее арифметическое значение и относительное стандартное отклонение полученных значений аналитического сигнала, которое не должно превышать 6 %. Если это условие не соблюдается, то необходимо выявить и устранить причины нестабильности и повторить ввод градуировочного раствора.

Таблица 7 - Рекомендуемые значения массы ртути для построения градуировочной зависимости

Массовая концентрация градуировочного раствора, мкг/$дм^3$	Масса ртути, пг
Раствор разбавления по п.10.2.2	0
0,5	2500
1,0	5000
2,0	10000

Для нулевой точки используют значения интегральных аналитических сигналов, соответствующих раствору разбавления. Проверку значения СКО для нулевого раствора не проводят.

Значение аналитического сигнала от раствора массовой концентрации 0,5 мкг/$дм^3$ по крайней мере в 20 раз должно превышать значение аналитического сигнала от раствора разбавления.

Используя программное обеспечение к спектрометру, устанавливают градуировочную зависимость аналитического сигнала (средних арифметических значений для последовательных вводов градуировочных растворов) от массы ртути.

11.7.3 Проверка приемлемости градуировочной характеристики

Проверку приемлемости градуировочной характеристики проводят непосредственно после ее построения по 11.7.2.

В реакционный сосуд ртутно-гидридной приставки вводят дозатором 3 $см^3$ восстановительного раствора хлорида олова, осуществляют продувку аргоном (расход 0,4 - 0,6 $дм^3$/мин, время от 10 с до 60 с в зависимости от чистоты реактивов) для удаления следов ртути, загрязняющей восстановительный раствор. Вводят дозатором в реакционный сосуд 3 $см^3$ градуировочного раствора ртути массовой концентрации 1 мкг/$дм^3$ по 10.2.8 и проводят измерение аналитического сигнала в соответствии с Руководством по эксплуатации. Измерения проводят не менее трех раз.

Используя программное обеспечение к спектрометру, рассчитывают среднее значение массовой концентрации ртути для всех измерений и относительное среднее квадратическое отклонение полученных значений. Градуировочная характеристика признается приемлемой, если:

- значение СКО не превышает 6 %;
- отклонение среднего арифметического значения массовой концентрации ртути от действительного значения не превышает 12 %.

11.7.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Процедура контроля стабильности градуировочной характеристики состоит в проведении не менее двух параллельных измерений массовой концентрации ртути в одном из заново приготовленных растворов по 10.2.7 - 10.2.9, перед началом работы и после анализа 10-12 проб.

Используя критерии, сформулированные в 11.6.5 проверяют стабильность градуировочной характеристики.

12 Выполнение измерений

12.1 Измерение массовой концентрации элементов (кроме ртути) в подготовленной пробе

Пробы, подготовленные по 11.2 или 11.4, анализируют в соответствии с Руководством по эксплуатации спектрометра с обязательным предварительным отжигом графитовой кюветы и оценкой ее чистоты по 11.6.1. Условия проведения анализа (в том числе введение модификатора) при определении массовой концентрации конкретного элемента в пробе и при градуировке должны совпадать.

Начинать анализ рекомендуется с ввода в кювету минимально возможного объема пробы (10 $мм^3$). В зависимости от полученной величины аналитического сигнала поступают следующим образом:

- если величина сигнала мала (менее половины величины сигнала от первой градуировочной точки), то увеличивают объем дозируемой пробы, но не более чем до 40 $мм^3$;
- если в окне результатов вместо значения массовой концентрации появляется пометка «<> калибр.» или «некорректное значение», то пробу разбавляют таким образом, чтобы сигнал от разбавленной пробы при дозировании от 10 $мм^3$ до 40 $мм^3$ соответствовал примерно середине диапазона градуировочной характеристики.

Коэффициент разбавления вычисляют по Формуле:

$$Q = \frac{V_k}{V_a}, \qquad (2)$$

где V_k-объем разбавленной пробы, $см^3$

V_a - аликвотная порция исходной пробы взятая для разбавления, $см^3$.

Выбранный объем подготовленной пробы (исходной или разбавленной) дозируют в кювету не менее трех раз и измеряют массовую концентрацию элемента. При помощи

программного обеспечения находят среднее арифметическое значение полученных значений массовой концентрации и относительное СКО полученных результатов.

Полученные результаты считают приемлемыми, если относительное СКО не превышает 6 %. В этом случае среднее арифметическое полученных значений принимают за результат измерения массовой концентрации элемента в минерализате пробы ($C_{изм}$).

При наличии возможных проявлений матричных эффектов пробы достоверность полученных результатов следует подтвердить путем введения добавок.

Процедура состоит в следующем: вводят в кювету пробу выбранного объема, далее вводят в кювету такой объем раствора элемента известной концентрации (например, градуировочного), чтобы аналитический сигнал вырос в 1,5-2 раза, оставаясь в рамках диапазона градуировочной характеристики. При этом суммарный объем вводимой пробы и добавки не должен превышать 40 мм^3. Затем запускают процедуру измерения. Повторяют измерение с добавкой не менее трех раз и находят среднее арифметическое значение массы элемента.

Ожидаемое значение массы элемента представляет собой сумму массы элемента, содержащейся в объеме введенной пробы, и массы элемента в объеме введенной добавки. Если расхождение между измеренным значением массы элемента и ожидаемым значением не превышает 15 % от ожидаемого значения, то результат анализа пробы считают подтвержденным. Если это условие не выполняется, то можно попробовать подобрать другие условия анализа: другой модификатор, оптимизировать температурную программу графитовой печи и т.д. В случае затруднения следует обратиться к разработчику.

12.2 Измерение массовой концентрации ртути в подготовленной пробе

В реакционный сосуд приставки ртутно-гидридной приставки вводят дозатором 3 см^3 восстановительного раствора хлорида олова, осуществляют продувку аргоном (расход 0,4-0,6 дм^3/мин, время от 10 с до 60 с в зависимости от чистоты реактивов) для удаления следов ртути, загрязняющей восстановительный раствор, и дозируют аликвоту 5 см^3 минерализата пробы, подготовленного по 11.4.

Анализируют не менее трех аликвот минерализата каждой пробы и вычисляют массовую концентрацию ртути по градуировочной зависимости, установленной согласно 11.8 При помощи программного обеспечения находят среднее арифметическое значение полученных значений массовой концентрации ртути в каждой аликвоте и относительное среднее квадратическое отклонение полученных результатов.

Полученные результаты считают приемлемыми, если относительное СКО не превышает 6 %. В этом случае среднее арифметическое полученных значений принимают за результат измерения массовой концентрации ртути в минерализате пробы ($C_{изм}$).

В случае превышения аналитического сигнала пробы над максимальным сигналом, зарегистрированным при построении градуировочной зависимости, пробу разбавляют бидистиллированной (деионизованной) водой так, чтобы значение аналитического сигнала попало в середину диапазона построения градуировочной зависимости. Разбавленную пробу анализируют, как описано выше. Коэффициент разбавления пробы Q вычисляют по Формуле (2).

12.3 Анализ холостой пробы

Холостые пробы, приготовленные согласно 11.5, анализируют по 12.1 или 12.2. При анализе по 12.1 объем холостой пробы, вводимый в графитовую кювету атомизатора, составляет 40 мм^3.

За результат измерения массовой концентрации элемента в холостой пробе ($C_{хол}$) принимают среднее арифметическое значений, полученных при последовательных вводах холостой пробы в графитовую кювету (см. 12.1) или при анализе ее аликвот по 12.2.

Для обеспечения точности измерений в соответствии со значениями показателей, приведенными в Таблице 2, величина холостой пробы не должна превышать 0,1 мкг/дм^3 для кадмия, 2 мкг/дм^3 для хрома, свинца, мышьяка и 4 мкг/дм^3 для олова.

Для ртути величина холостой пробы не должна превышать 0,1 мкг/дм^3. Это особенно важно при определении низких концентрации ртути при использовании СВЧ-минерализации, так как ртуть, в отличие от остальных элементов, сорбируется на стенках фторопластового стакана. Поэтому рекомендуется сначала приготовить холостую пробу, убедиться, что значение массовой концентрации ртути в ней составляет менее 0,1 мкг/дм^3, и только после этого приступать к минерализации проб.

Если указанные нормативы для холостой пробы не выполняются, необходимо найти и устранить источник загрязнения, вновь приготовить по 11.5 холостую пробу и проанализировать ее.

Если пробы анализируют с разбавлением, то холостую пробу необходимо разбавить идентично.

ПРИМЕЧАНИЕ При систематической работе необходимо контролировать стабильность значений холостой пробы по определяемым элементам с использованием, например, контрольных карт и принимать оперативные меры при формировании негативных тенденций для значений холостой пробы.

13 Обработка результатов измерений

Массовую долю определяемого элемента (X) в пробе вычисляют по Формуле:

$$X = \frac{0{,}001 \cdot (C_{вд} - \tilde{N}_{вн}) \cdot V \cdot Q}{m} \quad , \qquad (3)$$

где X - массовая доля элемента в пробе, мг/кг;

$C_{изм}$ - измеренное по 12.1 или 12.2 значение массовой концентрации элемента в минерализате пробы, мкг/дм^3;

$C_{хол}$ - измеренное по 12.3 значение массовой концентрации элемента в холостой пробе, мкг/дм^3;

V - объем минерализата, см^3;

Q - дополнительное разбавление минерализата;

m - масса навески пробы, г;

0,001 - коэффициент согласования размерности единиц массы.

14 Оформление результатов измерений

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

а) $X \pm \Delta_x$, мг/кг, P = 0,95,

где X - результат измерений массовой доли определяемого элемента (см. Формулу (3), мг/кг;

Δ_x - показатель точности методики (границы абсолютной погрешности единичного результата измерений при вероятности P = 0,95), мг/кг;

$$\Delta_X = \frac{\delta_X \cdot \bar{O}}{100}, \quad (4)$$

Значение δ_X приведено в Таблице 2.

б) Допускается результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm \Delta_л$ мг/кг, $P = 0{,}95$,

$\Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории, мг/кг.

15 Проверка приемлемости результатов получаемых в условиях воспроизводимости.

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости:

$$|X_{1,лаб} - X_{2,лаб}| \leq 0{,}01 \cdot X_{ср} \cdot R_{отн}, \quad (5)$$

где $X_{1,лаб}$ - результат измерений, полученный в первой лаборатории, мг/кг;

$X_{2,лаб}$ - результат измерений, полученный во второй лаборатории, мг/кг;

$X_{ср}$ - среднее арифметическое результатов измерений в обеих лабораториях, мг/кг;

R - значение предела воспроизводимости (Таблица 8), %.

При выполнении условия неравенства (5) приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. При невыполнении этих условий могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6.

Таблица 8 - Пределы повторяемости и воспроизводимости ($P = 0{,}95$)

Диапазон измерений, мг/кг (млн$^{-1}$)	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), R, %
Кадмий		
От 0,01 до 1 вкл.	25	36
Свинец		
От 0,05 до 0,2 вкл.	39	56
Свыше 0,2 до 10 вкл.	25	36
Мышьяк		
От 0,05 до 10 вкл.	25	36
Ртуть, мокрая минерализация		
От 0,0025 до 0,005 вкл.	36	50
Свыше 0,005 до 1 вкл.	25	36
Ртуть, СВЧ-минерализация		
От 0,005 до 0,02 вкл.	39	56
Свыше 0,02 до 1 вкл.	25	36
Хром		
От 0,2 до 10 вкл.	25	36

16 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

16.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль приемлемости результатов в условиях повторяемости;
- оперативный контроль процедуры измерений на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры;
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности СКО внутрилабораторной прецизионности, погрешности.

16.2 Контроль приемлемости результатов в условиях повторяемости

Контроль приемлемости результатов, получаемых в условиях повторяемости, проводится путем выборочного контроля с использованием проб продукции, анализируемых по настоящему стандарту.

Анализируют две навески пробы в точном соответствии с прописью методики и получают два результата измерений. Результаты измерений признаются приемлемыми при выполнении условия:

$$X_{max} - X_{min} \leq 0{,}01 \cdot \overline{O} \cdot r, \qquad (6)$$

где X_{max} - больший результат параллельного определения, мг/кг;

X_{min} - меньший результат параллельного определения, мг/кг;

$\overline{O}$ - среднее арифметическое результатов параллельных определений, мг/кг;

r - значение предела повторяемости (Таблица 8), %.

При невыполнении неравенства (6) процедуру контроля повторяют на удвоенном количестве образцов. При повторном неудовлетворительном результате находят и устраняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

17 Оперативный контроль процедуры измерений

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля $K_д$.

В качестве образцов для контроля используют в порядке понижения приоритетности стандартные образцы состава анализируемых объектов с аттестованными значениями массовой доли соответствующих элементов; образцы, в которых массовая доля элементов установлена по результатам межлабораторных испытаний; образцы, многократно проанализированные в лаборатории.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по Формуле:

$$K_к = |X - C|, \qquad (7)$$

где С - опорное значение (аттестованное значение массовой доли элемента в стандартном образце, общее среднее значение, установленное по результатам межлабораторных сравнительных испытаний или среднее значение, установленное в лаборатории по результатам многократных измерений), мг/кг.

Норматив контроля $K_д$ рассчитывают по Формуле:

$$K_д = \Delta_л, \qquad (8)$$

где $\Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики и соответствующее аттестованному значению образца для контроля, мг/кг.

Если в лаборатории установлены границы относительной погрешности ($\delta_л$, %), то значения $\Delta_л$, мг/кг, вычисляют по Формуле:

$$\Delta_л = 0{,}01\ \delta_л \cdot X, \qquad (9)$$

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_к \leq K_д\ , \qquad (10)$$

Если неравенство (10) не выполняется, то процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

ПРИМЕЧАНИЕ Допустимо показатель точности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения $\delta_л$ = 0,84δ (значения δ приведены в Таблице 2) с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Приложение А
(обязательное)

Подготовка химической посуды к выполнению измерений

При выполнении измерений необходимо тщательно соблюдать чистоту химической посуды, руководствуясь следующими правилами.

Для мытья химической посуды разрешается использовать концентрированную азотную (х.ч.) или серную (х.ч.) кислоту. Категорически запрещается использовать для мытья соду, все виды щелочи, все виды синтетических моющих средств, хромовую смесь.

Посуду предварительно отмывают водопроводной водой, а затем в нее наливают приблизительно на 1/2 объема азотную или серную кислоту и тщательно обмывают ею всю внутреннюю поверхность, а затем выливают в специальный сосуд.

Пипетки при помощи груши несколько раз заполняют кислотой выше метки.

После промывания посуды водопроводной водой (не менее пяти раз) ее окончательно споласкивают бидистиллированной (деионизованной) водой (два - три раза).

Всю посуду для определения ртути моют горячей водопроводной водой, затем горячим раствором азотной кислоты в соотношении (1:1). После промывания посуды водопроводной водой (не менее пяти раз) ее окончательно споласкивают бидистиллированной водой (два - три раза).

При проведении анализа для каждого раствора необходимо использовать свою пипетку. Раствор из колбы наливают в чистый, сухой стаканчик, и из него набирают раствор в пипетку. Запрещается погружать пипетку во весь объем раствора во избежание загрязнения. Аналогичным образом поступают при работе с дозаторами. Все наконечники должны использоваться однократно.

Рекомендуется иметь отдельный набор посуды для приготовления растворов каждого элемента.

Приложение Б
(информационное)

Алгоритм приготовления градуировочных растворов мышьяка, кадмия, хрома, свинца приведен на Рисунке Б.1.

Растворы для разбавления:

1) As, Cd, Cr, Pb - раствор азотной кислоты по 10.1.1;

2) Sn - раствор соляной кислоты по 10.1.2 (для 1 мг/дм³), затем бидистиллированная (деионизованная) вода для 20 мкг/дм³.

Рисунок Б.1

Библиография

[1] Закон Республики Казахстан «Об обеспечении единства измерений» от 7 июня 2000 года № 53-II

УДК 664:546.56.06.006.354 **МКС 67.050**

Ключевые слова: продукты пищевые, продовольственное сырье, корма, определение содержания, кадмий, свинец, мышьяк, ртуть, хром, метод атомно-абсорбционный.

ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»

Испытательный центр
(стационарный/мобильный)
экологического мониторинга

г. Степногорск, 7 мкр., 55 здание
тел/факс (71645)3-10-70, 3-66-59, e-mail: ekoluks-as@mail.ru

УТВЕРЖДАЮ:
Начальник ИЦЭМ
ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»
_____А.Б. Суюнова
_____10_____ 2020г.

ПРОТОКОЛ № 0156

1. Наименование организации: ТОО «КонструктивЭнергоСтрой», г. Нур-Султан, пр. Р. Кошкарбаева, 46
2. Основание: договор № 046эл/2020 от 08.10.2020 г.
3. Наименование продукции: почва
4. Место отбора: п. Атбасар, 1 куча
   - проба 1.1 (поверхность) (лаб. № 642/20)
   - проба 1.2 (глубина 50 см) (лаб. № 643/20)
   - проба 1.3 (глубина 100 см) (лаб. № 644/20)
5. Дата отбора: 30.09.2020г.
6. Дата проведения анализа: 30.09.2020 г. - 09.10.2020 г.
7. НД на метод отбора: ГОСТ 17.4.4.02-84
8. Параметры микроклимата:
   - температура t(^{0}C): 20,9
   - влажность, W(%): 59
   - атмосферное давление, P (мм.рт.ст.): 739
9. Дополнительная информация (по требованию заказчика)
10. Результаты:

№	Наименование показателей	Единица измерения	Фактическая концентрация			НД на метод определения
			проба 1.1	проба 1.2	проба 1.3	
1	Фосфаты	мг/кг	520,00	370,00	420,0	ГОСТ 26261-84
2	Кальций	мг/кг	4157,00	2013,00	2057,00	ГОСТ ISO 22036-2014
3	Кадмий	мг/кг	2,02	0,04	6,05	ГОСТ ISO 22036-2014
4	Глифосат	мг/кг	540,1	-	904,2	МУ № 2434-81
5	ГХЦГ (суммарно)	мг/кг	57,08	-	70,46	СТ РК 2131-2011
6	2-4 Д-эфир	мг/кг		-	менее 0,01	СТ РК 2010-2010

Исполнитель _____ Н.Н. Ференец

Исполнитель _____ Е. М. Мухамедьярова

Инженер СМК _____ Ж.Ю. Кириллова

Протокол испытаний не может быть воспроизведен полностью или частично без письменного разрешения ИЦЭМ
Претензии по результатам анализа принимаются в течение срока хранения арбитражных проб

ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»

Испытательный центр
(стационарный/мобильный)
экологического мониторинга

г. Степногорск, 7 мкр., 55 здание
тел/факс (71645)3-10-70, 3-66-59, e-mail: ekol[illegible]

УТВЕРЖДАЮ:
Начальник ИЦЭМ
ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»
_____ А.Б. Суюнова
«09» _____10_____ 2020г

ПРОТОКОЛ № 0157

1. Наименование организации: ТОО «КонструктивЭнергоСтрой», г. Нур-Султан, пр. Р. Кошкарбаева, 46
2. Основание: договор № 046эл/2020 от 08.10.2020 г.
3. Наименование продукции: почва
4. Место отбора: п. Атбасар, 2 куча
   - проба 2.1 (поверхность) (лаб. № 645/20)
   - проба 2.2 (глубина 50 см) (лаб. № 646/20)
   - проба 2.3 (глубина 100 см) (лаб. № 647/20)
5. Дата отбора: 30.09.2020г.
6. Дата проведения анализа: 30.09.2020 г. - 09.10.2020 г.
7. НД на метод отбора: ГОСТ 17.4.4.02-84
8. Параметры микроклимата:
   - температура t(^{0}C): 20,9
   - влажность, W(%): 59
   - атмосферное давление, P (мм.рт.ст.): 739
9. Дополнительная информация (по требованию заказчика)
10. Результаты:

№	Наименование показателей	Единица измерения	Фактическая концентрация			НД на метод определения
			проба 2.1	проба 2.2	проба 2.3	
1	Фосфаты	мг/кг	450,00	570,00	550,00	ГОСТ 26261-84
2	Кальций	мг/кг	6614,00	3933,00	3616,00	ГОСТ ISO 22036-2014
3	Кадмий	мг/кг	1,37	8,68	1,33	ГОСТ ISO 22036-2014
4	Глифосат	мг/кг	менее 0.0025	-	менее 0,0025	МУ № 2434-81
5	ГХЦГ (суммарно)	мг/кг	202,78	-	1530,67	СТ РК 2131-2011
6	2-4 Д-эфир	мг/кг		-	менее 0,01	СТ РК 2010-2010

Исполнитель _____ Н.Н. Ференец

Исполнитель _____ Е. М. Мухамедьярова

Инженер СМК _____ Ж.Ю. Кириллова

Протокол испытаний не может быть воспроизведен полностью или частично без письменного разрешения ИЦЭМ
Претензии по результатам анализа принимаются в течение срока хранения архивных проб

ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»

Испытательный центр
(стационарный/мобильный)
экологического мониторинга

г. Степногорск, 7 мкр., 55 здание
тел/факс (71645)3-10-70, 3-66-59, e-mail: ekoluks-as@mail.ru

УТВЕРЖДАЮ:
Начальник ИЦЭМ
ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»
_____ А.Б. Суюнова
«09» _____10_____ 2020г.

Испытательный центр «ЭкоЛюкс-Ас»

ПРОТОКОЛ № 0158

1. Наименование организации: ТОО «КонструктивЭнергоСтрой», г. Нур-Султан, пр. Р. Кошкарбаева, 46
2. Основание: договор № 046эл/2020 от 08.10.2020 г.
3. Наименование продукции: почва
4. Место отбора: п. Атбасар, 3 куча
   - проба 3.1 (поверхность) (лаб. № 648/20)
   - проба 3.2 (глубина 50 см) (лаб. № 649/20)
   - проба 3.3 (глубина 120 см) (лаб. № 650/20)
5. Дата отбора: 30.09.2020г.
6. Дата проведения анализа: 30.09.2020 г. - 09.10.2020 г.
7. НД на метод отбора: ГОСТ 17.4.4.02-84
8. Параметры микроклимата:
   - температура t(°C): 20,9
   - влажность, W(%): 59
   - атмосферное давление, P (мм.рт.ст.): 739
9. Дополнительная информация (по требованию заказчика)
10. Результаты:

№	Наименование показателей	Единица измерения	Фактическая концентрация			НД на метод определения
			проба 3.1	проба 3.2	проба 3.3	
1	Фосфаты	мг/кг	520,00	570,00	460,00	ГОСТ 26261-84
2	Кальций	мг/кг	-	3176,00	-	ГОСТ ISO 22036-2014
3	Кадмий	мг/кг	10,76	2,17	5,10	ГОСТ ISO 22036-2014
4	Глифосат	мг/кг	-	-	менее 0,0025	МУ № 2434-81
5	ГХЦГ (суммарно)	мг/кг	-	-	246,95	СТ РК 2131-2011
6	2-4 Д-эфир	мг/кг	-	-	менее 0,01	СТ РК 2010-2010

Исполнитель _____ Н.Н. Ференец

Исполнитель _____ Е. М. Мухамедьярова

Инженер СМК _____ Ж.Ю. Кириллова

ТОО «ЭкоЛюкс-Ас» СИСТЕМА МЕНЕДЖМЕНТА КАЧЕСТВА

Протокол испытаний не может быть воспроизведен полностью или частично без письменного разрешения ИЦЭМ
Претензии по результатам анализа принимаются в течение сроки хранения арбитражных проб

ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»
Испытательный центр
(стационарный/мобильный)
экологического мониторинга

г. Степногорск, 7 мкр., 55 здание
тел/факс (71645)3-10-70, 3-66-59, e-mail: ekoluks-ast@mail.ru

УТВЕРЖДАЮ:
Начальник ИЦЭМ
ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»
А.Б. Суюнова
«09» 10 2020г.

ПРОТОКОЛ № 0159

1. Наименование организации: ТОО «КонструктивЭнергоСтрой», г. Нур-Султан, пр. Р. Кошкарбаева, 46
2. Основание: договор № 046эл/2020 от 08.10.2020 г
3. Наименование продукции: почва
4. Место отбора: п. Атбасар, 4 куча
   - проба 4.1 (поверхность) (лаб. № 651/20)
   - проба 4.2 (глубина 50 см) (лаб. № 652/20)
   - проба 4.3 (глубина 120 см) (лаб. № 653/20)
5. Дата отбора: 30.09.2020г.
6. Дата проведения анализа: 30.09.2020 г. - 09.10.2020 г.
7. НД на метод отбора: ГОСТ 17.4.4.02-84
8. Параметры микроклимата:
   - температура t(^{0}C): 20,9
   - влажность, W(%): 59
   - атмосферное давление, P (мм.рт.ст.): 739
9. Дополнительная информация (по требованию заказчика)
10. Результаты:

№	Наименование показателей	Единица измерения	Фактическая концентрация			НД на метод определения
			проба 4.1	проба 4.2	проба 4.3	
1	Фосфаты	мг/кг	430,00	280,00	350.00	ГОСТ 26261-84
2	Кальций	мг/кг	2001,00	2017,00	-	ГОСТ ISO 22036-2014
3	Кадмий	мг/кг	6,40	5,31	-	ГОСТ ISO 22036-2014
4	Глифосат	мг/кг	-	-	-	МУ № 2434-81
5	ГХЦГ (суммарно)	мг/кг	-	-	695,05	СТ РК 2131-2011
6	2-4 Д-эфир	мг/кг	-	-	2,54	СТ РК 2010-2010

Исполнитель _____ Н.Н. Ференец

Исполнитель _____ Е. М. Мухамедьярова

Инженер СМК _____ Ж.Ю. Кириллова

Протокол испытаний не может быть воспроизведен полностью или частично без письменного разрешения ИЦЭМ
Претензии по результатам анализа принимаются в течение срока хранения арбитражных проб

ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»

Испытательный центр
(стационарный/мобильный)
экологического мониторинга

г. Степногорск, 7 мкр., 55 здание
тел/факс (71645)3-10-70, 3-66-59, e-mail: ekoluks-ac@mail.ru

УТВЕРЖДАЮ
Начальник ИЦЭМ
ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»
А.Б. Суюнова
«09» 10 2020г.

ПРОТОКОЛ № 0160

1. Наименование организации: ТОО «КонструктивЭнергоСтрой», г. Нур-Султан, пр. Р. Кошкарбаева, 46
2. Основание: договор № 046эл/2020 от 08.10.2020 г.
3. Наименование продукции: почва
4. Место отбора: п. Атбасар. 5 куча
   - проба 5.1 (поверхность) (лаб. № 654/20)
   - проба 5.2 (глубина 150 см) (лаб. № 655/20)
5. Дата отбора: 30.09.2020г.
6. Дата проведения анализа: 30.09.2020 г. - 09.10.2020 г.
7. НД на метод отбора: ГОСТ 17.4.4.02-84
8. Параметры микроклимата:
   - температура t(^{0}C): 20,9
   - влажность, W(%): 59
   - атмосферное давление, P (мм.рт.ст.): 739
9. Дополнительная информация (по требованию заказчика)
10. Результаты:

№	Наименование показателей	Ед. изм.	Фактическая концентрация		НД на метод определения
			проба 5.1	проба 5.2	
1	Фосфаты	мг/кг	410,00	-	ГОСТ 26261-84
2	Кальций	мг/кг	1556,00	-	ГОСТ ISO 22036-2014
3	Кадмий	мг/кг	4,43	-	ГОСТ ISO 22036-2014
4	Глифосат (суммарно)	мг/кг	-	менее 0,0025	МУ № 2434-81
5	ГХЦГ	мг/кг	-	239,70	СТ РК 2131-2011
6	2-4 Д-эфир	мг/кг	-	-	СТ РК 2010-2010

Исполнитель _____ Н.Н. Ференец

Исполнитель _____ Е. М. Мухамедьярова

Инженер СМК _____ Ж.Ю. Кириллова

Протокол испытаний не может быть воспроизведен полностью или частично без письменного разрешения ИЦЭМ
Претензии по результатам анализа принимаются в течение срока хранения арбитражных проб

190

ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»

Испытательный центр
(стационарный/мобильный)
экологического мониторинга

г. Степногорск, 7 мкр., 55 здание
тел/факс (71645)3-10-70, 3-66-59, e-mail: ekoluks-as@mail.ru

УТВЕРЖДАЮ:
Начальник ИЦЭМ
ТОО «ЭкоЛюкс-Ас»
_____ А.Б. Суюнова
«09» 10 2020г.

ПРОТОКОЛ № 0161

1. Наименование организации: ТОО «КонструктивЭнергоСтрой», г. Нур-Султан, пр. Р. Кошкарб
2. Основание: договор № 046эл/2020 от 08.10.2020 г.
3. Наименование продукции: почва
4. Место отбора: п. Атбасар, 6 точка
   - проба 6,0 (поверхность) (лаб. № 656/20)
5. Дата отбора: 30.09.2020г.
6. Дата проведения анализа: 30.09.2020 г. - 09.10.2020 г.
7. НД на метод отбора: ГОСТ 17.4.4.02-84
8. Параметры микроклимата:
   - температура t(^{0}C): 20,9
   - влажность, W(%): 59
   - атмосферное давление, P (мм.рт.ст.): 739
9. Дополнительная информация (по требованию заказчика)
10. Результаты:

№ п/п	Наименование показателей	Единица измерения	Фактическая концентрация	НД на метод определения
1	Тебуконазол	мг/кг	не обнаружен	СТ РК ISO 11264-2012
2	Пропиконазол	мг/кг	не обнаружен	СТ РК ISO 11264-2012

Исполнитель _____ Е. М. Мухамедьярова

Инженер СМК _____ Ж.Ю. Кириллова

Протокол испытаний не может быть воспроизведен полностью или частично без письменного разрешения ИЦЭМ
Претензии по результатам анализа принимаются в течение срока хранения арбитражных проб

Экспертно-аналитическая

ilac-MRA NCA KZ.T.01.0509

Аккредитеу аттестаты № KZ.T.01.0509
08.10.2019 ж. 08.10.2024 ж. дейін қолданылады.
Сертификаттың өзгеруі 19.02.2020ж.
Аттестат аккредитации № KZ.T.01.0509 от 08.10.2019 г. Действителен до 08.10.2024 г.
Дата изменения от 19.02.2020г.

Мекеменің ЬКСЖ бойынша коды
Код формы по ОКУД
КҰЖЖ бойынша ұйым коды
Код организации по ОКПО

КР ДСМ ШЖС КБК «Ұлттық сараптама орталығы» ШЖК РМК Нұр-Сұлтан қаласы бойынша филиалы 010000, Нұр-Сұлтан қаласы, Қарасай батыр көшесі, 16А
Тел.: 8(7172)31-54-09,
email: pr_nur-sultan_2015@mail.ru

Лаборатория высокотехнологических исследований

Қазақстан Республикасы Ұлттық экономика министрінің 2015 жылғы "30" мамырдағы № 415 бұйрығымен бекітілген № 137-е нысанды медициналық құжаттама

Медицинская документация Форма № 137-е,
Утверждена приказом Министра национальной экономики Республики Казахстан от "30" мая 2015 года № 415

Филиал РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» КККБТУ МЗ РК по городу Нур-Султан города Нур-Султан
010000, улица Карасай батыра, дом 2А,
улица Жетекшы, 46
Тел.: 8(7172)31-54-09
email: pr_nur-sultan_2015@mail.ru

Ауыл шаруашылығы пестициттерін және минералды тыңайтқыштардың препараттық нысандарының әрекеттегі заттарының қалдық мөлшерін анықтауға арналған тұтынылатын өнімдер мен ауыл шаруашылығы дақылдарындағы пестициттердің қалдық мөлшерін зерттеу

ХАТТАМАСЫ

ПРОТОКОЛ

исследования сельскохозяйственной продукции, продуктов питания, воды, почвы, воздушной среды на определение остаточных количеств пестицидов, действующих веществ препаративных форм пестицидов и минеральных удобрений.

РО-20-33933

(№) «14» қыркүйек(сентябрь) 2020ж. (г.)

1. Нысанның орналасу мекенжайы (Наименование объекта, адрес) ТОО «Конструктив Энерго Строй» НурСұлтан қ., Кошкарбаева к. 16 кв.20
2. Ұлттық аймақтың (Место отбора) образца — территория промышленной зоны
3. Ұлгінің атауы (Наименование образца) —
4. Ұлгілерді талдау мақсаты (Цель исследования) — пестицидтерді анықтау (определение пестицидов)
5. Алынған күні мен уақыты (Дата и время отбора) — 02.09.2020г. 14[illegible]
6. Жеткізілген күні мен уақыты (Дата и время поставки) — 04.09.2020г. 11[illegible]
7. Ұлгіні іріктеу әдісі НК (НД на метод отбора) — СанПиН 4.01.001-97
8. Тасымалдау жағдайлары (Условия транспортировки) — арнайы автокөлік (специальный транспорт)
9. Сақтау жағдайлары (Условия хранения) — сойылмады
10. Қосымша мәліметтер (Дополнительные сведения) — р. договор №922-2020 от 04.09.2020; анализ-наряд № 5667 от 10.09.2020г. [illegible]

Зерттеу нәтижелері
(Результаты исследования)

Өнімнің атауы Наименование продукции	Пестициттердің анықталған қалдық құрамдары Обнаруженное остаточное содержание пестицидов	[illegible]	Нормативтік көрсеткіштер РЕМД, мг/кг Нормативные показатели МДУ, мг/кг	Зерттеу әдістеріне қолданылған НК НД на методы исследования мг/кг
Почва, куртөбе №1	α, β, γ-ГХЦГ	0,0001 мг/кг	0,1 мг/кг	МУ 1766-77
	ДДТ и его метаболиты	анықталмады (не обн.)	0,1 мг/кг	
	Гептахлор	0,0002 мг/кг	0,05 мг/кг	
	Гексахлорбензол	анықталмады (не обн.)	0,05 мг/кг	
	Альдрин	0,0001 мг/кг	нет	
	Кельтан	анықталмады (не обн.)	1,0 мг/кг	

Үлгерім (нұсқа) НК-на сәйкес келмейтін зерттеулер журналы (Исследование образцов проводились на соответствие НД)
Кеден Одақ Комиссиясының 28.05.2010 жылғы № 299 шешімімен бекітілген «Санитарлық-эпидемиологиялық
Қадағалауға (бақылауға) жатқын тауарларға қойылатын санитарлық-эпидемиологиялық және гигиеналық талаптар»
2 тарау, 15 бөлім, 5 қосымша
«Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам подлежащим санитарно - эпидемиологическому
надзору (контролю)» Гл. 2 раздел 15 приложение 15.1 Утверждены Решением Комиссии ТС № 299 от 28.05.2010 года.
Хаттама 2 парақ болып толтырылды (Протокол составляется в 2-х экземплярах)
Зерттеудің жүргізу жағдайы (Условия проведения испытаний) температура 22,0°С ылғалдылық 69 %
(влажность)

Хаттаманың шығарылған күні (Дата выдачи протокола) 14 қырқ (ноябрь) 2020 ж.
Бет саны (Количество страниц) 2

Зерттеу жүргізген маманның Т.А.Ж. (Ф.И.О., специалиста проводившего исследование)
Қолы (Подпись)

Специалист _____ Исмолбекова А.Т
Специалист _____ Абдраисова С.К

Зертханаға меңгерушінің (немесе оның орынбасары) (фамилия, имя, отчество, подпись лица, ответственного за лабораторию)

_____ Даулетбекова Э.Ж

ҚР ДСМ ТКК СЭК комитетінің Ұлттық
сараптама орталығының ШЖК
РМК Нұр-Сұлтан қаласы бойынша
филиалы директорының орынбасары
Заместитель директора филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы»
КСЭК МЗ РК по г. Нур-Султан

_____ Дуйсенова Б.М
Болы (Подпись)

Сынақ нәтижелері тек қана сынақтан өткізілгендерге таралады
Рұқсатсыз хаттаманы жартылай қайта басуға ТЫЙЫМ САЛЫНҒАН
Результаты исследования распространяются только на образцы подвергнутые испытаниям
Частичная перепечатка протокола без разрешения ЗАПРЕЩЕНА

-құжаттың соңы-
конец документа -

282

Экспертар анкетасы

ilac-MRA NCA

KZ.T.01.0509

Аккредитеу аттестаты № KZ.T.01.0509
08.10.2019 ж. 08.10.2024 ж. дейін қолданады
Сертификат берілген күні 19.02.2020 ж.
Аттестат аккредитации № KZ.T.01.0509 от
08.10.2019 г. Действителен до 08.10.2024 г.
Дата выдачи сертификата от 19.02.2020 г.

Нысанның БКСЖ бойынша коды
Код формы по ОКУД
КҰЖЖ бойынша ұйым коды
Код организации по ОКПО

ҚР ДСМ ШЖС КБК «Ұлттық сараптамалық орталығы» ШЖК РМК Нұр-Сұлтан қаласы бойынша филиалы, 010000, Нұр-Сұлтан қаласы, Қарасай батыр көшесі, 2А үй, Жетіқұдық көшесі, 46
Тел: 8(7172) 31-54-09
email: [illegible]2015@mail.ru

Лаборатория высокотехнологических исследований

Қазақстан Республикасы Ұлттық экономика министрінің 2015 жылғы "30" мамырдағы № 415 бұйрығымен Бекітілген № 137/е нысанды медициналық құжаттама

Медицинская документация Форма № 137/у
Утверждена приказом Министра национальной экономики Республики Казахстан от "30" мая 2015 года № 415

Филиал РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» КККБТУ МЗ РК по городу Нур-Сұлтан, город Нур-Сұлтан, 010000, улица Карасай батыра, дом 2А, улица Жетіқұдық, 46
Тел: 8(7172) 31-54-09
email: [illegible]2015@mail.ru

Ауыл шаруашылығы өнімдерінің және минералды тыңайтқыштардың пестицидтік препараттық нысандарының әрекеттегі заттарының қалдық мөлшерін анықтауға азық-түлікке арналған өсімдік өнімдерінің алынған үлгілерді пестицидтердің қалдық мөлшерін зерттеу

ХАТТАМАСЫ

ПРОТОКОЛ

исследования сельскохозяйственной продукции, продуктов питания, воды, почвы, воздушной среды на определение остаточных количеств пестицидов, действующих веществ пестицидных форм пестицидов и минеральных удобрений

Р(Э)-20-53934

(от) «14» кыркүйек(сентября) 2020ж.(г.)

1. Нысанның атауы, мекен-жайы (Наименование объекта,адрес) ТОО «Конструктив Энерго Строй» Нур-Султан,ул Кошкарбаева, д.46 кв 20
2. Үлгі алынған орын (Место отбора образца) — 1. Алматы, территория химического склада
3. Үлгінің атауы (Наименование образца) — почва
4. Үлгілерді зерттеудің мақсаты (Цель исследования) — пестициттерді анықтау (определение пестицидов)
5. Алынған күні мен уақыты (Дата и время отбора) — 02.09.2020г. 11:[illegible]
6. Жеткізілген күні мен уақыты (Дата и время доставки) — 03.09.2020г. 11:[illegible]
7. Үлгіні іріктеу НК (НД на метод отбора) — СТ РК ГОСТ 17.4.4.01-2001
8. Тасымалдау жағдайлары (Условия транспортировки) — арнайы автокөлік (специальный транспорт)
9. Сақтау жағдайлары (Условия хранения) — сейф-шкаф
10. Қосымша мәліметтер (Дополнительные сведения) — результат №922-2020 от 04.09.2020г. согласно № 5667 от 10.09.2020г. 87017[illegible]33

Зерттеу нәтижелері

(Результаты исследования)

Өлшемі [illegible] Наименование продукции	Пестицидтердің анықталған қалдық құрамдары Обнаруженное остаточное содержание пестицидов	мг/кг	Нормативтік көрсеткіштер РЕМД, мг/кг Нормативные показатели МДУ, мг/кг	Зерттеу әдістемесінде қолданылған НК НД на методы исследования мг/кг
Почва, үлгі № 2	α,β,γ-ГХЦГ	анықталмады (не обн.)	0.1 мг/кг	МУ 1766-77
	ДДТ и его метаболиты	0.0007 мг/кг	0.1 мг/кг	
	Гептахлор	анықталмады (не обн.)	0.05 мг/кг	
	Гексахлорбензол	анықталмады (не обн.)	0.05 мг/кг	
	Альдрин	0.0001 мг/кг	[illegible]	
	Кельтан	анықталмады (не обн.)	1.0 мг/кг	

193

Үлгілердің (нің) НК-та сәйкестігіне зерттеулер жүргізілді (Исследование образцов проводились на соответствие НД)
Кеден Одақ Комиссиясының 28.05.2010 жылғы № 299 шешімімен бекітілген «Санитарлық-эпидемиологиялық Кадағалауына (бақылауына) жататын тауарларға қойылатын санитарлық-эпидемиологиялық және гигиеналық талаптар» 2 тарау, 15 бөлім, 51 қосымша
«Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам подлежащим санитарно - эпидемиологическому надзору (контролю)» Гл. 2, раздел 15, приложение 15.1 Утверждены Решением Комиссии ЕС № 299 от 28.05.2010 года.
Хаттама 2 данада болып толтырылды (Протокол составляется в 2-х экземплярах)
Зерттеудің жүргізілу жағдайы (Условия проведения испытаний) температура 22,0°С ылғалдылық 69 %
(влажность)

Хаттаманың шығарылған күні (Дата выдачи протокола) « 14 » қыркүйек(сентябрь) 2020г.
Бет саны (Количество страниц) - 2

Зерттеу жүргізген маманның Т.А.Ә. (Ф.И.О., специалиста проводившего исследование)
Қолы (Подпись)
Специалист Исламскова А.І
Специалист Абдиманова С.К

Зертхана меңгерушісінің қолы, тегі, аты, әкесінің аты (фамилия, имя, отчество, подпись главного лаборатории)

Даулетбекова Э.Ж

КР ДСМ ТБКСКБ комитетінің Ұлттық сертификаттау орталығы НДЖК
РМК Нұр-Сұлтан қаласы бойынша
филиалы директорының орынбасары
Заместитель директора филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» КК БТУ МЗ РК по г. Нур-Султан
Демесинова Ь.М
Қолы. (Подпись)

Сынау нәтижелері тек қана сынақтан өткізілген үлгілерге қатысады
Руқсатсыз хаттаманы жарнамалық мақсатта пайдалануға ТЫЙЫМ САЛЫНАДЫ
Результаты исследования распространяются только на образцы, подвергнутые испытаниям
Частичная перепечатка протокола без разрешения ЗАПРЕЩЕНА

Зертхана аккредиттелген

KZ.T.01.0509

Аккредиттеу аттестаты № KZ.T.01.0509
08.10.2019 ж. 08.10.2024ж. дейін жарамды
Өзгерту енгізілген күні 19.02.2020ж
Аттестат аккредитации № KZ.T.01.0509 от
08.10.2019 г. Действителен до 08.10.2024г
Дата изменения от 19.02.2020 г

Нысанның БҚСЖ бойынша коды
Код формы по ОКУД
КҰЖЖ бойынша ұйым коды
Код организации по ОКПО

КР ДСМ РГКП «КБК» Ұлттық сараптама орталығы» ШЖҚ РМК Нұр-Сұлтан қаласы бойынша филиалы, 010000, Нұр-Сұлтан қаласы, Қарасай батыр көшесі, 2А үй, Желтоқсан көшесі, 46
Тел:8(7172)31-54-09,
email gu_sec_astana_2015@mail.ru

Лаборатория высокоэффективных аналитических исследований

Қазақстан Республикасы Ұлттық экономика министрінің 2015 жылғы 30 мамырдағы № 415 бұйрығымен бекітілген № 137-ж нысанды медициналық құжатама

Медицинская документация Форма № 137-у
Утверждена приказом Министра национальной экономики Республики Казахстан от "30" мая 2015 года № 415

Филиал РГКП ПХВ «Национальный центр экспертизы» ККБ БТУ МЗ РК по городу Нур-Султан, город Нур-Султан, 010000, улица Карасай батыра, дом 2А, улица Желтоксан ,46
Тел:8(7172)31-54-09,
email gu_sec_astana_2015@mail.ru

Ауыл шаруашылығы өнімдерінің және шикізатының, тамақ өнімдерінің, ішімдіктің, ауыл шаруашылығы дақылдарының зиянкестерінің қолданылатын пестицидтердің, минералды тыңайтқыштардың, топырақтың, ауа-райының, ауыз суының пестицидтерге сынақтарының нәтижелері

ХАТТАМАСЫ
ПРОТОКОЛ

исследования сельскохозяйственной продукции, продуктов питания, воды, почвы, воздушной среды на определение остаточных количеств пестицидов, действующих веществ препаративных форм пестицидов и минеральных удобрений

РО-20-03935
(01) «04» «кырку» (сентябрь) 2020ж.

1. Нысанның атауы, мекен-жайы (Наименование объекта,адрес) ТОО «Конструктив Эксперт Строй» г.НурСултан,ул.Кошкарбаева, д.46 кв.20
2. Үлгінің орны (Место отбора образца) г.Атбасар территория химического склада
3. Үлгінің атауы (Наименование образца) почва
4. Үлгіні зерттеу мақсаты (Цель исследования) пестицидтерді анықтау (определение пестицидов)
5. Алынған күні мен уақыты (Дата и время отбора) 02.09.2020г. 14
6. Жеткізілген күні мен уақыты (Дата и время поставки) 04.09.2020г. 11
7. Үлгіні алуға НҚ (НД на метод отбора) СТ РК ГОСТ 17.4.4.01-001-97
8. Тасымалдау жағдайы (Условия транспортировки) арнайы автокөлік (спецавтотранспорт)
9. Сақтау жағдайы (Условия хранения) салқындатқыш
10. Қосымша мәліметтер (Дополнительные сведения) договор №922-2020 от 04.09.2020г. с оплатой № 5667 от 10.09.2020г 8701 706 53 53

Зерттеу нәтижелері
(Результаты исследования)

Өнімнің атауы Наименование продукции	Пестицидтердің анықталған қалдық саны Обнаруженное остаточное содержание пестицидов	мг/кг	Нормативтік көрсеткіштер РК МДК мг/кг Нормативные показатели МДУ, мг/кг	Зерттеу әдістеріне қолданылған НҚ НД на методы исследования мг/кг
Почва, сынақ № 3	α-ГХЦГ ДДТ и его метаболиты Гептахлор Гексахлорбензол Альдрин Кельтан	0,000 анықталмады (не обн.) анықталмады (не обн.) анықталмады (не обн.) анықталмады (не обн.) анықталмады (не обн.)	0,1 мг/кг 0,1 мг/кг 0,02 мг/кг 0,03 мг/кг и и 1,0 мг/кг	МУ 1766-77

194

Үлгі сынақ (пн) НК-ға сәйкестік [illegible] жүргізілді (Исследование образцов проводились на соответствие НД)
Кедендік Одақ Комиссиясының 28.05.2010 жылғы № 299 шешімімен бекітілген «Санитарлық-эпидемиологиялық талаптар»
2 тарау, 15 бөлім, 5.1 қосымша
«Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам подлежащим санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю)» гл. 2, раздел 15, приложение 15.1, Утверждены Решением Комиссии по ТС № 299 от 28.05.2010 года.
Хаттама 2 данада болып толтырылады (Протокол составляется в 2-х экземплярах)
Зертеудің жүргізілу жағдайы (Условия проведения испытаний): температура 22±2 С, ылғалдылық 69 %
(влажность)

Хаттаманың шығарылған күні (Дата выдачи протокола) «14» қыркүйек (сентябрь) 2020г.
Беттер саны (Количество страниц) - 2

Зертеу жүргізген мамандардың Т.А.Ә. (Ф.И.О., специалистов проводивших исследования)
[illegible] Подпись)
Специалист _____ Исламоскова А.Т
Специалист _____ Андрасова С.К

Зертхана меңгерушісінің немесе тағайындалған адамның (фамилия, имя, отчество лица исполняющего обязанности заведующего лабораторией)
_____ Даулетбекова Э.Ж

КР ДСМ ТКҚСКБ комитетінің Сәулетік
аймақтық орталығы ШЖҚ
РМК Нұр-Сұлтан қаласы бойынша
филиалы директорының орынбасары
Заместитель директора филиала РГП на
ПХВ Национальный центр экспертизы
КК ДСМ МЗ РК по г. Нур-Султан

_____ Демесинова Б.М.
(Қолы (Подпись))

Сынау нәтижелері тек қана сынақтарға қатысты
Результаты испытаний распространяются только на образцы, подвергнутые испытаниям
Хаттаманы толық немесе ішінара көшіруге рұқсат ЖОҚ
Частичная перепечатка протокола разрешения НЕТ

-қызметтің соңы-
-конец документа-

Зертханалар тізімінің

KZ.T.01.0509

Аккредиттеу аттестаты № KZ.T.01.0509
08.10.2019 ж. 08.10.2024 ж. дейін қолданылады
Өзгерту енгізілген күні 19.02.2020ж.
Аттестат аккредитации № KZ.T.01.0509 от
08.10.2019 г. Действителен до 08.10.2024
Дата изменения от 19.02.2020г.

Ұйымның БСЖ бойынша коды
Код формы по ОКУД
КҰЖЖ бойынша ұйым коды
Код организации по ОКПО

КР ДСМ ТЕСК КБК «Ұлттық сараптама орталығы» ШЖК РМК Нұр-Сұлтан қаласы бойынша филиалы. 010000, Нұр-Сұлтан қаласы, Қарасай батыр көшесі 2А үй, Жетекшан көшесі, 46
Тел:8(7172)31-54-09,
email:gu_csee_astana_2015@mail.ru

Лаборатория высокотехнологических исследований

Қазақстан Республикасы Ұлттық экономика министрінің 2015 жылғы 30 мамырдағы № 415 бұйрығымен Бекітілген № 137-е нысанды медициналық құжаттама

Медицинская документация Форма № 137-е
Утверждена приказом Министра национальной экономики Республики Казахстан от "30" мая 2015 года № 415

Филиал РГП «ҰСХБ» Ұлттық орталығы» ККББҰЗМ РК бойынша Нұр-Сұлтан қаласы бойынша, 010000, Нұр-Сұлтан қаласы, Қарасай батыр, үй 2А, Жетекшан 46
Тел 8(7172)31-54-09,
email:gu_csee_astana_2015@mail.ru

Хаттамаға шаруашылық нысандарының өнімінде минералды тыңайтқыштардың, пестицидтердің әрекеттегі заттарының қалдық мөлшерлерін анықтауға талдау жүргізілгенін растайтын өнімге тіркелмеген өнімдерден пестицидтердің қалдық мөлшерін анықтау

ХАТТАМАСЫ
ПРОТОКОЛ
исследования сельскохозяйственной продукции, продуктов питания, воды, почвы, воздушной среды на определение остаточных количеств пестицидов, действующих веществ пестицидов и минеральных удобрений.

РО-№3936
(№) «14» қыркүйек(сентябрь) 2020ж.(г.)

1. Нысанның атауы, мекен-жайы (Наименование объекта,адрес) ТОО «Конструктив Энерго Сервис» НурСултан,ул.Кошкарбаева, д.46, кв.20
2. Үлгі алынған орын (Место отбора образца) г.Астана,территория химического склада
3. Үлгі атауы (Наименование образца) почва
4. Үлгілерді анықтау мақсаты (Цель исследования) пестицидтерді анықтау (определение пестицидов)
5. Алынған күні мен уақыты (Дата и время отбора) 02.09.2020г. 14[00]
6. Жеткізілген күні мен уақыты (Дата и время доставки) 04.09.2020г. 11[00]
7. Үлгіні алу әдісі НК (НД на метод отбора) СТ РК ISO 11464.01.001-97
8. Тасымалдау жағдайы (Условия транспортировки) арнайы автокөлік (специалтранспорт)
9. Сақтау жағдайы (Условия хранения) сейфте
10. Қосымша мәліметтер (Дополнительные сведения) договор №922/2020 от 01.09.2020г. с оплатой № 5667 от 10.09.2020г. (ИП "Ж.Ж.")

Зерттеу нәтижелері
(Результаты исследования)

Өнімнің атауы Наименование продукции	Пестицидтердің анықталған қалдық құрамдары Обнаруженное остаточное содержание пестицидов	мг/кг	Нормативтік көрсеткіштер РЕМ/ДК мг/кг Нормативные показатели МДУ мг/кг	Зерттеу әдістеріне қолданылған НК НД на методы исследования мг/кг
Почва, күні №4	α, β, γ-ГХЦГ	0,0001 мг/кг	0,1 мг/кг	МУ 1766-77
	ДДТ и его метаболиты	анықталмады (не обн.)	0,1 мг/кг	
	Гептахлор	анықталмады (не обн.)	0,05 мг/кг	
	Гексахлорбензол	анықталмады (не обн.)	0,03 мг/кг	
	Альдрин	анықталмады (не обн.)	нет	
	Кельтан	анықталмады (не обн.)	1,0 мг/кг	

Үлгілерін (нің) НК-ға сәйкестігіне зерттеулер жүргізілді (Исследование образцов проводились на соответствие НД)
Келен Одақ Комиссиясының 28.05.2010 жылы № 299 шешімімен бекітілген «Санитарлық-эпидемиологиялық Қадағалауға (бақылауға) жататын тауарларға қойылатын санитарлық-эпидемиологиялық және гигиеналық талаптар» 2 тарау, 15 бөлім, 5.1 қосымша
Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам подлежащим санитарно - эпидемиологическому надзору (контролю) - 1 п. 2 раздел 15. приложение 15.1. Утверждены Решением Комиссии ТС № 299 от 28.05.2010 года.
Хаттаманы 2 парақта берілуде (Протокол составляется в 2-х экземплярах)
Зерттеулер жүргізілу жағдайы (Условия проведения испытаний) температура 22 °С ылғалдылық 69 %
(влажность)
Хаттаманың шығарылған күні (Дата выдачи протокола) - 14 қырқүйек(сентябрь) 2020г
Бет саны (Количество страниц) - 2

Зерттеу жүргізген маманның Т.А.Ә. (Ф.И.О., специалиста проводившего исследование)
Қолы, (Подпись)
Эксперт Нурмейкова А.Г
Специалист Абдрахманова С.К

Зертхана меңгерушісінің (немесе тағайындалған тұлғаның) (фамилия, инициалы заведующего лабораторией)

Даулетбекова Э.Ж

ҚР ДСМ ТКҚСҚБ комитетінің «Ұлттық сараптама орталығы» ШЖҚ РМК Нұр-Сұлтан қаласы бойынша филиалы директорының міндетін атқарушы
Исполняющий обязанности директора филиала РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» КК МЗ РК по г. Нур-Султан
Қолы (Подпись)
Телесинова Б.М.

Сынау нәтижелері тек қана сынақтағы үлгілерге қатысты
Толық емес хаттаманы жаруға тыйым салынады
Результаты испытаний распространяются только на образцы подвергнутые испытаниям
Частичная перепечатка протокола запрещена

- конец документа -

285

Экспертизалар зертханасы

KZ.T.01.0509

Аккредитеу аттестаты № KZ.T.01.0509
08.10.2019 ж. 08.10.2024 ж. дейін жарамды
Өзгерістер енгізілген күні 19.02.2020ж
Аттестат аккредитации № KZ.T.01.0509 от
08.10.2019 г. Действителен до 08.10.2024г
Дата изменения от 19.02.2020

Нысанның ОКЖ бойынша коды
Код формы по ОКУД
КҰЖ-Қ бойынша ұйым коды
Код организации по ОКПО

КР ДСМ ТОО «СКБК» Ұлттық сараптама орталығы» ШЖҚ РМК Нұр-Сұлтан қаласы бойынша филиалы, 010000 Нұр-Сұлтан қаласы, Қарасай батыр көшесі, 2А үй, Желтоқсан көшесі, 46.
Тел 8(7172)31-54-09,
email gu_ccev_astana_2015@mail.ru

Лаборатория высокоинтенсивных физических исследований

Қазақстан Республикасы Ұлттық экономика министрінің 2015 жылғы 30 мамырдағы № 415 бұйрығымен бекітілген № 137-е нысанды медициналық құжаттама

Медицинская документация Форма № 137-е
Утверждена приказом Министра национальной экономики Республики Казахстан от "30" мая 2015 года № 415

Филиал РГП на ПХВ «Национальный центр экспертизы» КККБТУ МЗ РК по городу Нур-Султан, город Нур-Султан, 010000, улица Карасай батыра, дом 2А, улица Желтоксан ,46
Тел 8(7172)31-54-09,
email gu_ccev_astana_2015@mail.ru

Ауыл шаруашылығы өнімдерінде және минералды тыңайтқыштардың пестицидтік қалдықтарын анықтауға арналған ұлттық стандартты емес әдістемелер бойынша ауыл шаруашылығы дақылдарына пестицидтерді қолдану мониторингі

ХАТТАМАСЫ
ПРОТОКОЛ
исследования сельскохозяйственной продукции, продуктов питания, почвы, воздушной среды на определение остаточных количеств пестицидов, действующих веществ препаративных форм пестицидов и минеральных удобрений

РО-20-3397
(от) «14» қыркүйек(сентябрь) 2020ж (г.)

1. Нысанның атауы, мекен-жайы (Наименование объекта, адрес)	ТОО «Конструктив Энерго Строй» НурСұлтан қ., Кошкарбаева, д.46, кв.20
2. Үлгі алынған орын (Место отбора образца)	г. Астана территория химического склада
3. Үлгі атауы (Наименование образца)	почва
4. Үлгілерді зерттеу мақсаты (Цель исследования)	пестицидтерді анықтау (определение пестицидов)
5. Алынған күні мен уақыты (Дата и время отбора)	02.09.2020ж 14[00]
6. Жеткізілген күні мен уақыты (Дата и время доставки)	04.09.2020ж 11[00]
7. Үлгіні алуға арналған НК (НД на метод отбора)	СанПиН 3.01.001-97
8. Тасымалдау жағдайы (Условия транспортировки)	арнайы автокөлік (специальный транспорт)
9. Сақтау жағдайы (Условия хранения)	соблюдены
10. Қосымша мәліметтер (Дополнительные сведения)	договор №922-2020 от 04.09.2020г с оплатой № 5667 от 10.09.2020г 87017506333

Зерттеу нәтижелері
(Результаты исследования)

Өнімнің атауы Наименование продукции	Пестицидтердің анықталған қалдық құрамдары Обнаруженное остаточное содержание пестицидов	мг/кг	Нормативтік көрсеткіштер РЕМД мг/кг Нормативные показатели МДУ мг/кг	Зерттеу әдістеріне қолданылған НК НД на методы исследования мг/кг
Топырақ үлгісі №5	α,β,γ-ГХЦ	анықталмады (не обн.)	0,1 мг/кг	МУ 1766-77
	ДДГ и его метаболиты	анықталмады (не обн.)	0,1 мг/кг	
	Гептахлор	анықталмады (не обн.)	0,05 мг/кг	
	Гексахлорбензол	анықталмады (не обн.)	0,03 мг/кг	
	Альдрин	анықталмады (не обн.)	нет	
	Кельтан	анықталмады (не обн.)	1,0 мг/кг	

196

Үлгілерін (нормативтік құжаттарға сәйкестігіне зерттеулер жүргізілді / Исследование образцов проводились на соответствие НД)
Кедендік Одақ Комиссиясының 28.05.2010 жылғы № 299 шешімімен бекітілген «Санитарлық-эпидемиологиялық
Қадағалауына (бақылауына) жатқатын тауарларға қойылатын санитарлық-эпидемиологиялық және гигиеналық талаптар»
2 тарау, 15 бөлім, 5 қосымша
«Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам подлежащим санитарно - эпидемиологическому
надзору (контролю)» Гл. 2, разде. 15, приложение 15.1, утверждены Решением Комиссии по ТС № 299 от 28.05.2010 года.
Хаттама 2 данада шығарылды (Протокол составляется в 2-х экземплярах)
Зерттеудің жүргізілу жағдайы (Условия проведения испытаний) температура 22,0 °С ылғалдылық 69 %
(влажность)

Хаттаманың шығарылған күні (Дата выдачи протокола) «14» қыркүйек(сентябрь) 2020 ж
Бет саны (Количество страниц) - 2

Зерттеу жүргізген маманның Т.А.Ә. (Ф.И.О. специалиста проводившего исследование)
Қолы (Подпись)
Специалист Исламбекова А.Т
Специалист Жолдасова С.К

Зертханаға жауапты тұлғаның қолы (лаборатория меңгерушісінің, ... лаборатории)
Даулетбекова Э.Ж

КР ДСМ ТКК СК Комитетінің Ұлттық
сараптама орталығы» ШЖҚ
РМК Нұр-Сұлтан қаласы бойынша
филиалының директорының орынбасары
Заместитель директора филиала РГП на
ПХВ «Национальный центр экспертизы»
КК ДСМ РК по г.Нур-Султан
Қолы (Подпись)
Адамгалиев Б.М

Сынау нәтижелері тек қана сынауға ұшыраған үлгілерге таралады
Рұқсатсыз хаттаманы жартылай көшіруге тыйым салынған
Результаты исследования распространяются только на образцы подвергнутые испытаниям
Частичная перепечатка протокола без разрешения запрещена

- құжаттың соңы -
- конец документа -