МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

ПРЕДЕЛЬНО ДОПУСТИМЫЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В ПОЧВЕ

Москва, 1979 год

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ
Зам. Главного государственного
санитарного врача СССР
В. Е. Ковшило
21 февраля 1979 года
№ 1968—79

ПРЕДЕЛЬНО ДОПУСТИМЫЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В ПОЧВЕ

№№ п/п	Вещество	ПДК
1.	Бенз (а) пирен	0,02 мг/кг почвы
2.	Свинец	20,0 мг/кг почвы
3.	Хром+6	0,05 мг/кг почвы
4.	Ртуть	2,1 мг/кг почвы
5	Кельтан	1,0 мг/кг почвы

Методы определения бенз(а)пирена изложены в «Методических указаниях по отбору проб из объектов внешней среды и подготовке их для последующего определения канцерогенных полициклических ароматических углеводородов» — № 1424—76, утвержденных Министерством здравоохранения СССР 12 мая 1976 года и в «Методических указаниях по качественному и количественному определению канцерогенных полициклических ароматических углеводородов в продуктах сложного состава» — № 1423—76, утвержденных Министерством здравоохранения СССР 12 мая 1976 года.

Методы определения свинца, хрома, ртути, кельтана изложены соответственно в приложениях №№ 1, 2, 3, 4.

МЕТОДИКА ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВИНЦА В ПОЧВЕ

Принцип и характеристика метода.

Методика основана на способности ионов свинца (Pb^{++}) восстанавливаться на ртутном капельном электроде. Метод позволяет определить 0,5 мкг свинца в пробе. Анализу мешают ионы кадмия (Cd^{++}) и меди (Cu^{++}), если их концентрация превышает концентрацию определяемых ионов свинца (Pb) в 100 раз; остальные примеси анализу не мешают.

Аппаратура и посуда.

Осциллографический полярограф ПО-5122.

Полярографическая ячейка (комплект), анод-насыщенный каломельный электрод, капилляр, имеющий $t>5{,}0$ сек.

Баллон со сжатым газом: аргон или азот «осч».

Пасчаная баня.

Муфельная печь.

Эксикатор.

Тигли фарфоровые или кварцевые.

Воронки для фильтрования Ø3—5 см.

Мерные цилиндры или градуированные пробирки на 10 мл.

Ступка яшмовая.

Фильтры беззольные.

Колбы мерные на 100 мл на 1000 мл.

Реактивы и растворы.

1. Свинец металлический, ч. д. а.

2. Соляная кислота, х. ч., концентрированная, уд. вес 1,19 и 20% раствор.

3. Азотная кислота, х. ч., разбавленная (3 : 2).

4. Серная кислота, х. ч., концентрированная, уд. вес 1,84.

5. Стандартный раствор, содержащий 10 мкг свинца на мл. Навеску 0,1 г свинца помещают в коническую колбу емкостью 250 мл и приливают 20 мл разбавленной (3 : 2) азотной кислоты. По растворении навески раствор упаривают до небольшого объема (3—5 мл), приливают 15 мл соляной

кислоты (уд. вес 1,19) и вновь осторожно упаривают до 3—5 мл. Эту операцию повторяют еще 2—3 раза, после чего приливают 20 мл 20%-ой соляной кислоты, нагревают до получения прозрачного раствора хлорида свинца; раствор переносят количественно в мерную коблу емкостью 1 л, неоднократно ополаскивая колбу 20% соляной кислотой и добавляют к основному раствору. Доводят раствор до метки 20% соляной кислотой и тщательно перемешивают. Затем 10 мл этого раствора переносят пипеткой в мерную колбу на 100 мл, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученный раствор содержит 10 мкг на мл или 10 мг на л свинца.

Отбор проб.

Отбор проб почвы лучше производить 2 раза в год: весной после освобождения земли от снега и осенью после уборки урожая. Для определения точек отбора проб почвы применяется азимутальный метод. Пробы отбираются вокруг источника загрязнения по 4 или 8 румбам. Сначала выбирается начальный румб, направление которого совпадает с направлением преобладающего ветра в годовой розе ветров. Расстояние точек отбора проб почвы от источника загрязнения (от забора промпредприятия) составляет 0,5; 1; 2; 5; 10; 20; 30; 50 км и на участке, не подверженном его влиянию. Количество точек отбора проб и их расстояние от источника загрязнения определяется целями исследования и дальностью распространения загрязнения. Положение точек отбора проб сначала отмечается на карте. Отмеченные точки служат опорными пунктами при выборе места отбора проб. Около предварительно фиксированных точек выбирается площадка размером примерно 2 га (200×100 м). Площадка должна быть однородной по почвенному покрову и растительности. Не следует брать пробы в местах, где поверхность почвы или растительность явно отличаются от основного фона площадки. С выбранной площадки отбирается смешанный образец почвы, состоящий из пяти проб, взятых по методу конверта (по углам площадки и в центре). Пробы отбираются лопатой или буром на глубину пахотного слоя (до 20—25 см). Почву отрезают лопатой отвесно в виде прямоугольной пластины, следят за тем, чтобы в каждый образец попало примерно такое количество почвы верхнего и нижнего ее слоев, которое пропорционально их мощности. Взятый образец тщательно перемешивают на листе фанеры или на куске брезента, полиэтиленовой пленки. Затем для составления смешанной пробы из него отбирают какой-нибудь меркой (например,

стакан, банка) небольшой объем почвы и высыпают в чистый мешочек. Из всех отдельных образцов в смешанную среднюю пробу должно попасть приблизительно одинаковое количество почвы. Все пять проб ссыпают вместе, освобождают от камней, корней и других включений и тщательно перемешивают. После перемешивания из общей массы методом квартования (деление на четыере части и взятие одной или двух из них) отбирается 1,0—1,5 кг почвы, которая ссыпается в хлопчатобумажный или полиэтиленовый мешочек. Проба упаковывается и маркируется. Заполняется сопроводительный талон, вместе с которым проба отсылается в лабораторию на анализ.

Для изучения распределения концентраций металлов в почвах по глубине пробы отбираются из почвенных разрезов, сделанных до глубины 1 м по слоям 0—25 и 75—100 см. (В случае более углубленного изучения миграции металлов по профилю почвы пробы целесообразно отбирать до глубины 1,5—2,0 м по генетическим горизонтам). Отобранные по слоям пробы почвы обрабатываются так же, как и поверхностные пробы.

Ход анализа.

Поступившие в лабораторию пробы почвы высушивают до воздушно-сухого состояния на бумаге в тени. После высушивания проба почвы перетирается в большой фарфоровой ступке (без особых усилий) и просеивается через алюминиевое или капроновое сито с размером отверстий 1—2 мм. Непросеянные комки почвы растираются и вновь просеиваются, и так несколько раз. Из измельченной таким образом пробы методом квартования берется средняя проба примерно 200—300 г. Отобранную пробу почвы растирают в ступке, просеивают через капроновое сито с размером отверстий 0,25 мм и из нее отбирают примерно 10—20 г почвы. Эту пробу растирают в агатовой или яшмовой (холцедоновой) ступке до состояния пудры. Навеску в 1 г средней пробы почвы помещают в фарфоровый или кварцевый тигель, смачивают 10—15 каплями концентрированной серной кислоты и оставляют стоять 15—20 часов, затем ставят на песчаную баню до удаления паров SO_3 и прокаливают в муфеле при температуре 450—500° С, но не выше 700° С в течение часа. Прокаленную почву охлаждают в эксикаторе, растворяют в 2—3 приема в 10 мл 20% соляной кислоты при нагревании и фильтруют в мерный цилиндр или градуированную пробирку. Объем фильтрата доводят до 100 мл и тщательно перемешивают. Берут 5 мл полученного фильтрата и помещают в

ячейку для полярографирования, пропускают инертный газ, в течение 10—15 мин. и оставляют раствор на 3 мин., затем снимают дифференциальную полярограмму в следующем режиме: начальное напряжение — 0,4 В амплитуда развертки 0,9; диапазон тока 0,2—0,5 мкА, скорость наложения потенциала 0,5—1,0; задержка 3,5—4,0 сек.

Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика готовят стандартные образцы. Для этого в пробирки вносят стандартный раствор свинца: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,85; 1,0; 1,5; 2,0 мл. Объем раствора в пробирках доводят до 10 мл раствором 20% соляной кислоты. Это соответствует содержанию свинца в стандартах 1; 2; 3; 4; 5; 6; 8,5; 10; 15; 20 мкг. Полярографируют каждый стандарт в отдельности. По полученным данным строят калибровочный график в координатах «высота пика—концентрация свинца» в растворе, Калибровочный график сохраняет прямолинейность в интервале концентраций 0,05—2,0 мкг в мл раствора. Калибровочный график проверяют ежедневно до начала работы.

Расчет анализа.

Измеряют высоту пика (Ер= —0,65 в) и затем по калибровочному графику определяют концентрацию свинца в ячейке (в мкг на мл). Концентрацию свинца в почве определяют по формуле:

$$C = \frac{a}{в} \times V \text{ мг/кг, где}$$

C — концентрация свинца в почве, мг/кг,

a — концентрация свинца в полярографической ячейке, определения по калибровочному графику, мкг/мл,

в — вес почвы, взятый для анализа, г,

V — общий объем пробы, мл.

МЕТОДИКА ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХРОМА В ПОЧВЕ

Принцип и характеристика метода.

Методика основана на способности иона Cr^{+6} восстанавливаться на ртутном капельном электроде. Метод позволяет определить 0,5 мкг хрома в пробе. Определению не мешают все катионы, образующие со щелочью осадки гидроокисей, не растворимые в воде. Мешает определению Mn^{+7}, если его концентрация превышает концентрацию хрома в 20 раз.

Аппаратура и посуда.

Полярографы постоянного тока: LP-7 или LP-60, ПЭ-312 и др.

Полярографическая ячейка (комплект), анод- насыщенный каломельный электрод.

Баллон со сжатым газом: аргон или азот (осч.)

Муфельная печь

Водяная баня

Яшмовая ступка

Платиновые тигли

Фарфоровые чашки

Колбы мерные на 100 мл и на 1000 мл

Воронки стеклянные диаметром 7 см.

Реактивы и растворы

1. Гидроокись калия или лития (KOH или LiOH) — насыщенный раствор

2. Калий углекислый (K_2CO_3) — чда

3. Соляная кислота (HCl) — уд. вес 1,19

4. Соляная кислота — 1% раствор

5. Бихромат калия ($K_2Cr_2O_7$)

6. Стандартный раствор хрома готовят растворением 0,2826 г (перекристаллизованного и высушенного при 150° С) бихромата калия в дистиллированной воде в мерной колбе емкостью 1 л. Затем 10 мл этого раствора переносят (с помощью пипетки на 10 мл) в мерную колбу на 100 мл, доводят дистиллированной водой до метки. В 1 мл этого раствора содержится 10 мкг хрома.

Отбор проб

Отбор проб лучше проводить 2 раза в год: весной после освобождения земли от снега и осенью после уборки урожая. Для определения точек отбора проб почвы применяется азимутальный метод. Пробы отбираются вокруг источника загрязнения по 4 или 8 румбам. Сначала выбирается начальный румб, направление которого совпадает с направлением преобладающего ветра в годовой розе ветров. Расстояние точек отбора проб почвы от источника загрязнения (от забора предприятия) составляет 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20; 30,0; 50,0 км и на участке, не подверженном его влиянию. Количество точек отбора проб и их расстояние от источника загрязнения определяется целями исследования и дальностью распространения загрязнения. Положение точек отбора проб сначала отмечается на карте. Отмеченные точки служат опорными пунктами при выборе места отбора проб. Около предварительно фиксированных точек выбирается площадка размером примерно 2 га (200×100 м). Площадка должна быть однородной по почвенному покрову и растительности. Не следует брать пробы в местах, где поверхность почвы или растительность явно отличаются от основного фона площадки. С выбранной площадки отбирается смешанный образец почвы, состоящий из пяти проб, взятых по методу конверта (по углам площадки и в центре). Пробы отбираются лопатой или буром на глубину пахотного слоя (до 20—25 см). Почву отрезают лопатой отвесно в виде прямоугольной пластины, следят за тем, чтобы в каждый образец попало примерно такое количество почвы верхнего и нижнего ее слоев, которое пропорционально их мощности. Взятый образец тщательно перемешивают на листе фанеры или на куске брезента, полиэтиленовой пленки. Затем для составления смешанной пробы из него отбирают какой-нибудь меркой (например, стакан, банка) небольшой объем почвы и высыпают в чистый мешочек. Из всех отдельных образцов в смешанную среднюю пробу должно попасть приблизительно одинаковое количество почвы. Все пять проб ссыпают вместе, освобождают от камней, корней и других включений и тщательно перемешивают. После перемешивания из общей массы методом квартования (деление на четыре части и взятие одной или двух из них) отбирается 1,0—1,5 кг почвы, которая ссыпается в хлопчатобумажный или полиэтиленовый мешочек. Проба упаковывается и маркируется. Заполняется сопроводительный талон, вместе с которым проба отсылается в лабораторию на анализ.

Для изучения распределения концентраций металлов в почвах по глубине пробы отбираются из почвенных разрезов, сделанных до глубины 1 м по слоям 0—25 и 75—100 см. (В случае более углубленного изучения миграции металлов по профилю почвы пробы целесообразно отбирать до глубины 1,5—2,0 м по генетическим горизонтам). Отобранные по слоям пробы почвы обрабатываются так же, как и поверхностные пробы.

Ход анализа.

10 грамм воздушно-сухой почвы, растертой в яшмовой ступке до состояния пудры, помещают в платиновый тигель, прибавляют 50,0 г плавня (K_2CO_3) и тщательно перемешивают с почвой. Тигель помещают в холодную муфельную печь и нагревают. Сплавление производят при 800—1000° С. Сплав выщелачивают из тигля следующим образом: приливают 200 мл HCl, разбавленной в соотношении 1 : 1 и выпаривают досуха. Затем осадок смачивают несколькими каплями HCl и выпаривают. Такую обработку нужно провести два раза. Для осаждения кремневой кислоты к высушенному осадку добавляют по каплям концентрированную соляную кислоту до равномерного смачивания осадка и оставляют на 3—5 минут. После этого приливают 500 мл горячей дистиллированной воды, перемешивают, закрывают стеклом (чтобы не было испарения раствора), ставят на водяную баню на 10—20 минут до полного растворения солей. Затем раствор фильтруют через фильтр с белой лентой диаметром 9—11 см. Осадок в чашке промывают 2—3 раза горячим 1% раствором HCl. Промывая осадок декантацией, его постепенно переносят на фильтр. Фильтрат собирают и выпаривают до объема 3—4 мл с последующим перенесением в мерную пробирку на 10,0 мл и доводят 1% HCl до объема 5 мл. К 5 мл фильтрата прибавляют 5 мл насыщенного раствора щелочи (КОН). Аморфный осадок отфильтровывают через крупнопористый фильтр, 5 мл фильтрата помещают в полярографическую ячейку, продувают инертным газом 15 минут и оставляют на 3 минуты. Снимают полярограмму в интервале потенциалов —0,4 — —1,6 вольт, при чувствительности полярографа (марки Р-7) 0,2—1,0, компенсации емкостного тока 0,1—0,7, показателя демпфирования 2 или 3, скорости наложения потенциалов 100—400 мв/мин. Измеряют высоту волны, имеющей $E^1/_2$=—1,0 В.

Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика готовят стандартные образцы. Для этого в пробирки вносят стандартный

раствор хрома: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,85; 1,0 мл. Объем раствора в пробирках доводят до 10 мл насыщенным раствором КОН. Это соответствует содержанию хрома в стандартах 1; 2; 3; 4; 5; 6; 8,5; 10 мкг. Полярографируют каждый стандарт в отдельности, измеряют высоту волны (при $E = -1{,}1 - -1{,}15$ В), строят калибровочный график. Прямолинейность графика сохраняется в интервале концентраций 0,05—1,0 мкг/мл. Калибровочный график проверяется ежедневно до начала работы.

Расчет анализа.

Измеряют высоту пика испытуемого раствора и затем по калибровочному графику определяют концентрацию хрома в ячейке (мкг/мл). Концентрацию хрома в почве определяют по формуле: $C = a \times У$, где:

а — концентрация Cr^{+6} в ячейке (мкг/мл), найденная с помощью калибровочного графика,

У — коэффициент, учитывающий общий объем пробы и навеску почвы, взятой для анализа $У = 1$.

МЕТОДИКА

спектрофотометрического определения ртути в почве

Принцип и характеристика метода

Метод основан на отгонке ртути в трубках типа Пемфильда с последующим растворением ее в азотной кислоте и количественным определением с дитизоном. Метод позволяет определить $1 \cdot 10^{-5}$% ртути в пробе. Метод специфичен.

Аппаратура и посуда

Спектрофотометр СФ-4А

Трубка Пемфильда (трубка Саукова) (одна трубка на определение).

Делительные воронки на 50 и 100 мл.

Воронка с длинным концом (длина 30 см, диаметр 0,4—0,5 см) для перенесения почвы в нижний шарик трубки.

Газовая или бензиновая горелка.

Колбы мерные на 100 мл.

Реактивы и растворы

1. Двуокись свинца, чда
2. Азотная кислота, хч, концентрированная, уд. вес. 1,40
3. Калий марганцовокислый, чда, 0,1 н раствор
4. Серная кислота, хч, 1 н раствор
5. Перекись водорода, чда, 3% раствор
6. Азотная кислота, хч, 1 н раствор
7. Трилон Б — 1% раствор
8. Натрий сернистокислый, чда, 20% раствор
9. Хлороформ марки «Для наркоза» (без фосгена)
10. Дитизон 0,001% раствор в хлороформе (запасной раствор, сохраняется в холодильнике при температуре +5° С, не изменяет титр в течение нескольких месяцев).
11. Дитизон, 0,0005% раствор в хлороформе (готовится из запасного раствора). Сохраняется в холодильнике при температуре +5° С. Все растворы, содержащие хлороформ, следует защищать от действия света.
12. Основной стандартный раствор ртути. 0,018 г желтой окиси ртути растворяют в небольшом количестве 1 н раствором серной кислоты (окись ртути растворяется мед-

ленно) в мерной колбе на 100 мл. После растворения окиси ртути раствор доводят до метки 1 н раствором серной кислоты. Полученный раствор содержит 100 мкг ртути в 1 мл. Он устойчив несколько месяцев.

13. Рабочий раствор ртути с содержанием ртути 1 мкг в мл. Отбирают в мерную колбу на 100 мл 1 мл основного раствора и доводят до метки 1 н раствором азотной кислоты. Этот раствор устойчив только одни сутки.

Отбор проб

Точки отбора проб почвы выбираются в каждом конкретном случае с учетом характера и мощности ртутных выбросов в окружающую среду и определяются местными органами государственного санитарного надзора. Отбор проб почвы в каждой точке осуществляется на глубину пахотного слоя (20—25 см) буром или лопатой по методу конверта (в 5-ти точках по 0,5—1,0 кг почвы на площади 100 м^2). Из 5 отобранных проб готовится средняя проба весом до 1 кг и доставляется в лабораторию для исследования.

Ход анализа

Навеску воздушно-сухой почвы в 1 г смешивают с 0,25 г двуокиси свинца и через воронку переносят в нижний шарик трубки Пемфильда. Пробу нагревают сначала на коптящем пламени, затем в окислительном пламени газовой или бензиновой горелки до красного накаливания в положении 10—15° к горизонтальной плоскости. Время отгонки 5—6 мин. После этого нижний шарик трубки отплавляется (с помощью горелки) и выбрасывается, а в оставшуюся запаянную с конца трубку наливают 1 мл концентрированной азотной кислоты. Дают постоять несколько минут для растворения отогнанной ртути. Раствор ртути сливают в делительную воронку, трубку обмывают несколько раз таким количеством воды, чтобы получить в воронке среду 1 н по азотной кислоте (около 18 мл). К раствору добавляют по каплям 0,1 н раствор марганцовокислого калия до появления розовой окраски, которую устраняют каплей 3% раствора перекиси водорода. К раствору в делительной воронке приливают 1 мл 1% раствора трилона Б и 4 мл 20% раствора сернистокислого натрия. Экстрагируют ртуть в течение 1 мин. 4 мл 0,0005% раствора дитизона в хлороформе. Тщательно протирают носик делительной воронки фильтром. Затем измеряют величину оптической плотности дитизонатов ртути при длине

волны 490 ммк в сравнении с холостой пробой, приготовленной аналогичным образом. Количество ртути определяется по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов. В делительные воронки вносят 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл рабочего раствора ртути. Доводят объем жидкости в каждой делительной воронке до 18 мл 1 и раствором азотной кислоты. Последовательно приливают все реактивы как указано выше. Экстрагируют ртуть 4 мл 0.0005% раствора дитизона в хлороформе и колориметрируют аналогично пробе.

Расчет анализа

Измеряют оптическую плотность раствора и затем по калибровочному графику определяют концентрацию ртути в кювете (в мкг на 4 мл).

Концентрацию ртути в почве определяют по формуле:

$$C = \frac{a}{в} \text{ мг/кг, где}$$

C — концентрация ртути в почве, мг/кг.

а — количество ртути в пробе, найденное по калибровочному графику, мкг.

в — навеска почвы, г.

МЕТОДИКА

определения кельтана в почве хроматографией в тонком слое

Принцип и характеристика метода

Метод основан на экстракции пестицида из пробы почвы н-Гексаном, очистке экстракта, его концентрировании и последующем хроматографировании в тонком слое окиси алюминия. Подвижной фазой служит смесь гексана и ацетона (3 : 1). Место локализации препарата обнаруживают после опрыскивания пластинок раствором аммиаката серебра в ацетоне с последующим ультрафиолетовым облучением. Количественное определение проводится путем измерения площадей пятен проб и стандартных растворов. Метод позволяет определить 0,5 мкг кельтана в пробе почвы, полнота определения 90±10%. Метод специфичен.

Аппаратура и посуда.

Колбы конические с притертыми пробками на 700 мл.
Колбы круглодонные на 100 мл.
Воронки делительные на 250 мл.
Воронки для фильтрования ∅ 10 см.
Аппарат для встряхивания.
Прибор для отгонки растворителя.
Камера для хроматографирования.
Баня водяная.
Микропипетки для нанесения стандартных растворов.
Колбы мерные на 25 мл.
Пипетки или шприцы для нанесения проб.
Груши лабораторные для пипеток.
Пульверизатор стеклянный.
Ртутно-кварцевая лампа.

Пластинки для хроматографирования. Тщательно промытую водой, хромовой смесью, водопроводной и дистиллированной водой и высушенную стеклянную пластинку 9×12 см протирают этиловым спиртом или эфиром и покрывают сорбционной массой. Массу для пластинок готовят следующим образом: 50 г окиси алюминия смешивают в фарфоровой ступке с 5 г медицинского гипса, прибавляют 75 мл дистиллированной воды и перемешивают в ступке или

колбе до образования однородной массы. 10 г сорбционной массы равномерно распределяют по всей поверхности пластинки путем ее покачивания. Сушат пластинки при комнатной температуре 18—20 часов и хранят в эксикаторе.

Реактивы и растворы

1. н-Гексан, чда
2. Ацетон, чда
3. Окись алюминия II степени активности для хроматографии
4. Гипс медицинский
5. Натрий сернокислый безводный, хч
6. Раствор аммиака, 25%
7. Серебро азотнокислое, чда
8. Кислота серная, чда, концентрированная, уд. вес 1,84
9. Проявляющий реактив. 1,5 г азотнокислого серебра растворяют в 30 мл дистиллированной воды, прибавляют 70 мл ацетона и 3—4 капли раствора аммиака. Готовят в день употребления. На пластинку 9×12 см расходуется 8—10 мл раствора.
10. Стандартный раствор кельтана. 1 мг/мл. 25 мг кельтана растворяют в 25 мл ацетона. Хранят в холодильнике в плотно закрытой склянке.

Отбор проб

С выбранного участка отбирают смешанный образец почвы, состоящий из пяти проб, взятых по методу конверта или по диагонали. Пробы отбирают лопатой или буром на глубину пахотного слоя (20 см). Почву отрезают лопатой отвесно в виде прямоугольной пластины. Следят за тем, чтобы в каждый образец попало примерно такое количество почвы верхнего и нижнего слоев, которое пропорционально их мощности. Взятый образец тщательно перемешивают на листе фанеры или на куске брезента, полиэтиленовой пленки. Затем для составления смешанной пробы из него отбирают какой-нибудь меркой (например, банка, стакан) небольшой объем почвы и высыпают в чистый мешочек. Из всех отдельных образцов в смешанную среднюю пробу должно попасть приблизительно одинаковое количество почвы. Все пять проб ссыпают вместе, освобождают от камней, корней и других включений и тщательно перемешивают. После перемешивания из средней массы почвы методом квартования отбирают 1,0—1,5 кг почвы. Проба упаковывается в хлопчатобумажный или полиэтиленовый мешочек, заполняется сопроводи-

тельный талон, вместе с которым проба отсылается в лабораторию на анализ.

Для изучения распределения пестицида по профилю почвы, пробы отбирают из почвенных разрезов, сделанных до глубины 1 м через каждые 10 см или по слоям 0—25 и 75—100 см. Отобранные по слоям пробы почвы обрабатываются так же, как и поверхностные пробы.

Ход анализа

Поступившие в лабораторию пробы почвы высушивают до воздушно-сухого состояния на бумаге в тени. После высушивания проба почвы перетирается в фарфоровой ступке и просеивается через почвенное сито с размером отверстий 0,5 мм. Навеску в 100 г средней пробы почвы помещают в коническую колбу на 700 мл; заливают н-Гексаном до покрытия пробы и экстрагируют в течение часа на аппарате для встряхивания. Вытяжку фильтруют через бумажный фильтр, не перенося на него почву; оставшуюся в колбе почву дважды промывают н-гексаном, перемешивая ее стеклянной палочкой. Полученные экстракты объединяют, переносят в делительную воронку, прибавляют 10 мл серной кислоты и осторожно встряхивают несколько раз. Отделяют органический слой и повторяют обработку до тех пор, пока кислота не станет бесцветной. Сушат экстракт над безводным сернокислым натрием и отгоняют растворитель в приборе для отгонки до небольшого объема (0,3—0,5 мл).

Исследуемую пробу наносят пипеткой на хроматографическую пластинку. Пластинку помещают в камеру для хроматографирования. После окончания разгонки пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут для испарения растворителя. Далее пластинку опрыскивают проявляющим реактивом и облучают ультрафиолетовым светом до четкого проявления пятен стандарта (10—15 мин.) Величина Rf кельтана на окиси алюминия равна 0,62.

Построение калибровочного графика

На пластинку для хроматографирования наносят стандартный раствор кельтана (1 мг/мл) в объеме 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 мл, что соответствует 10, 20, 30, 40, 50 мкг препарата, а также разведение стандартного раствора 1 : 10 в объемах 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 мл, что соответствует 2, 4, 6, 8 мкг. Пластинки хроматографируют и обрабатывают так же, как и исследуемые пробы. Определяют площади пятен и

по полученным данным строят калибровочный график. Он сохраняет прямолинейность в интервале концентраций 0,05—50 мкг кельтана в пробе.

Расчет анализа

Измеряет площадь пятна пробы на пластинке для хроматографии и по калибровочному графику определяют количество кельтана в пробе. Концентрацию кельтана в почве рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{a}{в} \times 1000, \text{ где}$$

C — концентрация кельтана в почве, мг/кг

а — количество препарата в пробе почвы, определенное по калибровочному графику, мкг.

в — масса почвы, взятой для анализа, г.

1000 — коэффициент для пересчета на 1 кг почвы.

gost.e-ecolog.ru