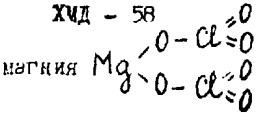
"У Т В Е Р Ж Д А Ю"
ЗАМ. ГЛАВНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
САНИТАРНОГО ВРАЧА С С С Р
А.И.ЗАИЧЕНКО

" 22 " октября 1981г.
№ 2472-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ХЛОРАТА МАГНИЯ В ПОЧВЕ, ВОДЕ, РАСТЕНИЯХ (ПОДСОЛНЕЧНИКЕ, ЛУКЕ) И ВОЗДУХЕ ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИМ И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ (ТСХ) МЕТОДАМИ.

I.Краткая характеристика пестицида.

ХМД - 58

Хлорат магния 

$Mg(ClO_3)_2 \cdot 6H_2O$
Мол.масса 299,294

Дефал - эйт, магарон, орто МС

Препарат представляет собой пластинки (чешуйки) серого или светло-коричневого цвета. Содержит 60 ± 2 % действующего вещества (гексагидрата хлората магния) и до 40% хлоридов магния и натрия. Безопасен в пожарном отношении. Малотоксичен. $ЛД_{50}$ для различных животных 3,4 - 6,7 г/кг. Пороговая концентрация при длительном ингаляционном поступлении 0,56 г/м^3. Химически чистый хлорат магния (ГОСТ 1083-77) бесцветное, кристаллическое вещество, нелетучий, гигроскопичен, без запаха. Хорошо растворяется в воде (56,5 % при 18°С), спирте, ацетоне. При 35° плавится с выделением воды. Малотоксичен по внешней среде.

ПДК в воздухе рабочей зоны - 10 мг/м^3

Применяется для дефолиации и десикации сельскохозяйственных

gost.e-ecolog.ru

культур (хлопчатника, риса, кукурузы, винограда и др.) незадолго до уборки урожая.

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ХЛОРАТА МАГНИЯ

2.I. Методика определения остаточных количеств хлората магния в почве, воде, растениях (подсолнечнике, луке) и в воздухе рабочей зоны полярографическим методом (I)

2.I.I. Основные положения

2.I.I.I. Принцип метода

В основе метода лежат следующие операции: I) извлечение хлората магния из пробы водой; 2) упаривание раствора и мокрое сжигание органических веществ в случае анализа почвы и воды, а при анализе растений (подсолнечник, лук) - отделение хлорат-ионов (ClO_3^-) от органических веществ на анионите АВ-I7, разрушение оставшихся на анионите органических веществ 30 % перекисью водорода, элюирование хлорат-иона раствором серной кислоты; 3) получение полярографической каталитической волны иона, возникающей в присутствии оксалатного комплекса титана(IУ).

В растворе с концентрацией титана(IУ) $I0^{-3}$ М, щавелевой кислоты 0,4 М и серной кислоты 0,4 М наблюдается прямолинейная зависимость высоты каталитической волны от содержания хлорат-ионов в пределах его концентраций от 2,5 . $I0^{-5}$ до 5 . $I0^{-4}$ моль/л.

2.I.I.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых содержаний 0,4-3 мг/л воды, 2-I6 мг/кг почвы, I-I0 мг/м^3 воздуха, 4-20 мг/кг растительной массы.

Нижняя граница определяемых содержаний I00 мкг: 0,4 мг/л воды, 2 мг/кг почвы, I мг/м^3 воздуха, 4 мг/кг растительной массы.

Таблица I

Метрологическая характеристика полярографического определения хлората магния в почве

№ п/п	хлорат-ион, мг/100 г почвы					
	Внесено*	n	$\bar{c}$	S	S_r	$\bar{c} \pm \delta$ (p=0,95)
I	0,20	6	0,22	0,0232	0,II	0,22±0,02
2	0,40	7	0,4I	0,034I	0,08	0,4I±0,03
3	0,60	6,	0,57	0,0200	0,04	0,57±0,02

*В пересчете на гексагидрат хлората магния в мг/кг: I-3,58; 2-7,I7; 3-I0,75

Таблица 2

Метрологическая характеристика полярографического определения хлората магния в воздухе

№ п/п	хлорат-ион, мг/100 л воздуха					
	Внесено*	n	$\bar{c}$	S	S_r	$\bar{c} \pm \delta$ (p=0,95)
I	0,05	9	0,058	0,0I06	0,I8	0,058±0,008
2	0,40	II	0,42	0,0222	0,05	0,42±0,0I
3	0,60	I0	0,59	0,0I92	0,03	0,59±0,0I

*В пересчете на гексагидрат хлората магния в мг/м^3: I-0,90; 2-7,I7; 3-I0,75

Таблица 3

Метрологическая характеристика полярографического определения хлората магния в подсолнечнике

№ п/п	хлорат-ион, мг/100 г растения					
	Внесено*	n	$\bar{c}$	S^2	S_n	$\bar{c}\pm\delta$ ($p=0,95$)
1	0,20	4	0,18	0,0100	0,06	0,18±0,02
2	0,40	4	0,40	0,0096	0,02	0,40±0,02
3	0,60	4	0,57	0,0173	0,03	0,57±0,03

*В пересчете на гексагидрат хлората магния в мг/кг: 1-3,58; 2-7,17; 3-10,75.

2.1.1.3. Избирательность метода в присутствии пестицидов близких по химическому строению и области определения.

Метод селективен к хлорату магния

2.1.2. Реактивы и материалы.

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, H_2SO_4 х.ч., 4 М и 1 М водные растворы

Кислота щавелевая, ГОСТ 22180-76, $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$, ч.д.а., 0,5 М водный раствор

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, HCl, х.ч., 2 М водный раствор

Аммоний роданистый, ТУ 6-09-4708-79, NH_4CNS, х.ч., 5% водный раствор

Перекись водорода 30% (пергидроль) ГОСТ 10929-76, H_2O_2, х.ч.

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277-75, $AgNO_3$, ч.д.а. 1% водный раствор

Фенолфталеин, ГОСТ 5850-72, ч.д.а. 1% спиртовый раствор

Титания сернокислый, $TiOSO_4 \cdot 2aq$, ТУ 6-09-01-279-75, ч., $2,5 \cdot 10^{-2}$ М водный раствор: навеску 0,4900 г. растворяют в 50 мл 4 М H_2SO_4 при нагревании, охлаждают, раствор переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки водой.

Калий хлорноватокислый, ТУ 6-09-4247-80, $KClO_3$, технический (перекристаллизованный), стандартные растворы хлорноватокислого калия в

воде с содержанием хлорат-иона I мг/мл и 0,I мг/мл.

Ртуть металлическая ГОСТ 4658-49

Дистиллированная вода ГОСТ 6709-72

Анионит АВ-I7 ТУ 6-09-5-76 в OH^- форме готовят следующим образом: несколько граммов анионита заливают дистиллированной водой и оставляют на сутки. Затем анионит помещают в колонку (толщина слоя 30 мм), промывают раствором 2 М соляной кислоты для удаления ионов железа (до отрицательной реакции с роданидом аммония), затем промывают водой для удаления хлор-ионов (до отрицательной реакции с азотнокислым серебром). Для перевода анионита в OH^- форму через колонку пропускают I5 мл 5% раствора едкого натра со скоростью I-2 капли в секунду. От избытка щелочи отмывают дистиллированной водой (отрицательная реакция с фенолфталеином). Анионит готов к работе.

Все растворы устойчивы во времени с большим сроком хранения.

2.I.3. Приборы, аппаратура и посуда

Колбы конические емкостью 50 и I000 мл, ГОСТ I0394-72

Колбы мерные емкостью 25 и I00 мл, ГОСТ I770-74

Цилиндры мерные емкостью 25 и 250 мл, ГОСТ I770-74

Пипетки градуированные емкостью I, 2, 5 и I0 мл, ГОСТ 20292-74

Бюретки с краном емкостью 25 мл, ГОСТ 20292-74

Чашки фарфоровые емкостью 200 и 500 мл, ГОСТ 9I47-73

Воронки стеклянные диаметр 40 и I50 мм, ГОСТ 86I3-64

Фильтры бумажные, ТУ 6-09-I706-77

Фильтры АФА-В-I8

Баня водяная

Аспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-I-822-77, модель 822

Весы аналитические 2 класса

Термостат

Секундомер

Полярограф постоянного тока (серийного выпуска)

Полярографическая ячейка

Баллон с азотом, ГОСТ 9293-74

2.I.4. Отбор пробы

Отбор проб производится в соответствии с унифицированными правилами отбора проб с/х продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов, утвержденными заместителем Главного государственного санитарного врача СССР. 2I.08-79 г. за № 2051-79.

Почва: Из I кг воздушно сухой измельченной почвы отбирают среднюю пробу I00 г.

Вода: Отбирают пробу воды в количестве 500 мл

Растения: Отбирают I00 г измельченной зеленой массы подсолнечника (листья, стебли, корзинки) или лука (репчатого)

Воздух: с помощью аспиратора через фильтр АФА-В-I8 пропускают 5-I0 литров воздуха со скоростью 5-I0 литров в минуту. Фильтр с отобранной пробой складывают вчетверо и помещают в коническую колбу с притертой пробкой емкостью 50 мл

2.I.5. Подготовка к определению

Почва, вода.

Пробу почвы помещают в коническую колбу на I000 мл, добавляют 500 мл дистиллированной воды, встряхивают в течение 3 мин и фильтруют через складчатый бумажный фильтр. Первую мутную порцию фильтрата пропускают через фильтр вторично. Замеряют объем фильтрата для дальнейшего пересчета полученных результатов на 500 мл. В случае определения хлората магния в природной воде берут пробу воды. Фильтрат или пробу воды выпаривают досуха в фарфоровой чашке на водяной бане. Сухой остаток обрабатывают 2-3 раза 30% перекисью водорода и снова выпаривают досуха на водяной бане. К плотному остатку добавляют I0 мл 0,5 М щавелевой кислоты и 2 мл 4 М серной кислоты и нагревают на водяной бане I-2 мин для разрушения карбонатов. Содержимое чашки после охлаждения переносят в мерную колбу на 25 мл, в которую предварительно вносят I мл 2,5.I0^{-2} М раствора сернокислого

титанила. Фарфоровую чашку споласкивают два раза порциями по 5 мл раствора 0,5 М щавелевой кислоты, добавляя ее затем к раствору в мерной колбе, доводят объем раствора до 25 мл водой, раствор переносят в полярографическую ячейку и снимают интегральную полярограмму (рис.I).

Растения.

Пробу подсолнечника или лука помещают в коническую колбу на 1000 мл, добавляют 500 мл дистиллированной воды, встряхивают в течение 2 минут и фильтруют через складчатый бумажный фильтр. Первую, мутную порцию фильтрата пропускают через фильтр вторично. Замеряют объем фильтрата для дальнейшего пересчета полученных результатов на 500 мл. Фильтрат пропускают через колонку с анионитом АВ-17 в OH^- форме со скоростью 1-2 капли в секунду. После пропускания экстракта из подсолнечника или лука через колонку ее промывают несколько раз горячей водой, затем пропускают 10-20 мл 30% перекиси водорода (пергидроль) и повторно промывают колонку несколько раз горячей дистиллированной водой. Элюируют хлорат-ионы 16-ью мл 1 М серной кислоты со скоростью 1 капля в секунду и заканчивают операцию, пропуская через колонку 10 мл дистиллированной воды. Взятое количество серной кислоты создает необходимое pH полярографируемого раствора. Элюат переносят в мерную колбу на 50 мл, в которую предварительно вносят 2 мл $2,5.10^{-2}$М раствора сернокислого титанила, добавляют 20 мл 0,5 М щавелевой кислоты, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Раствор переносят в полярографическую ячейку и снимают интегральную полярограмму (рис.I).

Для дальнейшего пользования колонкой после элюирования хлорат-ионов колонку промывают 5-6 раз водой и переводят анионит в OH^- форму как описано выше.

Воздух.

Фильтр с пробой помещают в фарфоровую чашку, обрабатывают 10 мл 0,5 М щавелевой кислоты. Смыв переносят в мерную колбу на 25

мл, куда предварительно вносят I мл $2,5.10^{-2}$ М раствора сернокислого титанила и 2 мл 4 М серной кислоты. Фильтр в чашке промывают два раза дистиллированной водой порциями по 5 мл, добавляя их в мерную колбу. Доводят объем водой до метки.

2.I.6. Проведение определения

Полярографическое определение хлорат-иона проводят на самопишущем автоматическом полярографе постоянного тока. В качестве индикаторного электрода используют ртутный капающий электрод (катод) с постоянной скоростью истечения ртути от I5 до 20 капель в минуту. Анодом служит ртутное дно или каломельный электрод (выносной насыщенный каломельный полуэлемент). Скорость поляризации 4 мВ/с. Интервал напряжения поляризации от + 0,05 В до - 0,7 В относительно насыщенного каломельного электрода. Перед записью полярограммы исследуемый раствор термостатируют $(25 \pm 0,5)^0$ С и продувают током азота (аргона или электролитического водорода) в течение I5 минут для удаления растворенного кислорода.

Растворы хлорноватокислого калия для построения градуировочного графика готовят следующим образом: навеску хлорноватокислого калия 0,I469 г растворяют в мерной колбе дистиллированной водой в I00 мл, что соответствует содержанию хлорат-ионов 0,I мг/мл. I0 мл предыдущего раствора разбавляют водой в мерной колбе до I00 мл. В мерные колбы на 25 мл вносят I мл $2,5.10^{-2}$ М раствора сернокислого титанила. В каждую из колб вносят соответственно I и 2 мл раствора с содержанием хлорат-ионов 0,I мг/мл и 0,4 , 0,6 и 0,8 мл раствора с содержанием хлорат-ионов I мг/мл, добавляют 20 мл 0,5 М щавелевой кислоты, 2 мл 4 М серной кислоты и доводят водой до метки. Приготовленные таким образом растворы содержат 0,I, 0,2, 0,4, 0,6 и 0,8 мг хлорат-ионов в 25 мл, что соответствует его содержанию в I,0 г почвы, 5,0 мл анализируемой воды или I00 л воздуха. Приготовленные растворы заливают в ячейку, термостатируют $(25 \pm 0,5)^0$ и продувают током азота в течение I5 минут. Записывают полярографическую по-

лярограмму при чувствительности прибора 20 и скорости изменения напряжения 4 мВ/с в интервале напряжения от + 0,05 до - 0,7 В (насыщенный каломельный электрод). По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси ординат высоту полярографической волны в мм, а на оси абсцисс - содержание хлорат-ионов в мг на 100 г почвы, 500 мл воды или 100 л воздуха (рис.2, кривая I).

При анализе подсолнечника или лука, т.к. выход хлорат-ионов, пропущенных через анионит составляет 90%, то необходимые для построения градуировочного графика количества хлората калия добавляют к экстракту подсолнечника (лука)(без хлорат-ионов) и пропускают через анионит. К экстракту, полученному встряхиванием 100 г пробы (не содержащей хлората магния) с 500 мл воды в течение двух минут, добавляют соответственно 2 мл стандартного раствора с содержанием хлорат-ионов 0,1 мг/мл и 0,4, 0,6, 0,8 и 1 мл раствора с содержанием хлорат-ионов 1 мг/мл. Растворы пропускают через колонку с анионитом в OH^- форме, колонку обрабатывают перекисью водорода и элюируют хлорат-ионы 1 М серной кислотой как указано выше. Полученные элюаты переносят в мерные колбы на 50 мл, куда предварительно помещают 2 мл $2,5 \cdot 10^{-2}$ М раствора сернокислого титанила, добавляют 20 мл 0,5 М щавелевой кислоты и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Приготовленные таким образом растворы содержат 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 и 1 мг хлорат-ионов в 50 мл, что соответствует его содержанию в 100 г растительной пробы. Приготовленный раствор заливают в ячейку, термостатируют и продувают током азота в течение 15 минут. Записывают интегральную полярограмму при чувствительности прибора 20 и скорости изменения напряжения 4 мВ/с в интервале напряжения от + 0,05 до - 0,7 В (насыщенный каломельный электрод). По полученным данным строят градуировочный график (рис.2, кривая 2), откладывая на оси ординат высоту полярографической волны в мм, а на оси абсцисс - содержание хлорат-ионов в мг на 100 г растения.

2.I.7. Запись полярограммы и обработка результатов анализа

Заливают в полярографическую ячейку раствор, подготовленный для анализа пробы, и проводят запись полярограммы как описано выше. Измеряют высоту полярографической волны h и по градуировочному графику определяют содержание хлорат-ионов (А). В случае анализа почв и растений пересчитывают содержание хлорат-ионов на 500 мл вытяжки ($A_I = \frac{A \cdot 500}{V}$, где V - объем фильтрата), что соответствует содержанию хлорат-ионов в I00 г образца. Величина А соответствует 500 мл воды или I00 л воздуха.

Содержание хлората магния в исследуемом образце рассчитывают следующим образом: $C = A_I \cdot I,792$. I0 мг/кг почвы или растительной массы; $C = A \cdot I,792 \cdot 2$ мг/л воды и $C = A \cdot I,792 \cdot I0$ мг/м^3 воздуха.

I,792 - коэффициент пересчета хлорат-иона на гексагидрат хлората магния

2.2. Методика определения остаточных количеств хлората магния в воздухе рабочей зоны методом ТСХ (2)

2.2.I. Основные положения

2.2.I.I. Принцип метода

Метод основан на аспирационном отборе пробы аэродисперсных примесей хлората магния на фильтр АФА-ВП-I0 из определенного объема воздуха с последующим хроматографическим определением препарата на пластинках "Silufol" в системе этанол:ацетон:аммиак (40:40:20). Хлорат магния в виде лимонно-желтых пятен проявляют последовательно 0,3% раствором бензидина в соляной кислоте, а затем I0% серной кислотой.

2.2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых содержаний 0,I -4,0 мг/м^3

Нижняя граница определяемых содержаний I мкг, 0,I мг/м^3

Таблица I

Метрологическая характеристика ТСХ метода определения хлората магния

№ п/п	гексагидрат хлората магния, мг/м^3					
	Внесено	n	$\bar{C}$	S	S_r	$\bar{C}\pm\delta(p=0,95)$
I	0,4	5	0,38	0,0044	0,012	0,38±0,01
2	7,0	8	6,82	0,0151	0,002	6,82±0,02
3	I2,0	7	II,69	0,0552	0,005	II,69±0,07

2.2.I.3. Избирательность метода в присутствии пестицидов близких по химическому строению и области применения

Метод селективен к хлорату магния.

2.2.2. Реактивы и материалы

Хлорат магния, ГОСТ I0483-77, $Mg(ClO_3)_2.6H_2O$

Окись алюминия для хроматографирования II степени активности, МРТУ 6-09-5296-68, Al_2O_3, просеять через сито 70-90 меш.

Кальции сернокислый б/в, ГОСТ 3210-66, $CaSO_4$, ч.д.а., просеять через сито 70-90 меш. Сушить в сушильном шкафу при температуре I50°С в течение 20 часов. Хранить в склянке с притертой пробкой.

Бензидин, ТУ 6-09-I0-I3I0-78, $C_{I2}H_{I2}N_2$, ч.д.а.

Кислота соляная, ГОСТ 3II8-77 HCl, х.ч.

Ацетон, ГОСТ 2603-79, C_3H_6O, ч.д.а., применять свежеперегнанный.

Спирт бутиловый нормальный, ГОСТ 6006-78, $C_4H_{I0}O$, ч.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67, C_2H_6O

Аммиак водный (25%), ГОСТ I0.9.29-76, NH_4OH, ч.

Стандартный раствор № I хлората магния в дистиллированной воде. Для его приготовления навеску хлората магния 0,4I66 г. растворяют в мерной колбе в I00 мл дистиллированной воды. Раствор № I содержит в I мл - 2,5 мг хлората магния.

Рабочий раствор № 2 хлората магния. Готовят путем смешивания с ацетоном I мл раствора № I хлората магния в мерной колбе емкостью 50 мл, доводя объем ацетоном до метки. Раствор содержит в I мл 0,05 мг хлората магния.

Проявляющий раствор № I – 0,5% раствор бензидина в 2 М соляной кислоте. Готовят растворением в 2 М соляной кислоте 0,25 г бензидина в мерной колбе емкостью 50 мл, доводя объем до метки 2 М соляной кислотой.

Проявляющий раствор № 2 – 10% водный раствор серной кислоты.

Проявляющий раствор № 3 – концентрированная серная кислота.

Для приготовления 5 хроматографических пластинок берут 50 г окиси алюминия, 5 г. сернокислого кальция, растворяют в фарфоровой ступке и постепенно добавляют 75 мл дистиллированной воды. Смесь тщательно перемешивают и наносят тонким слоем на хроматографические пластинки.

2.2.3. Приборы, аппаратура и посуда

Денситометр "БИАН-170"

Аспиратор для отбора проб воздуха, ТУ 64-I-822-77, модель 822

Пластинки "Silufol".

Фильтры АФА-ВП-10

Фильтры для тонких осадков, ТУ 6-09-1678-77.

Пульверизаторы стеклянные.

Хроматографические стеклянные пластинки

Камера для хроматографирования

Электротепловентилятор типа "Луч" ГОСТ 17083-71

Весы аналитические 2 класса

Сушильный шкаф тип 2В-151

Баня водяная

Капилляры стеклянные

Конические пробирки емкостью 10 мл, ГОСТ 10515-63

Стаканы емкостью 100 мл ГОСТ 10394-72

Колбы конические емкостью 50 мл, ГОСТ 10394-72

2.2.4. Отбор пробы

С помощью аспиратора через фильтр АФА-ВП-10 пропускают 5-10 литров воздуха со скоростью 5-10 литров в минуту. Фильтр с отобранной пробой складывают вчетверо и помещают в коническую колбу с притертой пробкой емкостью 50 мл.

2.2.5. Подготовка к определению

Фильтр с отобранной пробой помещают в колбу на 50 мл, заливают этиловым спиртом в количестве 10 мл и экстрагируют в течение 3-5 минут 3 раза путем интенсивного встряхивания. Экстракты объединяют и при наличии взвеси (осадка) фильтруют через фильтр в стакан емкостью 100 мл. Колбу и фильтр промывают небольшим количеством этилового спирта. Полученный экстракт упаривают до объема 1-2 мл. Остаток количественно переносят в коническую пробирку емкостью 10 мл этиловым спиртом в количестве 2-3 мл.

В пробирку для равномерного кипения помещают стеклянный капилляр, заплавленный в верхней части и удаляют растворитель на водяной бане до объема 0,1 - 0,2 мл. Параллельно упаривают до такого же объема пробы этилового спирта по 30 мл, в которые предварительно вносят 2,5, 5, 10 и 20 мкг хлората магния ("свидетели").

2.2.6. Проведение определения.

Обработанные пробы количественно наносят на стартовую линию хроматографической пластинки "Silufol" этиловым спиртом. Для уменьшения размеров пятна (не более 1 см) можно использовать сушку пластинки током теплого воздуха с помощью электровентилятора.

Развивают пластинку в системе подвижных растворителей: этиловый спирт-ацетон-аммиак (40:40:20).

После поднятия фронта растворителя на высоту 10 см пластинку высушивают в вытяжном шкафу и опрыскивают проявляющими растворами № 1, после высушивания на воздухе обрабатывают раствором № 2. Затем

пластинку помещают в сушильный шкаф на I минуту при температуре I00°С.

Хлорат магния проявляется в виде лимонно-желтых пятен на белом фоне. R_f = 0,88 ± 0,04. Пятна стабильны в течение I5-20 минут.

Альтернативные условия хроматографирования.

Обработанные пробы наносят на хроматографические пластинки, покрытые окисью алюминия.

Пластинки с нанесенными на стартовую линию экстрактами и "свидетелями" помещают в камеру для хроматографирования, в которую предварительно налита смесь н-бутанол: ацетон: аммиак: вода (65:20:I0:5).

После поднятия фронта растворителя на высоту I0 см пластинку вынимают и высушивают в вытяжном шкафу, а затем проявляют последовательно проявляющим раствором № I и № 3. При этом на белом фоне проявляются зелено-желтые пятна хлората магния, R_f = 0,74 ± 0,05.

2.2.7. Обработка результатов анализа.

Количественные определения хлората магния в анализируемой пробе проводят путем денситометрирования пятен проб и "свидетелей" на денситометре "БИАН-I70". Количество вещества в анализируемом объеме находят по отклонению интегральных значений концентраций красителя образцов и "свидетелей". При содержании дефолианта выше 20 мкг следует использовать аликвотные части экстракта.

Количество исследуемого вещества в пробе определяют по градуировочному графику (рис.3) при денситометрировании шкалы стандартов (I,0; 2,5; 5,0; 7,5; I0,0; I2,5; I5,0; I7,5; 20,0 мкг), нанесенных на хроматографические пластинки. На оси абсцисс отмечают количество вещества в стандарте, на оси ординат - интегральные значения показаний прибора.

Для уменьшения погрешности при определении количества веществ по градуировочному графику, стандарты необходимо обрабаты-

вать так же как "свидетели" в п. 2.2.5.

Концентрацию анализируемого вещества (С) в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$C = \frac{A \cdot B}{Б \cdot V_{20}}$$, где

А – количество вещества, найденное из градуировочного графика, в анализируемом объеме экстракта, мкг; Б – объем экстракта, взятый для анализа, мл; В – объем экстракта всей пробы, мл; $_{20}$ – объем пробы воздуха, приведенный к стандартным условиям, л.

Приведение объема воздуха к стандартным условиям ($_{20}$) производят по следующей формуле:

$$20 = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273+t) \cdot 101,3}$$, где

V_t – объем отобранного воздуха в месте отбора проб, л ; Р – атмосферное давление, КПа; t – температура воздуха в месте отбора проб, ^{0}С.

3. Требования безопасности.

Соблюдаются требования безопасности, необходимые при работе с химическими реактивами, органическими растворителями и ртутью.

Настоящая методика включает разработки коллективов:

1) Методика определения остаточных количеств хлората магния в почве, воде, растениях (подсолнечнике, луке) и воздухе рабочей зоны полярографическим методом, Институт химии АН Молдавской ССР, г. Кишинев.

2) Методика определения остаточных количеств хлората магния в воздухе рабочей зоны методом ТСХ, ТашГосМИ, СредазНИПКИпищепром, г. Ташкент.

5. Методические указания по полярографическому определению остаточных количеств хлората магния в почвах и воде утверждены МЗ СССР за № 2887-79 от 19 октября 1979 г.

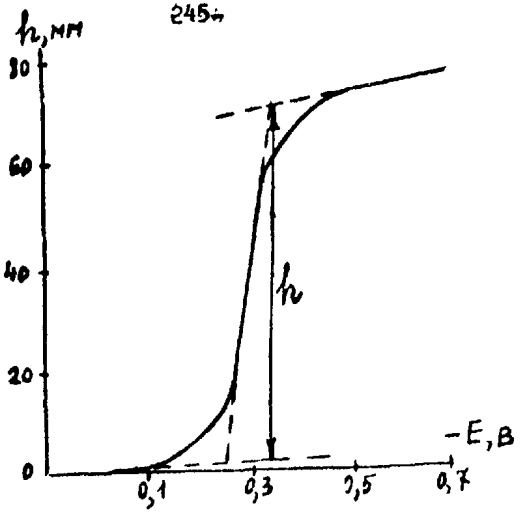


Рис.I Полярограмма водной вытяжки из почвы с содержанием хлорат-ионов 0,6 мг/100 г (0,6 мг/500 мл; 0,6 мг/100 л)

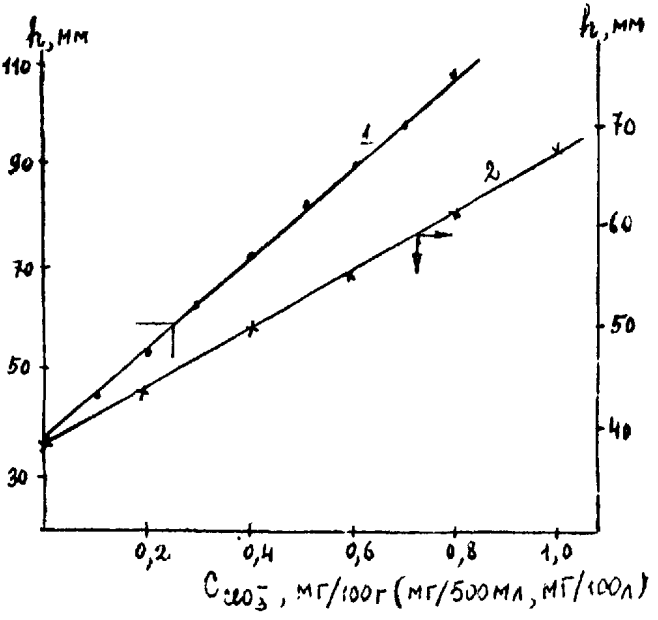


Рис.2 Градуировочный график для полярографического определения хлорат-ионов: I- в почве, воде, воздухе; 2- в растениях

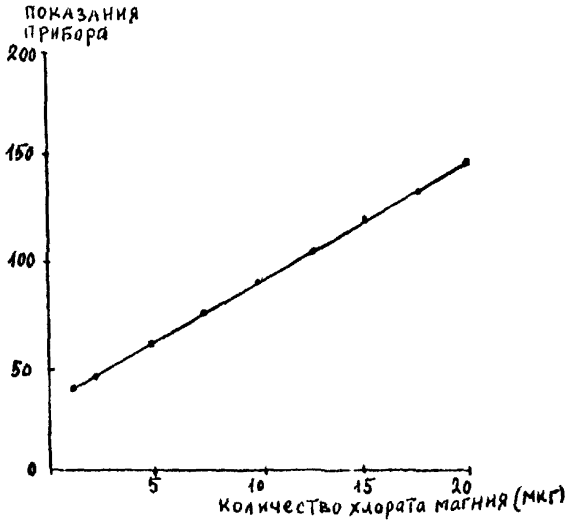


Рис.3 Градуировочный график для денситометрического определения хлората магния в воздухе (денситометр ЕИН-170

gost.e-ecolog.ru