МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
ГЛАВНОЕ САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ

ПРЕДЕЛЬНО ДОПУСТИМЫЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В ПОЧВЕ (ПДК)

Москва, 1980 год

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ
Зам. Главного Государственного
санитарного врача СССР
В. Е. КОВШИЛО
30 октября 1980 года
№ 2264-80

ПРЕДЕЛЬНО ДОПУСТИМЫЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В ПОЧВЕ (ПДК)

№№ п/п	Наименование вещества	ПДК мг/кг почвы	Методы определения
1.	Дилор	0,5	см. приложение № 1
2.	Гептахлор	0,05	»
3.	Цинеб	1,8	»
4.	Пропанид	1,5	»
5.	Гардона	1,4	»
6.	Банвел Д	0,25	»
7.	Мышьяк	2,0	»
8.	Формальдегид	7,0	»
9.	Базудин	0,2	см. приложение № 2
10.	Метафос	0,1	»
11.	Рогор	0,3	»
12.	Фозалон	0,5	»
13.	Фталофос	0,1	»
14.	Прометрин	0,5	см. приложение № 3
15.	Хлорофос	0,5	»
16.	Карбофос	2,0	»
17.	Хлорамп	0,05	»
18.	Бенз(а)пирен	0,02	см. утвержденные ПДК № 1968-79 от 21.02 1979 г.
19.	Свинец*	20,0	»
20.	Хром$^{+6}$	0,05	»
21.	Ртуть	2,1	»
22.	Кельтан	1,0	»
23.	ДДТ	1,0	Хроматография в тонком слое, ВНИИГИНТОКС, (основной)**

№№ п/п	Наименование вещества	ПДК мг/кг почвы	Методы определения
24.	Гексахлоран	1,0	Хроматография в тонком слое, ВНИИГИНТОКС, (основной)**
25.	Гамма изомер гексахлорана	1,0	»
26.	Полихлорпинен	0,5	»
27.	Полихлоркамфен	0,5	»
28.	Севин	0,05	»

* ПДК свинца 20 мг/кг почвы без учета среднего фона, равного 12 мг/кг (А. П. Виноградов, Геохимия редких и рассеянных химических элементов в почвах, М. 1950, стр. 220).

** Методы определения пестицидов в почве опубликованы в следующих источниках:

а) Методическое письмо «Опредление содержания остаточных количеств ДДТ, его метаболита ДДЕ и других хлорорганических пестицидов *в почве методом хроматографии на бумаге и в тонком слое*» — Киев — 1968 г.

б) Журнал «Химия в сельском хозяйстве», 1969 г., 43—45.

в) Методическое письмо по определению севина в почве, Киев—1968

Контроль за содержанием пестицидов в почве осуществляется в весенний, летний и осенний периоды. Отбор проб почвы проводится в пахотном слое (0—30 см).

Примечание: в настоящий документ включены ранее утвержденны ПДК (№ 1134-73; № 1496-76; № 1968-79).

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ФТАЛОФОСА В ПОЧВЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания фталофоса в почве при санитарном контроле.

1. Краткая характеристика препарата

Фталофос (имидан, пролат, ПМП, R-1504, сафадон, фосмет) 0,0-диметил-S-фталимидометилдитиофосфат.

В чистом виде — белое кристаллическое вещество с температурой плавления 72—72,7°. Плохо растворим в воде (25 мг/л), хорошо — в органических растворителях. В кислой среде устойчив к гидролизу (при pH 5—период полураспада 15 дней, при pH 7,0—12 часов, при pH 8,3—4 часа). Разрушается окислителями. Молекулярная масса 317,32.

2. Методика определения фталофоса в почве

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода. Метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы ацетоном и последующем определении методом тонкослойной хроматографии.

2.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел определения — 1 мкг фталофоса в пробе (0,02 мг/кг).

2.3. Избирательность метода.

Хлорофос, фозалон и другие фосфорорганические пестициды определению не мешают.

2.4. Реактивы и растворы.

Силикагель ЛС 5/40 для тонкослойной хроматографии с 13% гипса (Хемапол, ЧССР).

Натрий сернокислый безводный. Просушивают в сушильном шкафу при температуре 150° С в течение 6 часов, хранят в банке с притертой пробкой.

Н-гексан.

Ацетон, ч.д.а.

Хлороформ, х.ч.

Фталофос, х.ч.

Стандартный раствор фталофоса в этиловом эфире, содержащий 100 мкг/мл.

Проявляющий реагент 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят объем раствора до 100 мл 0,5%-ным раствором азотнокислого серебра в водном ацетоне (3 ч. ацетона, 1 ч. воды).

Проявляющий реактив хранят в посуде из темного стекла. Уксусная кислота 10% раствор.

2.5. Приборы и посуда.

Стаканы стеклянные на 100 мл.

Палочки стеклянные.

Воронки стеклянные конические.

Воронки делительные на 250 и 500 мл.

Камера для хроматографирования.

Камера для опрыскивания.

Пульверизаторы стеклянные.

Пластинки стеклянные, 9×12 см.

Прибор для отгонки растворителей.

Пипетки капиллярные для нанесения стандартов.

2.6. Подготовка к определению.

2.6.1. Приготовление хроматографических пластинок.

Для приготовления 10 пластинок берут 15 г силикагеля указанной марки и тщательно растирают в фарфоровой ступке, добавляя постепенно 35 мл воды. Переносят в колбу и встряхивают до образования однородной массы. На пластинку, предварительно обезжиренную спиртом, наносят 5 г сорбционной массы, и покачивая, равномерно распределяют по поверхности. Сушат в течение 18 часов при комнатной температуре, хранят в эксикаторе над слоем осушителя.

2.7. Проведение определения.

2.7.1. Определение методом тонкослойной хроматографии

Экстракция. 50 г воздушно-сухой почвы помещают в стеклянный стакан, предварительно слегка измельчив крупные комки в фарфоровой ступке. Слегка увлажняют водой и перемешивают стеклянной палочкой. Экстракцию проводят 4-кратно ацетоном (общий объем экстракта 100 мл) при перемешивании пробы, отстаивая каждый раз по 15 минут, экстракты объединяют в делительной воронке, сливая через слой безводного сернокислого натрия. Затем в воронку добавляют 100 мл воды и 20 мл хлороформа, насыщенного водой. Делительную воронку осторожно покачивают 10 мин, отстаивают и сливают слой хлороформа через безводный сернокислый натрий в колбу для упаривания. Повторяют экстракцию хлороформом еще дважды. Экстракт упаривают под вакуумом при температуре не выше 40° С досуха. Остаток растворяют в диэтиловом эфире, ополаскивая колбу трижды эфиром и наносят раствор на хроматографическую пластинку. На эту же пластинку наносят стандартные растворы фталофоса, содержащие 1, 5 и 10 мкг фталофоса.

2.7.2. Хроматографирование. Пластинку с нанесенным раствором помещают в камеру для хроматографирования, в которую налит подвижный растворитель: смесь ацетон и гексан (1 : 2). Насыщение камеры не менее 30 минут. Погружение пластинки в растворитель должно быть не более, чем на 0,5 см. После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см пластинку вынимают, хорошо просушивают на воздухе и снова помещают в ту же камеру, и дают подняться фронту растворителя на 10 см. Затем пластинку подсушивают на воздухе и опрыскивают проявляющим реагентом, а через 5 мин раствором уксусной кислоты. Зоны локализации препарата обнаруживаются в виде ярко-синих пятен. Величина Rf фталофоса равна 0,58±0,5.

2.8. Обработка результатов анализа. Количественное определение производят путем сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов.

Расчет. Содержание фталофоса в анализируемой пробе в мг/кг рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A}{B} \text{ мг/кг, где}$$

X — содержание исследуемого препарата в пробе, мг/кг;
A — количество препарата, найденного путем визуального сравнения со стандартом, мг;
B — навеска исследуемой пробы, кг.

ПРОМЕТРИН — метод основан на реакции образования окрашенных комплексов при взаимодействии серосодержащих веществ с бромфеноловым синим в присутствии азотнокислого серебра. Метод заключается в том, что прометрин извлекают из исследуемой пробы органическим растворителем, экстракт очищают и затем хроматографируют в тонком слое окиси алюминия. Чувствительность метода для воды 0,05 мг/л, для почвы и растительных продуктов — 0,1 мг/кг. Авторы метода: Дроздова А. О., Закордонец В. А. Метод опубликован в журнале «Химия в сельском хозяйстве» № 6, 1969 г.

ХЛОРОФОС — метод определения хлорофоса в почве основан на извлечении препарата из исследуемой среды хлороформом или водой, в зависимости от типа почвы, и последующем определении методом тонкослойной хроматографии с обработкой пластинок раствором йода и проявляющим реактивом (смесь 2% водного раствора резорцина и 10% раствора карбоната натрия в соотношении 2 : 3). Чувствительность определения 0,03 мг/кг (3 мкг в пробе). Метод избирателен в присутствии других фосфорорганических пестицидов. Автор — Моложанова Е. Г. Методика опубликована в трудах II Всесоюзного совещания по исследованию остатков пестицидов и профилактике загрязнения ими продуктов питания, кормов и внешней серды (г. Таллин, 1971 г., стр. 177—178).

КАРБОФОС — метод основан на извлечении карбофоса из исследуемой пробы органическим растворителем и последующем хроматографировании в тонком слое силикагеля. Пятна карбофоса обнаруживаются после опрыскивания пластинок смесью растворов азотнокислого серебра и бромфенолового синего в ацетоне с последующим обесцвечиванием фона уксусной кислотой. Чувствительность определения 2 мкг в пробе.

Авторы метода: Клисенко М. А. и Письменная М. В. Метод опубликован в книге Клисенко М. А. и др. «Химический анализ микроколичеств ядохимикатов», М., 1972 г., стр. 84—87.

ХЛОРАМП — метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы ацетоном с добавлением 1—1,5 мл 0,1 Н HCl и последующем хроматографировании в тонком слое на силикагеле. Препарат обнаруживается после опрыскивания пластинок раствором аммиаката серебра в ацетоне с последующим ультрафиолетовым облучением. Чувствительность метода 0,16 мг хлорампа в 1 кг почвы.

ПДК химических веществ в почве разработаны:

Бенз(а)пирен — Институт общей и коммунальной гигиены им. А. Н. Сысина АМН СССР (Перелыгин В. М., Тонколий Н. И., Перцовская А. Ф., Кашкарова Г. П., Шестопалова Г. Е., Филимонова Е. В., Новикова Е. Э., Аргэ С. А.), Онкологический научный центр АМН СССР (Ильницкий А. П. Шабад Л. М., Соленова Л. Г., Мищенко В. С.), Киевский научно-исследовательский институт общей и коммунальной гигиены им. Л. Н. Марзеева (Янышева Н. Я., Киреева И. С., Павлова Н. А.).

Свинец — Институт общей и коммунальной гигиены им. А. Н. Сысина АМН СССР (Перелыгин В. М., Григорьева Т. И., Перцовская А. Ф., Динерман А. А., Кашкарова Г. П., Павлов В. Н., Доскина Т. В., Филимонова Е. В., Новикова Е. Э.), Ростовский медицинский институт (Золотов П. А., Пруденко О. В., Ружникова Т. Н., Колесникова Т. В.).

Хром — Институт общей и коммунальной гигиены им. А. Н. Сысина АМН СССР (Перелыгин В. М., Динерман А. А., Перцовская А. Ф., Павлов В. Н., Рождественская Н. Л. Филимонова Е. В., Донерьян Л. Г., Агрэ С. А., Новикова Е. Э.).

Дилор, цинеб, гептахлор, пропанид, гордона, кельтан — Киевский медицинский институт им. акад. А. А. Богомольца (Гончарук Е. И., Прокопович А. С., Геец В. Н., Шостак Л. И., Меленевская А. В., Малашевский В. В., Спасов А. С.).

Банвел-Д, прометрин, карбофос, хлорамп, ртуть — Киевский научно-исследовательский институт общей и коммунальной гигиены им. А. Н. Марзеева (Найштейн С. Я., Чегринец Г. Я., Воронова Г. Ф., Юровская Е. М., Гордиенко Н. И., Пикула Р. Г., Безбородко М. Д., Лейбович Д. М.).

Мышьяк — Киевский научно-исследовательский институт общей и коммунальной гигиены им. А. Н. Марзеева (Найштейн С. Я., Вашкулат Н. Г.), Государственный институт гигиены, Будапешт, ВНР (Хорват Аманда).

Хлорофос — Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс. (Спыну Е. И., Моложанова Е. Г.), Киевский научно-исследовательский институт общей и коммунальной гигиены им. А. Н. Марзеева (Найштейн С. Я., Жулинская В. А., Юровская Е. М.).

Метафос, рогор, фталофос — Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс (Клисенко М. А., Васяева Р. Д., Шмончидина А. М., Акоронко С. А., Гиренко Д. Б.).

Базудин — Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс (Мельнер Ф. Р., Алдошина Т. В.), Всесоюзный научно-исследовательский институт химических средств защиты растений (Новикова К. Ф.).

Фозалон — Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс (Моложанова Е. Г.), Всесоюзный научно-исследовательский институт химических средств защиты растений (Алдошина Т. В., Мельцер Ф. Р., Новикова К. Ф.), институт экспериментальной метеорологии, г. Обнинск (Бабкина Э. И., Миронюк Г. В., Сиверина А. А., Дибцова А. В.), Всесоюзный институт защиты растений, Ленинград (Иванченко В. Р.).

Рогор — Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс (Гиренко Д. Б., Акоренко С. Л.).

Фталофос — Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс (Зорьева Т. Д.).

Л54337 от 19/XI-1980 г. Зк. 1727

Типография Министерства здравоохранения СССР

gost.e-ecolog.ru