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 РОГОРА В ПОЧВЕ МЕТОДАМИ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГАФИИ

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

1. Краткая характеристика препарата

Фосфамид, БИ-58, дитрам, диметоат.

0,0-диметил-S-(N-метилкарбамоилметил)-дитиофосфат.

В чистом виде — белое низкоплавное кристаллическое вещество, умеренно растворимое в воде (2,5%), с камфарным

запахом. Давление паров — $1 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст. при 25°. Легко гидролизуется водными щелочами, относительно устойчив в слабо-кислой среде, хорошо растворим во многих органических растворителях.

Молекулярная масса 229,2.

Выпускается в формах 40%-ного к.э., гранулированного препарата (1,6% рогора на суперфосфате).

Применяется как системный акарицид и инсектицид.

Высокотоксичное вещество. $ЛД_{50}$ для различных лабораторных животных 100—230 мг/кг. ДОК для цитрусовых и во фруктах — 1,5 мг/кг.

2. Методика определения рогора в почве методами газо-жидкостной хроматографии и хроматографии в тонком слое

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода. Метод основан на извлечении препарата из исследуемой пробы почвы хлороформом или водой (в зависимости от вида почвы) и последующем определении методами ТСХ и ГХ.

2.2. Метрологическая характеристика метода.

Предел определения для ТСХ — 0,1 мг/кг, для ГХ — 0,05 мг/кг.

Процент определения — 75—80%.

2.2.1. Реактивы и растворы.

Хлороформ, мед.

Ацетон, х.ч.

Н-Гексан, х.ч.

Силикагель марки КСК, предварительно очищенный от примесей.

Для этого силикагель промывают разбавленной 1 : 1 соляной кислотой, кислоту сливают, силикагель промывают водой, кипятят в течение 2—3 часов с разбавленной 1 : 1 азотной кислотой на песочной бане в круглодонной колбе с обратным холодильником. Обработанный таким образом силикагель промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод, сушат в сушильном шкафу при температуре 130° С в течение 4—6 часов, периодически помешивая. Силикагель дробят и просеивают через сито 100 меш. (0,147 мм). Хранят в склянке с притертой пробкой.

Натрий сульфат х.ч., прокаленный.

Крахмал растворимый, ч.д.а.

Бромфеноловый синий (индикатор (ТУ МГ УХЛ 271-59).

Азотнокислое серебро, х.ч.

Уксусная кислота 10%-ная.

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

Носитель для колонки — хромотон — 80—100 меш., с нанесенной жидкой фазой SE-30 в количестве 5%.

Стандартный раствор рогора в эфире и ацетоне с содержанием препарата 1, 5 и 10 мкг в 1 мл.

2.2.2. Приборы и посуда.

Пластинки для хроматографирования (стеклянные пластинки размером 9×12 см тщательно промывают содой, хромовой смесью, дистиллированной водой и сушат в вертикальном положении. Перед нанесением сорбционной массы их протирают спиртом).

Станок для сушки пластинок.

Колбы конические емкостью 250—300 мл.

Делительные воронки на 250 мл.

Прибор для отгонки растворителя.

Насос водоструйный.

Баня водяная.

Камера для хроматографирования.

Пульверизатор стеклянный.

Прибор для встряхивания.

Эксикатор.

Пипетки для нанесения проб.

Шприц медицинский или микропипетки для нанесения стандартного раствора.

Хроматограф с термионным детектором.

Баллон с азотом, содержащий O_2 не более 0,03%.

Баллон с водородом.

Баллон с воздухом.

Колонка стеклянная диаметром 3 мм, длиной 1—1,5 м.

2.3. Подготовка к определению.

2.3.1. Приготовление хроматографических пластинок.

Для приготовления сорбционной массы берут 40 г силикагеля КСК, 1 г растворимого крахмала и 125 мл дистиллированной воды. Крахмал заваривают в воде и в эту массу, при постоянном размешивании добавляют силикагель. Хорошо размешанную сорбционную массу наносят чайной ложкой (две ложки на пластинку), равномерно распределяя по ее

поверхности. Пластинки сушат в течение 10—12 часов при комнатной температуре, хранят в эксикаторах.

2.4. Проведение определения.

2.4.1. Определение методом тонкослойной хроматографии.

Экстракция. Для анализа берут 50 г воздушно-сухой почвы, растертой в ступке. Препарат из почвы экстрагируют хлороформом трижды по 50 мл, каждый раз встряхивая колбу по 10 минут на аппарате для встряхивания и давая пробе немного отстояться. Экстракт сливают через безводный сульфат натрия в колбочку для отгонки растворителя. В случае анализа почв черноземных районов (почвы с высоким содержанием гумуса) препарат экстрагируют дистиллированной водой трижды по 50—70 мл, каждый раз встряхивая колбу по 10 мин на аппарате для встряхивания и давая пробе отстояться. Водные экстракты осторожно сливают в делительную воронку и добавляют 30—50 мл хлороформа. Экстракцию препарата из воды хлороформом повторяют трижды по 30—50 мл, встряхивая в делительной воронке по 5—7 мин. Хлороформные экстракты сливают через сульфат натрия в колбу для отгонки растворителя. Отгонку ведут под вакуумом 10—15 мм рт. ст. при температуре бани не более +40° С. Растворитель отгоняют до небольшого объема (0,1—0,2 мл).

2.4.2. Хроматографирование. Подготовленные экстракты количественно наносят при помощи капиллярной пипетки на хроматографическую пластинку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Центр пятна должен быть на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки. Колбочку с экстрактом 2—3 раза смывают небольшими порциями эфира, который также наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см от нее наносят стандартные растворы (шприцом или микропипеткой), содержащие 5, 10 и 20 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую предварительно залита смесь растворителей гексан-ацетон в соотношении 1,5:1. Край пластинки не должен быть погружен в раствор более, чем на 0,5 см. После того, как фронт подвижного растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения подвижного растворителя. Пластинку обрабатывают проявляющим реактивом. После высушивания пластинки на воздухе, ее обрабатывают 5—10%-ной уксусной кислотой. Зоны локализации препарата обнаруживаются в виде синих пятен на желтом фоне. Величина Rf рогора 0,6—0,65, Rf=0 аналога 0,20—0,25.

2.5. Обработка результатов анализа. Количественное определение производят путем сравнения площади пятна пробы и того стандарта, площадь которого наиболее близка по величине к площади пятна пробы. Площадь пятен измеряют планиметром или с помощью промасленной миллиметровой бумаги.

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

$$X = \frac{A \cdot s_2}{B \cdot s_1}, \text{ где}$$

X — содержание пестицида в анализируемой пробе, мг/кг;
A — содержание препарата в стандартном растворе;
s_1 — площадь пятна стандартного раствора, в мм^2;
s_2 — площадь пятна пробы, в мм^2;
B — масса анализируемой пробы, в г.

2.6. Определение методом газо-жидкостной хроматографии.

Экстракт хлороформа упаривается до объема 0,2—0,3 мл, на роторном испарителе, а затем досуха на воздухе. Перед хроматографированием остаток растворяется в 1—2 мл ацетона и аликвотная часть (3—5 мкл) хроматографируется.

2.6.1. Условия хроматографирования. Хроматограф с термионным детектором (вет-106, Цвет-5), Шкала $2{,}5 \cdot 10^{-10}$ А.

Скорость протяжки бумаги — 360 мм/час.
Колонка стеклянная, длиной 1 м, диаметр 3 мм.
Носитель — хромотон с 5% SE-30.
Температура колонки 180° С;
испарителя 210° С.
Скорость азота — 20—22 мл/мин.

водорода — 14—17 мл/мин;
воздуха — 400 мл/мин.

Вводимый объем — 3,5 мкл.
Линейный диапазон детектирования — 1—10 нг.

При указанных выше условиях время элюирования рогора — 1,8 мин, Р=0 аналога — 1,1 мин.

Содержание рогора в анализируемой пробе рассчитывают по общепринятым формулам.

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