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 ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ДИАЗИНОНА (БАЗУДИНА) В ПОЧВЕ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания остаточных количеств диазинона в почве при санитарном контроле.

## 1. Краткая характеристика препарата

Диазинон (базудин).
0,0-диэтил-0-(2-изопропил-4-метилпиримидил-6-)-тиофосфат.

В чистом виде — бесцветное масло с температурой кипения 89° С при 0,2 мм рт. ст. Хорошо растворим в большинстве органических растворителей. Молекулярная масса 303,97. Применяется как почвенный инсектицид.

$ЛД_{50}$ для теплокровных — 76—320 мг/кг.

## 2. Методика определения диазинона в почве

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода. Метод основан на извлечении диазинона из почвы смесью изопропиловый спирт : бензол (1:1), очистке экстракта на колонке с окисью алюминия (нейтральной) и последующем определении газожидкостной хроматографии с термоионным детектором.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Нижний предел определения 0,02 мг/кг. Обнаружение 70 -95%.

2.1.3. Избирательность метода.

Метафос, метилнитрофос, карбофос, сайфос, трихлорметафос-3, тролен, хлорофос, гардона, фталофос и фозалон определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы.

Растворители: бензол, гексан, изопропиловый спирт, х.ч., свежеперегнанные.

NaCl, х.ч.

$Na_2SO_4$, х.ч., безводный и 1%-ный водный раствор.

$Al_2O_3$, нейтральная, II-ой степени активности по Брокману.

Хроматон-N-AW-DMCS (0,16—0,2 мм) с 5% SE-30.

2.3. Приборы и посуда.

Хроматограф Цвет-106 или аналогичный прибор с ТИД.

Стеклянная колонка для хроматографа длиной 1 м, внутренним диаметром 3,5 мм, заполненная хроматоном с 5% SE-30 или аналогичным носителем.

Хроматографическая колонка с краном, длиной 10 см, внутренним диаметром 7 мм.

Механический встряхиватель.

Ротационный вакуумный испаритель.

Водоструйный насос.

Делительные воронки, емкостью 500 мл.

Мерные колбы, емкостью 100 мл.

Колбы конические со шлифами на 100 мл.

Колбы круглодонные со шлифами на 50 мл.

Пипетки, емкостью 2, 5 и 10 мл.

Микрошприцы на 10 мл.

2.4. Проведение определения. Экстракция.

Навеску почвы 10 г тщательно растирают в фарфоровой ступке, помещают в плоскодонную колбу и заливают 50 мл смеси бензола с изопропиловым спиртом (1 : 1). Проводят экстракцию на механическом встряхивателе в течение 30 мин. Экстракт переносят в делительную воронку через бумажный фильтр, а почву заливают таким же количеством растворителя и повторяют экстракцию. К объединенному экстракту в делительную воронку приливают 200 мл 1%-ного водного раствора $Na_2SO_4$ и осторожно переворачивают воронку, предварительно закрыв ее пробкой.

Дают слоям разделиться, нижний слой отбрасывают. Верхний органический слой сушат над безводным сульфатом натрия, фильтруют в круглодонную колбу и растворитель удаляют досуха с помощью ротационного вакуумного испарителя. Сухой остаток растворяют в 2—3 мл гексана и экстракт очищают на колонке с окисью алюминия. Предварительно в колонку помещают ватный тампон и при открытом кране переносят в колонку смесь 3 г окиси алюминия в 6 мл гексана. Избыток растворителя сливают. Когда уровень растворителя достигнет 1 мм над слоем сорбента, закрывают кран колонки. Количественно переносят в колонку подготовленный для очистки экстракт, подсоединяют вакуум и открывают кран колонки. Дают возможность экстракту полностью впитаться в сорбент. Элюируют диазинон с колонки 20 мл бензола при слабом разряжении со скоростью 1 кап/сек. Элюат сушат над безводным $Na_2SO_4$. Затем фильтруют в грушевидную колбу и отгоняют растворитель досуха.

К сухому остатку пипеткой приливают 2 мл гексана. В хроматограф вводят 2—3 мкл полученного раствора.

2.5. Условия.

2.5.1. Хроматографирование.

Хроматограф Цвет-106 с ТИД.

Скорость протяжки ленты самописца 1 см/мин.

Стеклянная колонка длиной 1 м и внутренним диаметром 3,5 мм, заполненная хроматоном N-AW-DMCS (0,16—0,2 мм) с 5% SE-30.

Температура

колонки — 190° С,

испарителя — 210° С.

Скорости:

азота — 85 мл/мин,

водорода — 15—17 мл/мин,

воздуха — 150—180 мл/мин.

Время удерживания диазинона в этих условиях 2 мин.

В хроматограф вводят 2—3 мкл рабочего раствора. Линейность детектирования сохраняется в пределах 0,2—2,0 нг.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартами, по высоте пиков.

Содержание диазинона в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

$$C = \frac{H_{рп} \cdot C_{ст} \cdot У}{H_{ст} \cdot У_а \cdot А} \text{ мг/кг, где}$$

$H_{рп}$ — высота пика анализируемой пробы, в мм;

$H_{ст}$ — высота пика стандарта, в мм;

$C_{ст}$ — содержание диазинона в стандарте, в нг;

У — объем конечного раствора, из которого отбирают аликвоту для хроматографирования, в мл (2 мл);

$У_а$ — объем аликвоты, которую вводят в хроматограф в мкл (2—3 мкл);

А — навеска анализируемого образца почвы, в г (10 г).

Если при введении в хроматограф получаются слишком большие пики или происходит «зашкаливание», готовят менее концентрированные растворы, добавляя в конечный объем замеренное количество дополнительного гексана.

**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