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).

МЕТОДЫ, ПРЕДЛОЖЕННЫЕ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В ПОЧВЕ

8. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФОРМАЛЬДЕГИДА В ПОЧВЕ

Колориметрический метод

Принцип и характеристика метода

Формальдегид извлекается из почвы перегонкой с водяным паром в сильно кислой среде и определяется при содержании менее 10 мг/л в отгоне колориметрированием по цветной реакции с хромотроповой кислотой. Чувствительность метода составляет 0,005/100 г почвы. Определению мешают диметилдиоксан и уротропин, так как в процессе загрязнения растворов в сильнокислой среде происходит их гидролиз, приводящий к образованию формальдегида. Поэтому данный метод позволяет определить лишь сумму свободного и связанного формальдегида. При отгоне из почвы, кроме формальдегида, будут извлекаться и другие альдегиды, из которых реагирует с хромотроповой кислотой только ацетальдегид в концентрациях порядка граммов в 1 л, остальные альдегиды определению не мешают. Определению не мешают также глиоксаль, уксусная кислота и щавелевая кислота, ацетон и глицерин.

Аппаратура и посуда

1. Перегонный аппарат состоит из колбы для перегонки емкостью 500 мл, насадки с капельной воронкой и прямого холодильника; все соединения на шлифах.
2. Пробирки емкостью 50 мл с меткой — 20 мл.
3. Водяная баня.
4. Фотометр с зеленым светофильтром ($\lambda = 570$ мм).
5. Кюветы с толщиной оптического слоя 5 см.

Реактивы и растворы

1. Серная кислота, чда, концентрированная, уд. вес 1,84.

2. Натриевая соль хромотроповой кислоты, 2% раствор. Растворяют 1 г натриевой соли хромотроповой кислоты, чда, в дистиллированной воде, фильтруют через небольшой складчатый фильтр и фильтрат доводят дистиллированной водой до 50 мл. Применяют всегда свежеприготовленный раствор.

3. Формальдегид, стандартные растворы. Основной раствор с содержанием 0,020 мг/мл HCHO, рабочий раствор с содержанием 0,001 мг/мл HCHO.

Отбор проб

Пробы почвы отбираются послойно на глубину 0—20 см, 20—40 см, 40—60 см с помощью ручного почвенного бура и помещаются в склянки с пришлифованными крышками. Допускается хранение проб не более суток в холодильнике при температуре от 0° С до +5° С, но лучше приступать к анализу немедленно.

Ход анализа

100 г свежей почвы, из которой предварительно удалены корешки и возможные примеси, помещают в колбу емкостью 500 мл, приливают 300—350 мл дистиллированной воды. Колбу помещают в колбонагреватель, присоединяют холодильник и проводят отгонку. Одновременно проводят определение содержания влаги в почве. Содержимое колбы необходимо периодически перемешивать, чтобы почва в колбе не припекалась. Когда в приемник отгонится 130—135 мл дистиллята, перегонную колбу охлаждают, добавляют еще 100 мл дистиллированной воды и продолжают перегонку до тех пор, пока объем дистиллята не составит около 230 мл. Дистиллят переносят в мерную колбу на 250 мл и разбавляют водой до метки.

В термостойкие пробирки наливают 5 мл дистиллята, 0,5 мл 2% раствора натриевой соли хромотроповой кислоты, 5 мл концентрированной серной кислоты и все это перемешивают. Пробирки помещают в кипящую водяную баню на 30 мин. Затем содержимое пробирок охлаждают и разбавляют водой до 20 мл. После перемешивания раствор колориметрируют на ФЭК с зеленым светофильтром в кюветах с толщиной оптического слоя 5 см.

Построение калибровочного графика

В ряд пробирок набирают по 5 мл образцовых растворов с концентрацией 0; 0,0125; 0,025; 0,050; 0,100; 0,150; 0,200; 0,250 мг формальдегида в 250 мл. Для этого в мерные колбы на 100 мл наливают 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100 мл рабочего стандартного раствора (0,001 мг/мл) и разбавляют отгоном из контрольной пробы до метки. Далее поступают как и при анализе пробы. По показаниям ФЭКа строят калибровочную кривую зависимости светопоглощения от концентрации формальдегида.

Расчет анализа

Содержание формальдегида X в мг/100 г почвы вычисляют по формуле: $X = \frac{a \cdot 100}{н}$, где

а — концентрация формальдегида, найденная по калибровочному графику;

н — навеска почвы, взятая для определения в г в пересчете на абсолютно сухую почву;

100 — коэффициент пересчета на 100 г почвы.

Объемный метод

Принцип и характеристика метода

Объемный метод определения формальдегида в почве основан на взаимодействии карбонильных соединений (альдегидов и кетонов) с солянокислым гидроксиламином. При этом образуется оксим и выделяется соляная кислота в количестве, эквивалентном взятому альдегиду. Реакция для формальдегида протекает по уравнению:

$$\begin{matrix} H \\ H \end{matrix}\!\!\diagdown\!\!\diagup C=O + NH_2OH \cdot HCl \rightarrow \begin{matrix} H \\ H \end{matrix}\!\!\diagdown\!\!\diagup C=NOH + H_2O + HCl$$

Образующаяся соляная кислота определяется титрованием щелочью в присутствии смешанного индикатора. Чувствительность метода 5 мг/100 г почвы. Определению не мешают другие альдегиды, фенол и метиловый спирт.

Аппаратура и посуда

Колба перегонная емкостью 0,5 л со шлифом

Холодильник Либиха со шлифом

Насадка к колбе с двумя шлифами.

Коническая колба емкостью 250 мл для приема отгонной жидкости.

Колбонагреватель или электрическая плитка с асбестом.

Бюретка для титрования на 50 мл.

Реактивы и растворы

1. Солянокислый гидроксиламин 1% раствор.
2. Едкий натр, чда, 0,1N и 0,01N растворы.
3. Смешанный индикатор (метилоранж + метиленовая синь 1 : 1).

Отбор проб производится так же, как и для определения формальдегида колориметрическим методом.

Ход анализа

Предварительная подготовка проб для анализа заключается в отгоне формальдегида в сильнокислой среде по методике, аналогичной с колориметрическим методом. В коническую колбу на 250 мл помещают 50 мл отгона, прибавляют 6—8 капель смешанного индикатора и нейтрализуют 0,1N раствором NaOH до зеленого цвета. Затем приливают 10 мл 1% гидроксиламина и оставляют стоять 30 минут при комнатной температуре. Раствор при этом окрашивается в розовый цвет вследствие образования свободной кислоты. Одновременно проводится холостой опыт с отгоном из контрольной пробы. Через 30 мин испытуемую и контрольную пробы титруют 0,01N раствором NaOH до перехода розовой окраски в зеленую.

Расчет анализа

$$X = \frac{(а—в) \cdot 0{,}01 \cdot 30 \cdot 100}{н}, \text{ где}$$

X — содержание формальдегида, мг/100 г почвы;
а — мл 0,01н р-ра NaOH, пошедшие на титрование испытуемой пробы;
в — мл 0,01н р-ра NaOH, пошедшего на титрование контрольной пробы;
0,01 — нормальность NaOH;
30 — коэффициент для пересчета с мг-экв на мг для формальдегида;
100 — коэффициент для пересчета на 100 г почвы;
н — навеска абсолютно-сухой почвы, взятая на определение, г.

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