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

7. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЫШЬЯКА В ПОЧВЕ

Принцип и характеристика метода

Метод Гутцайта состоит в восстановлении соединений мышьяка до мышьяковистого водорода, который окрашивает бумагу, пропитанную спиртовым раствором бромида ртути или сулемы в желтый или коричневый цвет, причем интенсивность окраски пропорциональна количеству мышьяковистого водорода. Соединения, мешающие определению мышьяка: соли двух- и трехвалентного железа, меди, ртути, сурьмы, сероводород и др. Влияние $As(HgBr)_3$ на реакцию восстановления H_3AsO_3 в AsH_3 почти полностью устраняется введением в реакционную смесь раствора хлорида двухвалентного олова. Конечное соединение мышьяка $As(HgBr)_3$, полученное методом Гутцайта, (в отличие от аналогичного соединения сурьмы) не растворимо в 80% спирте, что позволяет определить мышьяк данным методом в присутствии сурьмы. Мешающий определению мышьяка сероводород, улавливается ватой, пропитанной раствором уксуснокислого свинца. Чувствительность метода Гутцайта равна 0,001 мг мышьяка. Как правило этим методом определяют мышьяк в концентрациях 0,001—0,01 мг.

Аппаратура и посуда

Приборы для выделения мышьяка:

Аппарат представляет собой колбу объемом около 50 мл с вертикальной насадкой. Насадка состоит из хорошо пришлифованной к колбе нижней стеклянной трубки длиной 50—70 мм, с диаметром просвета в 6—7 мм и верхней стеклянной трубки длиной 30—40 мм, с диаметром просвета в 2—2,5 мм, хорошо пришлифованной к верхнему концу нижней трубки. Для поглощения (могущего образоваться) сероводорода в нижнюю трубку помещают разрыхленный комочек ваты, предварительно смоченный раствором уксуснокислого свинца и отжатый затем между листами фильтровальной бумаги.

Для фиксации мышьяка отверстие верхней трубки насадки покрывают диском реактивной фильтровальной бумаги и закрепляют его резиновым кольцом.

Одновременно с определением мышьяка готовят эталоны, имея около 12 (минимум 6) вышеописанных приборов.

Колбы Къельдаля емкостью 250 и 500 мл.

Колбы мерные емкостью 50 мл.

Сетки асбестовые.

Длинные стеклянные трубки, воронки.

Штативы железные.

Стаканчики для взвешивания.

Электроплитки (или газовая горелка).

Реактивы и растворы

1. Гидразин сернокислый.

2. Кислота азотная (уд. вес 1,4), х.ч., концентрированная и 10% раствор.

3. Кислота серная (уд. вес 1,835), х.ч., концентрированная и разбавленная 1 : 4 и 1 : 8 (по объему).

4. Стандартные растворы арсенита натрия: растворяют 1,32 г трехокиси мышьяка в 20 мл 2% раствора едкого натрия и доводят объем дистиллированной водой до 1 литра. В 1 мл раствора содержится 1 мг мышьяка (раствор А).

Для приготовления рабочего раствора основной стандартный раствор (А) разводят до 100 раз, для чего 10 мл стандартного раствора вносят в мерную колбу и доводят дистиллированной водой объем до 1 литра.

В 1 мл рабочего раствора (Б) содержится 0,01 мг мышьяка.

Разведением рабочего раствора (Б) в 10 раз получают раствор (В), в 1 мл которого содержится 0,001 мг мышьяка.

5. Натрий едкий, хч.

6. Олово хлористое в кристаллах, х.ч.

7. Парафин, 5% раствор в петролейном эфире.

8. 5% спиртовый раствор ртути бромной или сулемы.

9. 4% раствор уксуснокислого свинца в двухпроцентной уксусной кислоте растворяют 4 г уксуснокислого свинца в 96 мл 2% уксусной кислоты.

10. Реактивная бумага: беззольную фильтровальную бумагу просушивают при 105° в течение часа, охлаждают в эксикаторе и погружают на 40 мин в 5% спиртовый раствор бромида ртути. Пропитанную реактивом бумагу извлекают пинцетом и сушат на воздухе. Вырезают диски диаметром 15 мм, которые хранят в банке из темного стекла.

Перед началом испытания проводят контрольный опыт на чистоту реактивов.

Применяемые реактивы и материалы не должны содержать мышьяка.

Отбор проб

Отбор проб почвы производится буром Некрасова на разных глубинах в зависимости от поставленной цели (определение степени загрязнения поверхностного слоя, миграции химического вещества по профилю почвы и др.). Пробы почвы отбираются в пяти точках по типу «конверта». Подготовка проб почвы к анализу осуществляется общепринятыми методами.

Ход анализа

Навеску продукта помещают в колбу Кьельдаля на 250—500 мл, прибавляют 25 мл 10% азотной кислоты, перемешивают и оставляют на 10 минут в покое. Затем в колбу с исследуемым продуктом и азотной кислотой прибавляют 10 мл крепкой серной кислоты, перемешав, помещают колбу на сетку, укрепляют лапкой к штативу и устанавливают носик капельной воронки с крепкой азотной кислотой над центром колбы, открывают кран у воронки, чтобы в минуту вытекало 15- 20 капель кислоты, и нагревают содержимое колбы до кипения.

Во время сжигания колба должна быть наполнена бурыми парами окислов азота. Если жидкость в колбе начнет темнеть, следует увеличить приток в колбу азотной кислоты до 30—35 капель в минуту; когда жидкость в колбе станет

бурой или бесцветной, приток азотной кислоты уменьшают до 15—20 капель в минуту.

Через 20—30 минут кипения, когда закончится стадия пенообразования, вынимают из-под колбы асбестовый лист и продолжают нагревание колбы на открытом огне так, чтобы он охватывал покрытое жидкостью дно колбы и не касался сухих ее стенок (чтобы колба не лопнула).

Когда жидкость в колбе обесцветится, прекращают прибавление в колбу азотной кислоты и кипятят жидкость в ней до белых паров серной кислоты. После этого кипятят еще 10 минут. Если в течение этого времени жидкость остается бесцветной, считают минерализацию органического вещества законченной. Если начинается потемнение жидкости, то добавляют в нее из воронки по каплям азотную кислоту и продолжают минерализацию, как указано выше.

Бесцветную или слабо желтую жидкость в колбе Кьельдаля охлаждают, разбавляют равным количеством дистиллированной воды и кипятят до появления белых паров серной кислоты, после чего к охлажденной жидкости добавляют 0,2 г гидразина сернокислого через длинную сухую трубку и воронку, наблюдая при этом, чтобы гидразин сернокислый не попал на стенки колбы. Затем содержимое колбы нагревают до кипения и кипятят 10 минут. По охлаждении жидкость из колбы Кьельдаля количественно переносят в мерную колбу на 50 мл, ополаскивают колбу дистиллированной водой в ту же мерную колбу, охлаждают содержимое до комнатной температуры, доводят объем жидкости в колбе дистиллированной водой до метки, закрывают и хорошо перемешивают.

Выделение мышьяка

25 мл исследуемого раствора, полученного после разрушения органического вещества, переносят в колбу аппарата № 1. В колбе аппаратов № 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13 вносят соответственно 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0, 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 мл типового раствора мышьяка (1 мл которого равен 0,001 мг As) и затем в каждую колбу добавляют разведенную (1 : 4) серную кислоту в таком количестве, чтобы общее количество жидкости во всех колбах было равно 25 мл. Далее в каждую из колб добавляют 0,2 г хлористого олова в кристаллах, 2 г цинка и тотчас же закрывают колбы насадками, содержащими бромно-ртутные кружки и помещают колбы в темное место (под вытяжкой).

После растворения цинка (обычно 1/2—2 часа) снимают с трубок кружки бромно-ртутной бумаги, отмечают на них

номера колб, фиксируют окраски, смачивая погружением в 5% раствор парафина в петролейном эфире, отжимают между листками фильтровальной бумаги и высушивают на воздухе (в темном месте).

В случае, если окраска на кружках бромно-ртутной бумаги получается расплывчатая, одинаковая по всей окрашенной поверхности и трудно сравнимая (зависит от качества цинка), опыт повторяют с частью оставшегося исследуемого раствора, разведенного равным количеством воды, т. е. проводят выделение мышьяка из разбавленного сернокислого раствора (1 : 8).

Построение шкалы (колориметрирование)

Окрашенный кружок бромно-ртутной бумаги из исследуемого раствора сравнивают с окраской кружков, полученных из раствора с известным количеством мышьяка. Наиболее легко колориметрируются окраски с содержанием мышьяка не более 0,01 мг; большие количества мышьяка затрудняют колориметрирование и результаты получаются менее точные.

Окрашенные кружки бромно-ртутной бумаги, полученные из известных количеств мышьяка, заключают между двумя стеклянными пластинками, края которых заклеивают двойным слоем бумаги. Полученную шкалу хранят в темном месте и пользуются ею для ориентировочного определения мышьяка в части исследуемого раствора. Для окончательного количественного определения мышьяка проводят выделение мышьяка из исследуемого и типового раствора одновременно, чтобы сохранить одинаковые условия опыта.

Расчет анализа

Вычисление содержания мышьяка (x) в мг на 1 кг почвы производят по следующей формуле: $X = \frac{G \cdot 50 \cdot 1000}{V \cdot G_2}$, где:

G — содержание мышьяка в миллиграммах в типовом растворе, дающее окраску кружка, сходную с окраской кружка из испытуемого раствора;

V — количество испытуемого раствора, взятое для выделения мышьяка, в мл;

G_2 — количество вещества, взятое для минерализации, в г

50 и 1000 — коэффициент для пересчета на 1 кг почвы.

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