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

6. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ БАНВЕЛ-Д В ПОЧВЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Принцип и характеристика метода

Метод основан на экстракции пестицида из пробы почвы соответствующим растворителем, его концентрировании и последующим хроматографировании в тонком слое силикагеля. Подвижным растворителем служит смесь бензол-н-гексан-ледяная уксусная кислота в соотношении 5 : 10 : 3. Место локализации препарата обнаруживают после опрыскивания пластинок раствором аммиаката серебра в ацетоне с последующим ультрафиолетовым облучением. Количественное определение проводится путем измерения площадей пятен проб и стандартных растворов. Метод позволяет определить 10 мкг банвел-Д в пробе почвы. Полнота определения 85—97%. Метод специфичен в присутствии хлорорганических пестицидов.

Аппаратура и посуда

Колбы с притертыми пробками на 500 мл.
Воронки (9—12 см).
Фильтры бумажные 15 см (красная лента).
Пульверизатор стеклянный для опрыскивания пластинок.
Камера для хроматографирования.
Пипетки на 1, 2, 5, 10 мл.
Микропипетки для нанесения проб и стандартных растворов.
Цилиндры мерные на 100 и 250 мл.
Ртутно-кварцевая лампа ПРК-4.
Аппарат для встряхивания.
Центрифуга.

Пластинки для хроматографии. Стеклянную пластинку размером 9×12 см тщательно промывают содой, хромовой смесью, дистиллированной водой и высушивают. Протирают этиловым спиртом или петролейным эфиром и покрывают сорбционной массой. Сорбционную массу из силикагеля готовят в соотношении 15 г силикагеля марки КСК-2,5μ, 1,5 г $CaSO_4$ и 51 мл дистиллированной воды, смешивают в фарфоровой ступке для образования однородной массы. 10 г сорбционной массы наливают на пластинку и покачивая, равномерно распределяют ее по всей поверхности. Просушенные при комнатной температуре (18—20° С) пластинки выдерживают в сушильном шкафу в течение 1 часа при 105—110° С.

Реактивы и растворы

1. Метанол, ч.
2. Силикагель марки КСК-2,5μ.
3. Уксусная кислота, хч, ледяная.
4. Бензол (перегнанный).
5. Н-гексан, чда.
6. Соляная кислота, ч, концентрированная, уд. вес 1,19.
7. Ацетон, ч.
8. Серебро азотнокислое, чда.
9. Серная кислота, ч, концентрированная, уд. вес. 1,84.
10. Аммиак водный 25%.
11. Кали едкое, чда, 0,01Н раствор.
12. Этиловый эфир, медицинский.
13. Проявляющий реактив: 0,23 г $AgNO_3$ растворяют в 1,2 мл H_2O, прибавляют 0,6 мл аммиака и доводят объем раствора до 25 мл ацетоном.
14. Стандартный раствор банвел-Д. 25 мг банвел-Д растворяют в 25 мл ацетона.

Отбор проб

С выбранного участка отбирают смешанный образец почвы, состоящий из пяти проб, взятых по методу конверта или по диагонали. Пробы отбирают лопатой или буром на глубину пахотного слоя (20 см). Почву отрезают лопатой отвесно в виде прямоугольной пластины. Следят за тем, чтобы в каждый образец попало примерно такое количество почвы верхнего и нижнего слоев, которое пропорционально их мощности. Взятый образец тщательно перемешивают на листе фанеры или на куске брезента, полиэтиленовой пленки. Затем для составления смешанной пробы из него отбирают какой-нибудь меркой (например, банка, стакан) небольшой объем почвы и высыпают в чистый мешочек. Из всех отдельных образцов в смешанную среднюю пробу должно попасть приблизительно одинаковое количество почвы. Все пять проб ссыпают вместе, освобождают от камней, корней и других включений и тщательно перемешивают. После перемешивания из средней массы почвы методом квартования отбирают 1,0 – 1,5 кг почвы. Проба упаковывается в хлопчатобумажный или полиэтиленовый мешочек, заполняется сопроводительный талон, вместе с которым проба отсылается в лабораторию на анализ.

Для изучения распределения пестицида по профилю почвы пробы отбирают из почвенных разрезов, сделанных до глубины 1 м через каждые 10 см или по слоям 0—25 и

75—100 см. Отобранные по слоям пробы почвы обрабатываются так же, как и поверхностные пробы.

Ход анализа

А. Почва легкого механического состава с низким содержанием гумуса.

50 г тщательно измельченной воздушно-сухой почвы заливают 150 мл метанола, добавляют 1,5 мл концентрированной HCl и встряхивают в течение 3 часов на аппарате для встряхивания. Затем почву фильтруют в выпарительную чашку, промывая несколько раз метанолом, и выпаривают до объема 0,5—1 мл. При помощи микропипетки или шприца наносят исследуемую пробу на хроматографическую пластинку *на расстоянии 1,5 см от нижнего края так, чтобы диаметр* пятна не превышал 1 см, и производят хроматографирование. Для этого пластинку на 0,5 см погружают в растворитель, налитый в камеру для хроматографирования. Подвижный растворитель — смесь перегнанного бензола, очищенного н-гексана и ледяной уксусной кислоты в соотношении 5 : 10 : 3.

После того, как подвижный растворитель поднимется на высоту 10 см, пластинку вынимают из камеры, сушат на воздухе 30 мин. для испарения растворителя и опрыскивают раствором азотнокислого серебра. Пластинку снова сушат и облучают УФ светом в течение 10 мин. При наличии гербицида на пластинке проявляются пятна черного цвета. Величина Rf банвел-Д на силикагеле равна 0,7.

Б. Почва тяжелого механического состава с высоким содержанием гумуса.

Из 50 г тщательно измельченной воздушно-сухой почвы банвел-Д экстрагируют 150 мл 0,01н раствора КОН в течение часа. После отделения осадка к фильтрату прибавляют 1—1,5 мл H_2SO_4, 150 мл серного эфира и встряхивают в аппарате для встряхивания в течение 30 мин. Смесь центрифугируют в течение 5 мин при 1500 об/мин, отбирают 100 мл прозрачного эфирного экстракта и упаривают до объема 0,5—1,0 мл. Хроматографирование производят описанным выше способом.

Построение калибровочного графика

На пластинку для хроматографирования наносят стандартный раствор банвел-Д (1 мг/мл) в объеме 0,01, 0,15, 0,02, 0,03, 0,04, 0,05 мл, что соответствует 10, 15, 20, 30, 40 50 мкг препарата. Пластинки хроматографируют и обраба-

гывают так же, как и исследуемые пробы. Определяют площади пятен и по полученным данным строят калибровочный график. Он сохраняет прямолинейность в интервале концентраций от 10 до 50 мкг банвел-Д в пробе.

Расчет анализа

Измеряют площадь пятна пробы на пластинке для хроматографии и по калибровочному графику определяют количество банвел-Д в пробе. Концентрацию банвел-Д в почве рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{а}{в} \times 1000, \text{ где}$$

С — концентрация банвел-Д в почве, мг/кг.

а — количество препарата в пробе почвы, определенное по калибровочному графику, мкг.

в — масса почвы, взятой для анализа, г.

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