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

5. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАРДОНЫ В ПОЧВЕ ХРОМАТОГРАФИЕЙ В ТОНКОМ СЛОЕ

Принцип и характеристика метода

Метод основан на экстракции пестицида из пробы почвы н-гексаном (хлороформом), очистке экстракта, его концентрировании и последующем хроматографировании в тонком

слое окиси алюминия. Подвижной фазой служит хлороформ. Проявитель — аммиакат серебра в ацетоне. Количественное определение проводится путем измерения площадей пятен проб и стандартных растворов. Метод позволяет определить 1,0 мкг гардоны в пробе почвы. Полнота определения 85—90%. Метод специфичен.

Аппаратура и посуда

Ступка фарфоровая.
Почвенные сита с диаметром ячеек 0,5 см.
Колбы конические с притертыми пробками на 700 мл.
Воронки для фильтрования Ø10 см.
Аппарат для встряхивания.
Прибор для отгонки растворителя.
Баня водяная.
Камера для хроматографирования.
Микропипетки для нанесения стандартных растворов.
Пипетки или шприцы для нанесения проб.
Груши лабораторные для пипеток.
Пульверизатор стеклянный.
Ртутно-кварцевая лампа.

Пластинки для хроматографии 9×12 см. Стеклянные пластинки обрабатывают хромовой смесью, тщательно промывают водопроводной и дистиллированой водой, высушивают, протирают этиловым спиртом или эфиром и покрывают сорбционной массой. Для приготовления 40 пластинок 50 г просеянной окиси алюминия смешивают в фарфоровой ступке с 50 г силикагеля и 5 г сернокислого кальция (медицинского гипса). Смесь переносят в колбу, прибавляют 75 мл дистиллированной воды и встряхивают до образования однородной массы. 5 г сорбционной массы наливают на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Пластинки сушат при комнатной температуре.

Реактивы и растворы

1. Хлороформ, чда.
2. Ацетон, чда.
3. Н-гексан, чда.
4. Натрий сернокислый безводный, хч.
5. Силикагель для хроматографии.
6. Окись алюминия (для хроматографии), просеивают через сито 100 меш (размер отверстий 0,147 мм).
7. Кальций сернокислый ($CaSO_4 \cdot H_2O$), чда. Просушивают 6 часов в сушильном шкафу, просеивают через сито с

диаметром отверстий в 100 меш. Хранят в склянке с притертой пробкой.

8. Спирт этиловый.

9. Проявляющий реактив. 1,5 г азотнокислого серебра растворяют в 30 мл дистиллированной воды, доводят объем до 100 мл ацетоном и добавляют 3—4 капли 25% раствора аммиака. Готовят в день употребления. На пластинку 9×12 см расходуется 8—10 мл раствора.

10. Стандартный раствор гардоны: 100 мг гардоны, хч. растворяют в 100 мл ацетона.

11. Вата гигроскопическая обезжиренная.

Отбор проб

С выбранного участка отбирают смешанный образец почвы, состоящий из пяти проб, взятых по методу конверта или по диагонали. Пробы отбирали лопатой или буром на глубину пахотного слоя (20—25 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 пленке. 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. Пробу упаковывают в хлопчатобумажный или полиэтиленовый мешочек, заполняют 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 обрабатывают так же, как и поверхностные пробы.

Ход анализа

При определении гардоны в почве навеску воздушно-сухой почвы (100 г), растертую в фарфоровой ступке и просеянную через почвенное сито 0,5 мм, помещают в коническую колбу на 700 мл, заливают до покрытия н-гексаном и встря-

ливают на шутель-аппарате в течение 1 часа. Экстракт фильтруют через слой безводного сернокислого натрия для обезвоживания н-гексанам в специальную колбу для выпаривания. Затем пробу почвы дважды промывают н-гексаном и экстракты также фильтруют через слой безводного сернокислого натрия в колбу для выпаривания. Отгонку растворителя производят на водяной бане до остаточного объема экстракта 0,3—0,5 мл. Экстракт количественно переносят на пластинку тонкослойной хроматографии. Одновременно на пластинку наносят стандартные растворы гардоны. Пластинку помещают в хроматографическую камеру. После окончания разгонки и высушивания пластинки ее опрыскивают проявляющим раствором и облучают ультрафиолетовым светом до четкого проявления пятен стандарта (10—30 мин). Идентификация гардоны проводится по величине его Rf, которая равна 0,25.

Количественное определение с достаточной степенью точности можно проводить лишь до 10 мкг в пробе. При большем содержании препарата в пробе следует использовать пропорциональную часть исследуемого экстракта.

Построение калибровочного графика

На пластинку для хроматографирования наносят стандартный раствор гардоны в интервале концентраций от 1 до 10 мкг. Пластинки хроматографируют и обрабатывают так же, как и исследуемые пробы. Определяют площади пятен и по полученным данным строят калибровочный график.

Расчет анализа

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

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

C — концентрация гардоны 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