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

4. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОПАНИДА В ПОЧВЕ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Принцип и характеристика метода

Определение остатков пропанида и его метаболита, 3,4-ДХА в почве методом ТСХ основано на экстракции их органическим растворителем и последующим хроматографировании на пластинках СИЛУФОЛ или стеклянных пластинках

со слоем сорбента (силикагеля). В качестве подвижной фазы используется смесь бензола и ацетона (60 : 1,5).

Обнаружение пропанида и 3,4-ДХА производится путем опрыскивания хроматографических пластинок, предварительно подвергшихся хроматографии, проявляющими реактивами № I, II и III. Такая обработка ведет после термического разложения пропанида до ароматического амина к взаимодействию последнего с составными частями проявляющих реактивов и появлению фиолетовых пятен на белом фоне, имеющих Rf и окраску аналогично стандартному веществу.

Идентификация пропанида и его количественное определение производится путем сравнения площади или интенсивности пятен проб и стандартных растворов.

Определению содержания пропанида в почве мешают содержащиеся в почве коэстрактивные вещества, а также вещества, дающие при термическом разложении ароматические амины и имеющие близкую к пропаниду величину Rf. Метод позволяет определить 5 мкг препарата в пробе почвы.

Аппаратура и посуда

Колбы с притертыми пробками на 250—500 мл.
Аппарат для встряхивания.
Воронка Бюхнера.
Роторный испаритель.
Водяная баня.
Делительная воронка.
Прибор для отгонки растворителей (круглодонная колба на 50—100 мл со стеклянным переходником и холодильником).
Пластинки силуфола или стеклянные пластинки для хроматографии.
Микропипетки.
Хроматографическая камера.
Сушильный шкаф.
Пульверизатор для опрыскивания пластинок.
Эксикатор для хранения хроматографических пластинок.
Стеклянная хроматографическая колонка.
Стекловата.

Пластинки для хроматографирования. Тщательно промытые хромовой смесью, водопроводной и дистиллированной водой и высушенные стеклянные пластинки 9×12 протирают этиловым спиртом или эфиром и покрывают сорбционной массой. Массу для пластинок готовят следующим образом: 10 г силикагеля смешивают с 1 г гипса, прибавляют 45 мл

дистиллированной воды, несколько капель диэтилового эфира и полученную смесь взбалтывают в течение 15 минут. Этого количества смеси достаточно для 10 пластинок. После нанесения адсорбента пластинки в течение 20 часов сушат на воздухе при комнатной температуре затем 30 минут в сушильном шкафу при 100—150°. Готовые пластинки хранят в эксикаторе над прокаленным силикагелем или в специальном шкафу.

Хроматографическая колонка для очистки экстрактов. Стеклянную хроматографическую колонку диаметром 15 мм, длиной 150 мм заполняют стекловатой, имеющей волокна 1—2 см (толщиной слоя 0,5 см). Далее колонку на 5,0 см заполняют флоризилом, прокаленным при 120° в течение 6 часов. Сверху насыпают безводный сернокислый натрий на 3—4 см, после чего промывают небольшим количеством смеси диэтилового эфира с н-гексаном (1 : 2).

Реактивы и растворы

1. Ацетон, хч.
2. Бензол, хч.
3. н-гексан, хч.
4. Диэтиловый эфир, хч или специально очищенный.
5. Едкий натр, чда, 20%-ный и 10 н водные растворы.
6. Натрий сернокислый безводный, чда.
7. Силикагель КСК, просеянный через сито 100 меш.
8. Флоризил (от 10 до 60 меш).
9. Хлороформ, хч.
10. Проявляющие реактивы: № 1—20 мл концентрированной HCl (d=1,19) прибавляют 80 мл этилового спирта, № 2 — 1 г азотнокислого натрия растворяют в 2 мл воды и доводят до 100 мл этиловым спиртом, № 3 — 1 г 1-нафтиламина дигидрохлорида растворяют при нагревании на водяной бане в 2 мл воды и доводят до 100 мл этиловым спиртом.
11. Стандартный раствор пропанида: 25 мг пропанида растворяют в 50 мг хлороформа, концентрация этого раствора 500 мкг/мл.
12. Стандартный раствор 3,4-ДХА: 25 мг 3,4-ДХА растворяют в 50 мл хлороформа, концентрация этого раствора 500 мкг/мл.

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 глуби-

ну 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

100—500 г почвы или почвенной суспензии, освобожденной от растительных остатков, заливают 100—300 мл ацетона, добавляют 3–5 мл 20% NaOH, тщательно перемешивают палочкой, после этого встряхивают в течение 1 часа. Затем водно-ацетоновый экстракт фильтруют через воронку Бюхнера, колбу ополаскивают ацетоном (3×15—20 мл). Ацетон отгоняют на роторном испарителе, оставшуюся водную часть подщелачивают 20% NaOH до pH 10, переносят в делительную воронку и токсиканты экстрагируют хлороформом (3× 20—30 мл). Объединенный экстракт высушивают, пропуская через безводный сернокислый натрий, и растворитель выпаривают досуха.

После экстракции токсикантов из почвы и отгона растворителя сухой остаток в колбе растворяют 10 мл смеси диэтилового эфира с н-гексаном (1 : 2). Полученный раствор пропускают через безводный флоризил.

Экстракты упаривают и количественно наносят на пластинки СИЛУФОЛ или на стеклянные пластинки на расстоянии 20 мм от края, трижды обмывают колбу 2—3 мл диэтилового эфира; экстракты наносят так, чтобы диаметр пятна

не превышал 4—6 мм. Пластинки с нанесенными пробами помещают в камеру для хроматографирования; подвижный растворитель — бензол, ацетон (60 : 1,5). Край пластинки погружают в растворитель на 5—7 мм. Когда фронт растворителя поднимается на 10 см, пластинку вынимают из камеры и просушивают. Затем камеру ополаскивают, вновь заполняют смесью растворителя и производят повторную разгонку. Для обнаружения и определения пропанида пластинку термостатируют 10 минут при 160° С, затем охлаждают, опрыскивают последовательно проявляющими реактивами I, II, III. При наличии в пробе пропанида, его метаболита 3,4-ДХА появляются фиолетовые пятна на белом фоне, имеющие величину Rf для пропанида = 0,26 ± 0,02; для 3,4-ДХА = 0,64 ± 0,02.

Построение калибровочного графика

На пластинку для хроматографирования наносят стандартный раствор пропанида и 3,4-ДХА, содержащие 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45 мкг пропанида и 3,4-ДХА. Пластинки хроматографируют так же, как и исследуемые пробы. Определяют площади пятен и по полученным данным строят калибровочный график. Он сохраняет прямолинейность в пределах от 5 до 40 мкг пропанида и 3,4-ДХА в пробе.

Расчет анализа

Измеряют площади пятен пробы на пластинке для хроматографии и по калибровочному графику определяют количество пропанида и его метаболита в пробе. Концентрацию пропанида в почве рассчитывают по формуле:

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

С — концентрация пропанида или 3,4-ДХА 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