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

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЕПТАХЛОРА В ПОЧВЕ ХРОМАТОГРАФИЕЙ В ТОНКОМ СЛОЕ

Принцип и характеристика метода

Метод основан на экстракции пестицида из пробы почвы органическим растворителем, очистке экстракта, его концентрировании и последующем хроматографировании в тонком слое сорбента. Подвижной фазой служит н-гексан. 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 1 мкг гептахлора в пробе почвы, полнота определения 90± ±5%. Определению гептахлора в почве могут мешать содержащиеся в ней примеси других хлорорганических пестицидов, в частности, альдрин, ДДЭ, которые имеют близкую с гептахлором величину Rf.

Аппаратура и посуда

Колбы с притертыми пробками на 250 500 мл.

Шуттель-аппарат (аппарат для встряхивания).

Воронка с бумажным фильтром.

Водяная баня.

Прибор для отгонки растворителей (круглодонная колба на 50—100 мл со стеклянным переходником и холодильником).

Стеклянные пластинки для хроматографии размером 9×12 см.

Микропипетки для нанесения стандартных растворов (0,1 мл).

Микропипетки, пастеровские пипетки с оттянутым кончиком или шприцы для нанесения проб.

Камера для хроматографирования.

Пульверизатор стеклянный для опрыскивания пластинок.

Ртутно-кварцевая лампа.

Сита с отверстием 0,4—0,6 мм.

Сушильный шкаф.

Эксикатор для хранения готовых к употреблению хроматографических пластинок.

Пробирки центрифужные.

Пластинки для хроматографирования. Промытую хромовой смесью, дистиллированной водой и высушенную стек-

лянную пластинку 9×12 см промывают этиловым спиртом хлороформом или эфиром и покрывают сорбционной массой. Сорбционную массу готовят следующим образом: 5 г просеянной через сито 40—60 меш окиси алюминия смешивают в фарфоровой ступке или в склянке с 5 г очищенного и просеянного силикагеля КСК (или 5 г силикагеля LS 5/40μ) и с 0,5 г сернокислого кальция (гипса), прибавляют 25 мл дистиллированной воды, тщательно перемешивают до образования однородной массы, наносят тонким слоем (толщина слоя 0,2—0,3 мм) на приготовленные соответствующим образом пластинки из расчета 1,0 г сорбционной массы на одну пластинку 9×12 см.

Сушат пластинки при комнатной температуре в течение суток, затем их активируют в сушильном шкафу при температуре 110—120° С в течение 10 мин и хранят в эксикаторе над слоем безводного хлористого кальция.

Реактивы и растворы

1. Н-гексан, хч.
2. Ацетон, хч.
3. Натрий сернокислый безводный, хч.
4. Окись алюминия для хроматографии, просеянная через сито 40—60 меш.
5. Готовый к употреблению силикагель LS 5/40μ (ЧССР) или силикагель КСК, просеянный через сито 40—60 меш.
6. Кальций сернокислый ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$), чда (гипс), просушенный в сушильном шкафу при 150—160° С в течение 6 часов. Хранится в склянке с притертой пробкой.
7. Серебро азотнокислое, чда.
8. 25% раствор аммиака, чда.
9. Серная кислота, чда, концентрированная, уд. вес 1,84.
10. Стандартный раствор гептахлора (10 мг ГПХ, хч, растворяют в 100 мл ацетона, хранят в холодильнике в плотно закрытой склянке).
11. Проявленный реактив. К 0,75 г азотнокислого серебра прибавляют 15 мл дистиллированной воды, 35 мл ацетона и 5 мл 25%-ного водного раствора аммиака. Готовят в день употребления. На пластинку 9×12 см расходуется 8—12 мл раствора.

Отбор проб

С выбранного участка отбирают смешанный образец почвы, состоящий из 5 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

Поступившие в лабораторию пробы почвы высушивают до воздушно-сухого состояния на бумаге в тени. После высушивания проба почвы перетирается в фарфоровой ступке и просеивается через почвенное сито с размером отверстий 0,5 мм.

Отобранную среднюю воздушно-сухую пробу почвы весом в 100 г помещают в колбу с притертой пробкой, заливают смесью н-гексан-ацетон (4 : 1) так, чтобы слой почвы был покрыт экстрагентом на 1,5 –2 см. Экстракцию осуществляют на шуттель аппарате в течение 2-х часов или оставляют на ночь. После экстракции экстракт отделяют от почвы с помощью фильтрации через бумажный фильтр и слой безводного сернокислого натрия. Пробу почвы снова заливают три раза растворителем (1 раз по 40 мл) и встряхивают 20—30 мин, а промывные порции фильтрата сливают вместе с первоначальным фильтратом. Сюда же отсасывают из почвы оставшийся в ней в адсорбированном состоянии экстракт с использованием воронки Бюхнера.

Полученный экстракт переносят в делительную воронку, прибавляют 10 мл концентрированной серной кислоты и ос-

торожно встряхивают несколько раз. Отделяют органический слой и отгоняют растворитель в приборе для отгонки до небольшого объема (0,3—0,5 мл). Исследуемую пробу наносят пипеткой на хроматографическую пластинку. Хроматографическую пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру, на дно которой за 30 мин до начала хроматографирования наливают подвижный растворитель н-гексан так, чтобы край пластинки был погружен в него не более, чем на 0,5 см.

После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см пластинку вынимают из камеры и оставляют на некоторое время для испарения растворителя.

Затем пластинку орошают с помощью пульверизатора проявляющим реактивом и подвергают ультрафиолетовому облучению (*лампа ПРК-4 или БУВ-15*) в течение 10—15 мин до появления пятен серо-черного цвета величиной Rf=0,62.

Построение калибровочного графика

На пластинку для хроматографирования наносят стандартный раствор гептахлора (100 мкг/мл) в объеме 0,01, 0,03, 0,05, 0,07, 0,1, 0,15, 0,20 мл, что соответствует 1, 3, 5, 7, 10, 15, 20 мкг гептахлора. Пластинки хроматографируют и обрабатывают так же, как и исследуемые пробы. Определяют площади пятен и по полученным данным строят калибровочный график. Он сохраняет прямолинейность в интервале концентраций 1—20 мкг ГПХ в пробе.

Расчет анализа

Измеряют площадь пятна пробы на пластинке для хроматографирования и по калибровочному графику определяют количество гептахлора в пробе. Концентрацию гептахлора в почве определяют, рассчитывая по формуле:

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

C — концентрация гептахлора 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 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