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

1. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИЛОРА В ПОЧВЕ ХРОМАТОГРАФИЕЙ В ТОНКОМ СЛОЕ

Принцип и характеристика метода

Метод основан на экстракции пестицида н-гексаном из пробы почвы, очистке экстракта, его концентрировании и хроматографии в слое окиси алюминия. В качестве подвижного растворителя используется н-гексан. Количественное определение препарата проводится путем сравнения площадей пятен пробы и стандартов. Метод позволяет определить 0,5 мкг дилора в пробе. Полнота определения 90±10%. Метод специфичен.

Аппаратура и посуда

Колбы конические с притертыми пробками на 700 мл.
Воронки для фильтрования.
Делительные воронки на 250 мл.
Аппарат для встряхивания.
Прибор для отгонки растворителей.
Микропипетки для нанесения стандартных растворов.
Пипетки или шприцы для нанесения проб.
Лабораторный штатив.
Камера для хроматографирования.

Стеклянные пластинки 9×12 см. Они покрываются сорбционной массой. Сорбционная масса для приготовления четырех пластинок состоит из 5 г окиси алюминия, 0,5 г медицинского гипса и 7,5 мл дважды перегнанной воды.

Пульверизатор стеклянный.
Ртутно-кварцевая лампа.

Реактивы и растворы

1. Н-гексан.
2. Серная кислота, хч, концентрированная.
3. Окись алюминия безводная, чда.
4. Кальций сернокислый, чда. Просушивают в сушильном шкафу 6 ч. при 150—160° С. Хранят в банке с притертой пробкой.

5. Натрий сернокислый безводный, хч.
6. Спирт этиловый.
7. Серебро азотнокислое.
8. 25%-ный раствор аммиака.
9. *Проявляющий реактив* (0,85 г *азотнокислого серебра*, 2,5 мл аммиака и 97 мл дважды дистиллированной воды).
10. Стандартный раствор дилора (100 мкг/мл).

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

При определении дилора в почве навеску сухо-воздушной почвы (100 г), растертую в фарфоровой ступке и просеянную через почвенное сито 0,5, помещают в коническую колбу на 700 мл. Пробу почвы заливают до покрытия н-гексаном и взбалтывают в аппарате для встряхивания в течение часа.

Экстракт фильтруют через воронку, заполненную безводным сернокислым натрием. Пробу дважды промывают 30—

40 мл н-гексана. Экстракты объединяют и переносят в делительную воронку, прибавляют 10 мл концентрированной серной кислоты и осторожно встряхивают несколько раз. Отделяют органический слой и отгоняют растворитель в приборе для отгонки до небольшого объема (0,3—0,5 мл). Этот объем количественно наносят пипеткой или шприцем на хроматографическую пластинку.

Хроматографическую пластинку с нанесенным экстрактом и стандартами в вертикальном положении помещают в камеру для хроматографирования и погружают на 1 см в подвижный растворитель (перегнанный н-гексан). Хроматографирование проводят до поднятия фронта подвижного растворителя на высоту 10 см. Затем пластинки высушивают, опрыскивают проявителем, хроматограммы подвергают ультрафиолетовому облучению до четкого появления пятен стандарта (10—30 минут). Идентификация дилора проводится по величине его Rf, которая равна 0,8.

Построение калибровочного графика

На пластинку для хроматографирования наносят стандартный раствор дилора (100 мкг/мл) в объеме 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5 мл, что соответствует 10, 20, 30, 40, 50 мкг дилора, а также разведение стандартного раствора 1 : 10 в объеме 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 мл, что соответствует 2, 4, 6, 8 мкг дилора.

Пластинки хроматографируют и обрабатывают также 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 дилора в пробе. Концентрацию дилора в почве рассчитывают по формуле:

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

С — концентрация дилора 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