

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ**

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по определению микроколичеств
пестицидов в продуктах питания,
кормах и внешней среде**

**Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии,
болезнями растений и сорняками**

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Данные методики апробированы и рекомендованы
в качестве официальных Группой экспертов при
Госкомиссии, болезнями растений и сорняками

Москва- 1987 г.

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, популяционно-токсикологических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний истекает одновременно до утверждения гигиенических нормативов.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

Методические указания согласованы и одобрены Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л. Г. Александрова, Д. Б. Гиренко, А. А. Калашникова (зам. председателя),
М. А. Клисанко (председатель), Г. Н. Кароткова, В. Б. Кривачук,
Г. А. Хохолькова, А. М. Шмидтина.

" У Т В Е Р Ж Д А Ю "

Заместитель Главного
Государственного санитарного врача СССР

А.Н.ЗАМЧЕНКО

" 27 " апреля 1984 г.

№ 2996-84

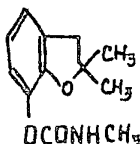
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по определению карбофурана в биологических средах
/кровь, моча/ методом тонкослойной хроматографии

1. Краткая характеристика препарата

1.2. /2,2-Диметил-2,3-дигидробензофурил-7/-N-метилкарбамат

1.3.

 $C_{12}H_{15}NO_3$

М.м. 221,26

1.4. Фурадан, карбофуран, даифуран

1.5. Белое кристаллическое вещество, температура плавления 150-152°C. Давление пара при 33°C 0,0026Па ($2 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.), при 50°C - 0,0146 Па ($1,1 \cdot 10^{-4}$ мм рт.ст.). Растворимость при 25°C (г/100г): в воде 0,07, в ацетоне - 15, хлористом метиле - 12, этаноле - 4, петролейном эфире - менее 1. Карбофуран устойчив в нейтральной и кислой средах, разлагается в щелочной среде, в течение при температуре выше 130°C.

Выпускается в виде 75%-ного в.п. и гранул с содержанием действующего вещества 2, 3, 5 и 10%.

ЛД₅₀ для крыс 6 - 14 мг/кг, для собак 19 мг/кг. Длительная токсичность 75%-ного в.п. для пролагов 3400 мг/кг.

Карбофуран - акарицид, нематоцид, системный инсектицид.

2. Методика определения карбофурана в биоматериалах: крови, моче.

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Определение основано на извлечении карбофурана из исследуемой пробы смеси диэтилового эфира и хлороформа в соотношении 1:2 (по объему) с последующим хроматографированием в тонком слое. Проявление основано на реакции азосочетания продуктов щелочного гидролиза с п-нитрофенилдиазонием.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Нижний предел обнаружения - 0,2 мкг/мл для крови, 0,2 мкг/г для мочи.

Среднее значение определения стандартных количеств карбофурана, % - 90 - 95.

Стандартное отклонение, % - 6,5

Доверительный интервал среднего при $P = 0,95$ и $n = 6$, $\pm 8,2$

Диапазон определяемых концентраций на пластинках "Силуфол" 0,2 - 10 мкг

Число параллельных определений $n = 6$

Доверительная вероятность $P = 0,95$

2.1.3. Избирательность метода

Метод специфичен. Другие пестициды, применяемые на посевах сахарной свеклы, картофеля, определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы

Карбофуран, х.ч.

n-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Эфир для наркоза. Фармакодея СССР.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, 0,1n и 0,25n растворы

Спирт этиловый, 96%-ный, ТУ 6-09-17-10-77

Натрий сернокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4166-76

Кали едкое, х.ч., ОСТ 9285-78, 15%-ный раствор в спиртово-

водном растворе (15 г КОН растворяют в смеси 60 мл этанола и 40 мл вод.

п-Нитроанилин, ч.д.в., ТУ 6-09-258-77, 0,02%-ный раствор на 0,1 н соляной кислоте (20 мг п-нитроанилина растворяют в 100 мл 0,1 н соляной кислоты). Раствор хранят в холодильнике в течение шести месяцев.

Натрий азотистокислый, х.ч., ТУ 38-10274-79, 0,8%-ный раствор. Раствор хранят в холодильнике в течение шести месяцев.

Этилацетат, х.ч., ГОСТ 22300-76

Лимоннокислый натрий, ч., ГОСТ 22280-76, 5%-ный раствор

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-09-4263-76

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Проявляющий реагент. Непосредственно перед анализом смешивают 0,02%-ный раствор п-нитроанилина в 0,1 н соляной кислоте и 0,8%-ный раствор азотистокислого натрия в соотношении 10:1.

Подвижный растворитель: смесь бензола и этилацетата в соотношении 13:7.

Вата медицинская, обезжиренная, обработанная дважды этиловым эфиром и высушенная

Бумага фильтровальная

Пластины "Силуфол-UV 254" размером 150 × 150 мм (ЧССР)

Приготовление стандартного раствора карбофурана. 10 мг химического чистого карбофурана в 100 мл эфира концентрации 100 мг/мл. Хранят в холодильнике в течение месяца.

2.3. Приборы и посуда

Декалитровые воронки емкостью 250 мл, ГОСТ 8613-75

Пробирки с протертыми пробками емкостью 20 мл, ГОСТ 8613-75

Воронки химические диаметром 5 - 10 см, ГОСТ 8613-75

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10365-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74

Баня водяная, ТУ 46-22-603-75

Аппарат для встряхивания, ТУ 6421-1081-73

лоп-риатель ротационный, ИР-ИМ, ТУ 25-ИИ-9И7-78

Грушевидные колбы для отгонки растворителя, ГОСТ 13394-72

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74: колбы мерные емкостью 100 мл, пипетки емкостью 1, 5, 10 мл, микропипетки емкостью 0,1 мл, стаканы химические емкостью 100 мл.

2.4. Подготовка к определению

2.4.1. Отбор проб

Кровь. Цельную кровь помещают в пробирку, предварительно смоченную 5%-ным раствором лимоннокислого натрия.

Моча. Для проведения анализа на карбофуран собирают суточную пробу мочи.

2.5. Проведение анализа

2.5.1. Экстракция

Кровь. В пробирку с 1 мл цитратной крови приливают дважды по 5 мл дистиллированной воды, тщательно перемешивают. Содержимое из пробирки переливают в делительную воронку емкостью 250 мл. При переливании крови из пробирки в делительную воронку, оставшую на стенках пробирки кровь, необходимо смыть водой. Экстрагируют пробу дважды смесью этилового эфира и хлороформа (1 : 2) по 8 мл в течение 10 минут. После разделения жидкостей нижний органический слой сливают в круглодонную колбу, емкостью 50 мл со шлифом. Экстракт высушивают, пропуская жидкость через слой сернокислого натрия высотой слоя 1 см, помещенного в воронку. Колбу с объединенным экстрактом подсоединяют к холодильнику и под вакуумом при температуре 50°C отгоняют растворитель до объема 0,2 - 0,3 мл.

Моча. 5 мл из суточного количества мочи берут для анализа. Дважды экстрагируют смесью диэтилового эфира и хлороформа (1 : 2) по 8 мл в течение 10 минут. Экстракт объединяют, высушивают сернокислым натрием и отгоняют под вакуумом при температуре не вы-

ше 50°C до объема 0,2 - 0,3 мл.

2.5.2. Хроматографирование. Скопцентрированный экстракт кеш-чественно наносят на хроматографическую пластинку. Кювету, где находился экстракт тщательно промывают небольшими порциями ацетона (до 1 мл) и наносят в центр пятна. Рядом с пробой наносят стандартный раствор карбофурана от 0,2 до 10 мкг. Пластинку с нанесенными пробой и стандартным раствором хроматографируют в камере, куда предварительно наливают подвижный растворитель. После разгонки, пластинку вынимают из камеры и высушивают на воздухе до полного испарения подвижного растворителя.

2.5.3. Проявление пластинок

Пластинку обрабатывают 15%-ным раствором едкого кали. Через 2 - 3 минуты обрабатывают проявляющим реагентом.

Карбофуран на пластинке проявляется в виде пятна сиреневого цвета со значением R_f $0,7 \pm 0,05$.

2.6. Обработка результатов анализа.

Оценку содержания карбофурана проводят путем визуального сравнения размера пятен пробы и пятен стандартов, а также путем фотометрирования хроматограммы карбофурана

Расчет количества карбофурана в пробе (мкг/мл, мг/л) проводят по формуле;

$$X = \frac{A \cdot B}{P \cdot B} \cdot \text{где:}$$

X - содержание карбофурана в пробе; мкг/мл или мг/л;

A - количество препарата, найденное в пробе; мкг;

B - объем экстракта, нанесенный на пластинку; мл;

Б - общий объем пробы, мл.

P - объем пробы, взятый для анализа, мл.

2.7. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях, а также правила устройства, техники безопасности, производственной санитарии, противоэпидемического

режима и личной гигиены при работе в лабораториях, отделениях санитарно-эпидемиологических учреждений системы МВ СССР №2455-81 от 20.10.81 г.

8. Настоящая методика разработана в лаборатории аналитической химии пестицидов Киевского научно-исследовательского института гигиены труда и профзаболеваний ст.инженером-химиком Оськиной В.Н.