

**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 по болезням растений и сорнякам

Москва - 1987 г.

Настоящие методические указания пред назначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрономических, колхозально-технических лабораторий Госагропрома СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и пищевой среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических нормативов.

Методические указания одобрены 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.Калашник (зам. председателя),
М.А.Кышсанто (председатель), Г.И.Изроткова, В.Е.Кривачук,
Г.А.Хохольская, А.М.Шмитгудина.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного
Государственного санитарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

— 27 — апреля 1981 г.
№ 2996-84

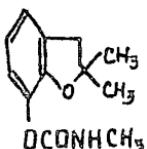
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

I. Краткая характеристика препарата

I.2. /2,2-Диметил-2,3-дигидробензофурил-7-/N-метилкарбамоат

I.3.

 $C_{12}H_{15}NO_3$

M.m. 221,25

I.4. Фурадем; карбофуран, дайафуран

I.5. Белое кристаллическое вещество, температура плавления 150-152°C. Давление пара при 33°C 0,0026 Па ($2 \cdot 10^{-5}$ 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,酢酸中 - 15, хлористом метилене - I2, эти-
ноде - 4, петролейном эфире - менее I. Карбофуран устойчив в ней-
тральной и кислой средах, разлагается в щелочной среде, в такне
при температуре выше 130°C.

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

LD_{50} для крыс 6 - 14 мг/кг, для собак 19 мг/кг. Летальная
концентрация 75%-ного с.п. для крысоков 3400 мг/кг.

Карбофуран - оксогидроизопреноид, неметоцид, смешанный инсектицид.

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

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

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

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Нижний предел обнаружения - 0,2 мкг/мл для крови, 0,2 мг/л 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, картофеле, определению не мешают.

2.2. Реактивы и растворы

Карбофуран, х.ч.

и-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Эфир для наркоза. Фармакодекс СССР.

Кислота соляная, ГОСТ ЗПБ-77, 0,1н и 0,25н растворы

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

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

Калий едкий, х.ч., ОСТ 9285-78, 15%-ный раствор в спиртово-

водном растворе (15г KOH растворяет в смеси 60мл стакана и 40мл воды п-Нитроанилин, ч.д.е., ТУ 6-09-258-77, 0,02%-ный раствор на 0,1н соляной кислоте (20 мг п-нитроанилина растворяют в 100 мл 0,1н соляной кислоты). Раствор хранят в холодильнике в течение шести месяцев.

Натрий азотистокислый, х.ч., ТУ 38-І0274-79, 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

Произвляющий реагент. Непосредственно перед анализом смешивают 0,02%-ный раствор п-нитроанилина в 0,1н 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

Пластинки "Силуфол-UV 254" размером 150 x 150 мм (ЧССР)

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

2.3. Приборы и посуда

Десятимиллилитровые воронки ёмкостью 250 мл, ГОСТ 8613-75

Пробирки с притертными пробками ёмкостью 20 мл, ГОСТ 8613-75

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

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10597-74

Банка водичная, ТУ 46-22-603-75

Аппарат для вспранияния, ТУ 6421-1081-73

рстворитель ротационный, ИР-ИМ, ТУ 25-И-917-78

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 из карбонурата 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 передевании крови из пробирки в делительную воронку, оставшую на стенках пробирки кровь, необходимо смыть водой. Экстрагируют пробу дважды смесь 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 штифтом. 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 смесь 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 выше

не 50°C до объема 0,2 - 0,3 мл.

2.5.2. Хроматографирование. Сконцентрированный экстракт качественно наносят на хроматографическую пластинку. Колбу, 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 пробами 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 калия. Через 2 - 3 минуты обрабатывают проявляющим реагентом.

Карбофурен на пластинке проявляется ^{в виде} пятна сиреневого цвета со значением R_f 0,7 ± 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:

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

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

A - количество препарата, найденное в пробе; мкг;

B - объем экстракта, нанесенного на пластинку; мл;

V - 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, противопожарического

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 гигиени труда и профзаболеваний ст.инженером-химиком Оськиной В.Н.