

РОСКОММССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНИКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

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

ЧАСТЬ XIV-я

Москва - 1984

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

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

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

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ :

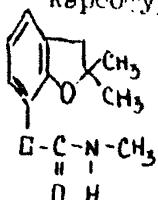
Л.Г. Александрова, Д.В. Гиренко, А.А. Калинина (секретарь),  
М.А. Клисенко (председатель), Г.И. Короткова, Г.А. Ххолькова (зам. председателя), В.Е. Кривенчук.

"Утверждаю"

Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

"24" августа А.И.Звиченко  
1983 г.  
№ 2870-83

Методические указания  
по хроматографическому измерению концентраций  
карбофурана в воздухе рабочей зоны



м.м. 221,3

Карбофуран (синоним - фурадан, действующее начало - 2,3-дигидро-2,2-диметил-7-бензофуранил N-метилкарбамат) - белое кристаллическое вещество с Т.пл. 150-152°C, в 100г воды растворяется 70мг. Растворимость при 25°C % масс.: в酢тоне - 15, виноградном спирте - 14, хлористом метилене - 12, этиловом спирте - 4. Упругость паров  $2 \cdot 10^{-5}$  мм рт.ст. при 33°C. Выпускается в виде 75%-ного сгущившегося порошка, 5- и 10%-ных гранулированных препаратов. При применении может находится в воздухе в виде паров. ЛД<sub>50</sub>(по д.в.) крысы самцы - 18,8мг/кг.

1. Характеристика метода

1. Определение основано на хроматографировании карбофурана в тонком слое силикагеля с последующим обнаружении зоны локализации препарата по реакции взаимодействия продуктов теплового гидролиза с п-нитрофенилгидразином.

2. Отбор проб проводился с концентрированием(активированный уголь).

3. Предел измерения в анализируемом объеме проби-0,5мкг.

4. Предел измерения в воздухе-0,025мг/м<sup>3</sup>(при отборе 20л воздуха).

5. Диапазон измеряемых концентраций-0,025-1,0мг/м<sup>3</sup>.

6. Определению не мешают другие карbamаты и метаболиты карбофурана.

7. Граница суммарной погрешности измерения- $\pm 13-15\%$ .

8. Предельно допустимая концентрация карбоурана в воздухе рабочей зоны - 0,05мг/м<sup>3</sup>.

Л.Реактивы, растворы и материалы

Карбоуран, х.ч.(фирма ФМС или полученный очисткой технического препарата).

Ацетон, ч.д.с., ГОСТ 2303-79

Бензод,х.ч., ГОСТ 5955-75

Этилацетат, ч.д.с., ГОСТ 22900-76

Спирт этиловый, 96%-ный, ГОСТ 5963-67

Эфир диэтиловый (медицинский для наркоза), ГОСТ 6265-74

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-09-4263-76

Кислота соляная конц., х.ч., ГОСТ 3118-77, 0,1N раствор п-нитроанилин, ч.д.с., ТУ 6-09-258-77

Натрий щавелекислый, х.ч., ГОСТ 4197-74, 0,5%-ный раствор

Кали щадко, тахы, ГОСТ 9285-78

Уголь активированный марки ВАУ или КСТ, ГССТ 611 752.

Для одной пробы достаточно около 1,0г сорбента.

Вата медицинская обезжиренная

Подвижная фаза: бензол-этилацетат (13:7)

Проявляющий реагент №1. 15%-ный раствор щадко кали в спиртово-водном растворе (15г щадко кали растворяют в смеси 60мл этанола и 40мл воды).

Проявляющий реагент №2. 1) 0,02%-ный раствор п-нитроанилина в 0,1N соляной кислоте. 2) 0,5%-ный раствор щавелекислого натрия. Непосредственно перед анализом растворы 1 и 2 смешивают в соотношении 10:1.

Стандартный раствор карбоурана в диэтиловом афире концентрации 100мкг/мл. Препаратор устойчив в течение 2-х недель при хранении в холодильнике.

Получение химически чистого карбоурана из технического препарата. 15-30г 5-10%-ного гранулированного карбоурана растворяют в 10-15мл ацетона. Хорошо перемешивают в течение 5 минут. Отделяют экстракт от твердых частиц. В жидкость доливают 30мл дистиллированной воды, при этом выпадают белые кристаллы препарата. На воронке Бунзена отмывают кристаллы 100мл воды, добавляя воду порциями по 25мл. Проверяют чистоту очистки по температуре плавления, а также по значению R<sub>f</sub>

карбоурано. Выход химически чистого препарата около 60%.

#### Б. Приборы и посуда

##### Аспирационное устройство

"Спиритель ротационный ИР-1М ТУ 23-11-917-74

Денситометр "ЕИАН-170"

Стеклянная гофрированная трубка. Длина трубки 70мм, внутренний диаметр 12мм. Заполненную активированным углем трубку, закрывают с обеих концов обезвиренной ватой. Для транспортировки и хранения проб оба конца стеклянной трубки закрывают резиновыми трубками со стеклянными заглушкиами.

Колбы грушевидные для отгонки растворителя, ГОСТ 18394-71

Шприц медицинский емкостью 1мл, микропипетка или стеклянный капилляр

Хроматографическая камера

Пульверизаторы стеклянные

Пластинки для тонкослойной хроматографии "Силуфол" производство ЧССР размером 150x150мм

#### 14. Установка прибора для отбора проб зоодуха

Исследуемый воздух аспирируют через два последовательно соединенных гофрированных трубки, заполненные активированным углем, со скоростью 1л/мин в течение 20 минут. Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 10л. Пробы можно хранить в течение месяца в холодильнике.

#### У. Условия анализа

Адсорбированные активированным углем пары карбоурана извлекают смесью хлороформа с диэтиловым эфиром (2:1). Для этого к гофрированной стеклянной трубке присоединяют воронку. Для промывки угля требуется 12-14мл смеси. Воронку присоединяют к тому концу трубки, который был соединен с аспиратором. Промывают сорбент порциями дважды по 6-8мл растворителя. Объединенный экстракт сливают в отгонную колбу и упирают на водяной бане при температуре 50°C до объема 0,2-0,3мл. Концентрированный экстракт при помощи стеклянного капилляра количественно наносят на хроматографическую пластинку. Справе и слева от пробы на расстоянии 2 см микропипеткой наносят отмеренные объемы стандартных растворов карбоурана от 0,5 до 20мкг. Пластинку помешают в хроматографическую камеру, куда предварительно ее 3-5 минут, наливают подвижный растворитель

бензол-этилэфетат (13:?). После того, как подвижный растворитель поднимается на 10 см, пластинку вынижают и высушивают на воздухе до полного испарения следов растворителя. Пластинки опрыскивают проявляющими реактивами №1 и через 2-3 минуты - реактивом №2.

При наличии в пробе карбофурана на пластинке проявляется окрашенное пятно сиреневого цвета со значением  $R_f = 0,63$ . Окраска пятна устойчива в течение 1,5 месяца.

Количественное определение карбофурана проводят путем низуального сравнения интенсивности окраски и размера пятна пробы с интенсивностью пятен стандартной шкалы, а также путем фотометрирования хроматограммы карбофурана на денситометре "ВИАН 170" при зеленом светофильтре (530-540 нм) и скорости движения диаграммной ленты 30 мм/мин. В этом случае концентрацию вещества в интервале 0,5-20 мкг определяют по калибровочному графику, где наблюдается прямая зависимость  $S_{\text{мм}^2} = C(\text{мкг})$ .

Концентрацию карбофурана ( $X$ ) в воздухе в  $\text{мг}/\text{м}^3$  вычисляют по формуле

$$X = \frac{S}{V_{10}}, \text{ где:}$$

$S$  - количество карбофурана, найденное в пробе, мкг;

$V_{10}$  - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л.

#### У1. Требования безопасности

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях. Выполнять меры предосторожности с карбофурном, как о препаратом, относящимся к группе СДЯВ.

#### У2. Разработчик.

Осекина Валентина Николаевна

Киевский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний.

## СОДЕРЖАНИЕ

I. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ В  
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ:

	стр.
Агелона и ситрина . . . . .	3
Актеллика и примисида . . . . .	8
Алара . . . . .	13
Бензоилпропиола и этилового эфира N-3,4-дихлор- фенилаланина . . . . .	17
Беномила и БМК . . . . .	22
Бентазона . . . . .	30
Биоресметрина . . . . .	35
Болстара . . . . .	40
Бронокота . . . . .	48
Бутилкаптакса . . . . .	52
Бутокарбоксима . . . . .	59
Гидрела . . . . .	63
ГМК-Na . . . . .	66
Даконила . . . . .	70
Диазинона, эптами, гамма-изомера ГХГ, фенмединифама, ленапила, фосфамида и пиразона . . . . .	77
Дигидрэла . . . . .	89
Диквато . . . . .	93
Зоокумагина . . . . .	97
Карбофурана . . . . .	100
Крошетона . . . . .	104
Менида и 3-хлор-4-метилэнапиана . . . . .	108
Метазина и компонентов тиробицидной смеси "карагард" .	113
Митака . . . . .	118
Офунака . . . . .	124
Пликтрана . . . . .	128
Ратнидана . . . . .	132
Раундана . . . . .	138
Ровраля . . . . .	143
Розалина . . . . .	148
Синтетических пяретроидов (амбуш, декс, рипкорд, суминидин) . . . . .	154
Стомпа . . . . .	161

	стр.
Сумилекса . . . . .	166
Томилона . . . . .	173
Триморфамида . . . . .	180
Фекама-трибуфона . . . . .	186
Фталана . . . . .	192
Препарата 242 и металлического хлорида (МХ) . . . . .	200
Хостаквика . . . . .	206
Эдила . . . . .	210
 П. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЬЙ СРЕДЕ	
 Хлорогранические пестициды	
Методические указания по определению остаточных количеств гексахлорана (линдана) в сушеном картофеле полярографическим методом . . . . .	218
 Фосфорогранические пестициды	
Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах животного происхождения методом тонкослойной хроматографии . . . . .	218
Методические указания по определению метафоса, фосфамида и хлорофоса в сушеных овощах и плодах (картофель, морковь, петрушка, яблоки, груши, слива) методами тонкослойной и газо-жидкостной хроматографии . . . . .	223
Временные методические указания по определению метилнитрофоса, фенитрооксона и п-нитрокрезола в лесной растительности и почве тонкослойной хроматографией . . . . .	241
Методические указания по определению трихлорметафоса-З и его метаболитов в биоматериале методом газо-жидкостной хроматографии . . . . .	252

## Автосодержащие пестициды

	стр.
Методические указания по хроматографическому определению буторакбоксона в почве, воде и растительном материале . . . . .	260
Методические указания по определению ,IMK-Na, гидрела, дигидрела методом спектрофотометрии в воде, растительном материале (томаты, блоки, свекла). . . . .	267
Временные методические указания по определению лонтре-ла в воде, почве и растениях методом газо-жидкостной хроматографии . . . . .	275
Временные методические указания по определению павлана методом газо-жидкостной хроматографии в почве, табаке и в табачном дыме . . . . .	285
Временные методические указания по определению розалина в растительных объектах, воде и почве хромато-спектрофотометрическим методом . . . . .	296
Методические указания по определению трефлана в воде, почве, томатах и капусте методом УФ-спектро-Фотометрии с использованием тонкослойной хроматографии . . . . .	305
Методические указания по фотометрическому определению эдила в воде, растительном масле, семенах подсолнечника, траве . . . . .	311
Методические указания по определению остаточных количеств пинеба в сушеных овощах и плодах фотометрическим методом . . . . .	317
<b>Биопрепараты</b>	
Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата вирин-диприона на растительных объектах ИФ-методом . . . . .	325
Временные методические указания по определению остаточных количеств биопрепарата вирин-КШ на растительных объектах иммуно-флуоресцентным методом. . . . .	331