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.

gost.e-ecolog.ru

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, контрольно-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 устанавливается 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.Калинина (зам.председателя), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук, Г.А.Хохолькова, А.М.Шмигидина.

"У Т В Е Р Ж Д А Ю"

Заместитель Главного
Государственного сани-
тарного врача СССР

А.И.ЗАЙЧЕНКО

"27" апреля 1984 г.

№ 2996-84

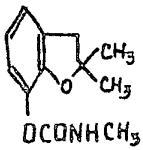
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

I. Краткая характеристика препарата

I.2. /2,2-Диметил-2,3-дигидробензфурил-7/-N-метилкарбамат

I.3.



$C_{12}H_{15}NO_3$

М.м. 221,25

I.4. Фурадан, карбофуран, дайафуран

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

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

$ЛД_{50}$ для крыс 8 - 14 мг/кг, для собак 19 мг/кг. Дермальная токсичность 75%-ного с.п. для кроликов 3400 мг/кг.

Карбофуран - акарицид, нематоцид, системный инсектицид.

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

2.I. Основные положения

2.I.I. Принцип метода

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

2.I.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 - I0 мкг

Число параллельных определений n =6

Доверительная вероятность P = 0,95

2.I.3. Избирательность метода

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

2.2. Реактивы и растворы

Карбофуран, х.ч.

н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603-79

Эфир для наркоза. Фармакопея СССР.

Кислота соляная, ГОСТ 3II8-77, 0,Iн и 0,25н растворы

Спирт этиловый, 96%-ный, ТУ 6-09-I7-I0-77

Натрий сернокислый безводный, ч.д.а., ГОСТ 4I66-76

Калия едкое, х.ч., ОСТ 9285-78, I5%-ный раствор в спиртово-

водном растворе(I5г KOH растворяют в смеси 60мл этанола и 40мл вод.

п-Нитроанилин, ч.д.а., ТУ 6-09-258-77, 0,02%-ный раствор на 0,Iн соляной кислоте (20 мг п-нитроанилина растворяют в I00 мл 0,Iн соляной кислоты). Раствор хранят в холодильнике в течение шести месяцев.

Натрий азотистокислый, х.ч., ТУ 38-I0274-79, 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,Iн соляной кислоте и 0,8%-ный раствор азотистокислого натрия в соотношении I0:I.

Подвижный растворитель: смесь бензола и этилацетат в соотношении I3:7.

Вата медицинская, обезжиренная, обработанная дважды этиловым эфиром и высушенная

Бумага фильтровальная

Пластинки "Силуфол-UV 254" размером I50 х I50 мм (ЧССР)

Приготовление стандартного раствора карбофурана. I0 мг химически чистого карбофурана в I00 мл эфира концентрации I00мкг/мл. Хранят в холодильнике в течение месяца.

2.3. Приборы и посуда

Делительные воронки емкостью 250 мл, ГОСТ 8613-75

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

Воронки химические диаметром 5 - I0 см, ГОСТ 8613-75

Камера для хроматографирования, ГОСТ I0565-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ I0391-74

Баня водяная, ТУ 46-22-603-75

Аппарат для встряхивания, ТУ 6421-I081-79

испаритель ротационный, ИР-1М, ТУ 25-11-917-78

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 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, оставшуюся 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°С 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-

не 50°С до объема 0,2 - 0,3 мл.

2.5.2. Хроматографирование. Сконцентрированный экстракт количественно наносят на хроматографическую пластинку. Колбу, где находился экстракт тщательно промывают небольшими порциями ацетона (до I мл) и наносят в центр пятна. Рядом с пробой наносят стандартный раствор карбофурана от 0,2 до I0 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 I5%-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 ± 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;

$$X = \frac{A \cdot Б}{Р \cdot В}$$, где;

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

A - количество препарата, найденное в пробе; мкг;

В - объем экстракта, нанесенный на пластинку; мл;

Б - общий объем пробы, мл.

Р - 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.

gost.e-ecolog.ru