

**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- 1967 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

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

## " У Т В Е Р Ж Д А Н И Е "

Заместитель Главного  
Государственного санитарного  
врача СССР

А. И. ЗАМЧЕНКО

" 27 " апреля 1984 г.

№ 2996-84

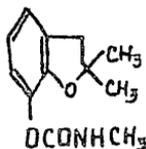
## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

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

I. Краткая характеристика препарата

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

I.3.

 $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}\text{O}_3$ 

М.м. 221,25

I.4. Фурадан, 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, 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 свыше 130°C.

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

LD<sub>50</sub> для крыс 6 - 14 мг/кг, для собак 19 мг/кг. Дермальная токсичность 75%-ного в.п. для кроликов 3400 мг/кг.

Карбофуран - акарицид, нематоцид, системный инсектицид.

## 2. Методика определения карбофурана в биообъектах: 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 *p*-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, 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, 0,1*n* и 0,25*n* 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 0,1н 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 38-10274-79, 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 0,1н 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

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

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

### 2.3. Приборы и посуда

Деятельные 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 10565-75

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10591-74

Баня водяная, ТУ 46-22-603-75

Аппарат для встряхивания, ТУ 6821-1081-73

лопиритель 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 пробями 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 проявля<sup>в виде</sup>ется пятнами 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, противоэпидемиологического

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

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