

**Министерство сельского хозяйства
Российской Федерации**

**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**

**Сборник № 22
Часть 2-ая**

**МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.**

УТВЕРЖДЕНО

МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВОО-

ОХРАНЕНИЯ СССР

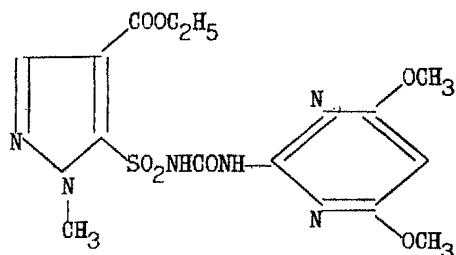
" 29 " июля 1991 г.

№ 6221-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗ-
МЕРЕНИЮ ПИРАЗОСУЛЬФУРОН-ЭТИЛА (СИРИУСА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

1. Характеристика препарата

Пиразосульфурон-этил (сириус, NC-311) этил-5-[3-(4,6-диметоксипири-
мидин-2-ил)уреидосульфони́л]-1-метил-пиразол-4-карбоксилат.



$C_{14}H_{18}N_6O_7S$

М.м. 414

2. Характеристика метода

Метод основан на определении пиразосульфурон-этила (сириуса) мето-
дом газожидкостной хроматографии после концентрирования из воздуха.

Отбор проб с концентрированием (бумажный фильтр "синяя лента").

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 3 нг.

Предел измерения в воздухе $0,01 \text{ мг/м}^3$ (при отборе 100 л воздуха).

Разработчики: Гиренко Д.Б., Кошарновская Т.А., ВНИИГИНТОКС, Киев.

Диапазон измеряемых концентраций 0,01-0,32 мг/м³.

Определению не мешают наполнители технического препарата.

Граница суммарной погрешности $\pm 19,5\%$.

2. Реактивы, растворы, материалы

Пиразосульфурон-этил.

Основной стандартный раствор сириуса, содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 10 мг препарата в мерной колбе на 100 мл в хлороформе. Раствор хранят в холодильнике не более месяца.

Рабочие растворы пиразосульфурон-этила 1-10 мкг/мл готовят из основного раствора.

Бумажные фильтры (синяя лента).

Хлороформ, х.ч., ГОСТ 20015-74.

Трифторуксусный ангидрид, ТУ 6-09-4135-75.

Пиридин, ч., ГОСТ 13647-78.

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-81.

3. Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с ДЭЗ (тип "Цвет", "Газохром" или др.).

Электроаспиратор для отбора проб, ТУ 64-1-868-77.

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Воронки химические, ГОСТ 25336-82.

Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82.

Колбы конические, ГОСТ 25336-82, вместимостью 50, 100 мл.

Фильтродержатели.

Ротационный вакуумный испаритель, ТУ 25-11-917-76.

Микрошприцы на 10 мкл МШ-10, ТУ 2.833.106.

Колонки стеклянные хроматографические, длина 1 м, внутренний диаметр 3 мм.

4. Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через помещенный в фильтродержатель бумажный фильтр "синяя лента" в течение 20 мин. Рекомендуется отобрать 3 параллельные пробы. Пробы хранят не более 3-х суток.

5. Проведение измерения

Бумажный фильтр из фильтродержателя переносят в коническую колбу и заливают 20 мл ацетона. Встряхивают 20 мин. Экстракцию повторяют дважды. Объединяют ацетоновый экстракт, сушат безводным сульфатом натрия и сливают в колбу для отгонки растворителя. Отгоняют растворитель до объема 0,1-0,3 мл при температуре водяной бани не выше 35⁰С. Остаток растворителя удаляют на воздухе. К сухому остатку приливают 50 мкл трифторуксусного ангидрида и 10 мкл пиридина. Выдерживают приготовленный раствор в течение 30 мин, после чего добавляют 1 мл бензола и 5 мл дистиллированной воды, интенсивно встряхивают в течение 2 мин. После разделения фаз 3 мкл бензольного слоя вводят в хроматограф.

6. Условия хроматографирования

Хроматограф с ДЭЗ.

Носитель Хроматон N-AW (0,16-0,20 мм) с 5% ХЕ-60.

Колонка стеклянная длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм.

Температура: испарителя - 250⁰С, детектора - 250⁰С, колонки - 180⁰С.

Скорость газа-носителя - 55 мл/мин (через колонку); 150 мл/мин (на продувку детектора).

Вводимый объем 3 мкл.

Время удерживания фторпроизводного пиразосульфурон-этила - 14 мин.

Линейный диапазон детектирования 3-96 нг.

7. Расчет концентрации

Расчет концентрации препарата (мг/м^3) в воздухе проводят по формуле:

$$X = \frac{A \cdot V \cdot H_{\text{пр}}}{H_{\text{ст}} \cdot V_1 \cdot V_{20}}$$

путем сравнения рассчитываемого пика с пиком, полученным при введении известного количества стандартного вещества при условии, что пики близки по величине и определение ведется в диапазоне линейности детектора.

A-количество стандартного препарата, введенного в хроматограф, нг;

$H_{\text{ст}}$ -высота пика стандартного раствора, мм;

$H_{\text{пр}}$ -высота пика препарата в исследуемой пробе, мм;

V_1 -объем экстракта, введенный в хроматограф, мл;

V-общий объем анализируемого экстракта, мл;

V_{20} -объем воздуха, отобранный для анализа, приведенный к нормальным условиям, мл.

8. Требования безопасности

Необходимо соблюдать общепринятые правила безопасности при работе с органическими растворителями и токсическими веществами.