Утверждены
Министерством здравоохранения СССР
29 июля 1991 г. N 6222-91

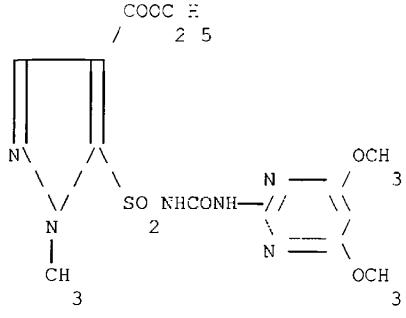
ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПИРАЗОСУЛЬФУРОН-ЭТИЛА (СИРИУСА) В ВОДЕ, ПОЧВЕ, РАСТИТЕЛЬНОСТИ МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Настоящие Методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава РФ, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза РФ и лабораторий других ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов, регуляторов роста растений и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных Группой экспертов при Госхимкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками.

1. Характеристика препарата

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



C H N O S.
14 18 6 7

М.м. 414.

2. Методика определения пиразосульфурон-этила в почве, растительности, воде

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении пиразосульфурон-этила (сириуса) из проб исследуемых объектов подкисленной смесью ацетон и вода, очистке и концентрировании экстрактов с последующим определением методом газожидкостной хроматографии с электронозахватным детектором.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Предел обнаружения в воде - 0,001 мг/л, в почве - 0,02 мг/кг, в растениях - 0,04 мг/кг.

R - размах варьирования, %: 84,6 - 93,2 - в воде; 79,5 - 87,4 - в почве; 76,7 - 82,7 - в растениях.

gost.e-ecolog.ru

С - среднее значение определения, %: 89,0 - в воде, 83,5 - в почве, 79,7 - в растениях;
- стандартное отклонение, +/- %: 4,4 - в воде, 4,1 - в почве, 3,0 - в растениях.

3. Реактивы, растворы, материалы

Пиразосульфурон-этил, с содержанием д.в. не менее 95%.
Этиловый эфир уксусной кислоты, хч, ГОСТ 22300-81.
Хроматон N-AW (0,16 - 0,20 мм) с 5% ХЕ-60.
Кислота соляная, хч, ГОСТ 3118-77, 6 Н водный раствор.
Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79.
о-Фосфорная кислота, хч, ГОСТ 6552-80, 3 Н водный раствор.
Натрий углекислый, хч, ГОСТ 4201-79, 2 М водный раствор.
Натрий сернокислый безводный, чда, ГОСТ 4166-76.
Хлороформ, ГОСТ 20015-74.
Трифторуксусный ангидрид, ТУ 6-09-4135-75.
Пиридин, ч, ГОСТ 13647-78.
Бензол, хч, ГОСТ 5955-81.
Смесь для экстракции: ацетон - вода (7:3).

Основной стандартный раствор пиразосульфурон-этила, 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 2 - 10 мкг/мл. Хранят растворы в холодильнике не более 5 дней.

4. Приборы и посуда

Посуда мерная, ГОСТ 1770-74.
Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.
Воронки химические, ГОСТ 25336-82.
Колбы конические, ГОСТ 25336-82.
Колбы грушевидные, ГОСТ 25336-82.
Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М, ТУ 2511-917-76.
Хроматограф с детектором постоянной скорости рекомбинации (тип "Цвет", "Газохром" или др.).
Микрошприцы на 10 мкл, ТУ 2-833-106.
Колонки стеклянные хроматографические, длина 1 м, d = 3 мм.

5. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов", утвержденными Минздравом СССР 21.08.1979 за N 2051-79. Хранят пробы в морозильной камере (-14 - 20 °С).

6. Проведение определения

6.1. Вода. 1 л воды помещают в делительную воронку, приливают 20 мл 6 н HCl, хорошо перемешивают и препарат трижды экстрагируют этилацетатом порциями по 50 мл в течение 10 мин. Экстракты объединяют, сушат 8 - 10 г безводного сульфата натрия и концентрируют с помощью ротационного вакуумного испарителя при температуре не более 40 °С до объема 0,2 - 0,3 мл.

6.2. Почва, растительный материал. 50 г воздушно-сухой почвы или 10 г измельченного растительного материала помещают в

коническую колбу, увлажняют 10 мл воды, заливают 150 мл смеси ацетон - вода (7:3), добавляют 3 мл 3 н фосфорной кислоты, встряхивают на аппарате для встряхивания в течение 1 часа и фильтруют после отстаивания через бумажный фильтр. Экстракт переносят в делительную воронку, прибавляют 200 мл дистиллированной воды, 50 мл насыщенного хлорида натрия и 1 мл 6 н HCl. Хорошо перемешивают, затем добавляют 150 мл этилацетата и встряхивают в течение 5 мин. Дают отстояться до полного разделения фаз. Водную часть экстрагируют этилацетатом еще 2 раза порциями по 50 мл. Объединяют все этилацетатные экстракты и сушат сульфатом натрия. Упаривают этилацетат до 100 мл, переносят в делительную воронку, добавляют 100 мл 0,2 М Na_2CO_3, встряхивают, дают отстояться до полного разделения фаз (повторяют экстракцию 2 раза). Водные фазы объединяют, добавляют 15 мл 6 Н HCl и 150 мл этилацетата. Встряхивают в течение 5 мин. После разделения фаз этилацетат отделяют от водной фазы, сушат сульфатом натрия и упаривают до объема 0,2 - 0,3 мл.

6.3. Определение методом ГЖХ

Удаляют остаток растворителя 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 5 мкл бензольного слоя вводят в хроматограф.

Условия хроматографирования

Хроматограф с ДПР.

Колонка стеклянная, длина 1 м, d = 3 мм.

Носитель - Хроматон N-AW (0,16 - 0,20 мм).

Неподвижная фаза - 5% ХЕ-60.

Температура: испарителя - 250 °С, детектора - 250 °С, колонки - 180 °С.

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

Вводимый объем - 5 мкл.

Время удерживания фторпроизводного пиразосульфурон-этила - 14 мин.

Минимально детектируемое количество - 2 нг.

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом, который прошел все операции, указанные в п. 6.3.

Содержание пиразосульфурон-этила в пробе (мг/кг (мг/л)) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C_{ст} \times H_{пр} \times V_{ст} \times V_0}{H_{ст} \times V_{пр} \times M},$$

где:

$C_{ст}$ - количество препарата в стандартном растворе, мкг/мл;

$H_{ст}$ - высота пика стандарта, мм;

$H_{пр}$ - высота пика анализируемой пробы, мм;

$V_{ст}$ - объем стандартного раствора, введенного в хроматограф, мкл;

$V_{пр}$ - объем анализируемого раствора, введенного в хроматограф, мкл;

V_0 - объем экстракта анализируемой пробы, мл;

0
М - навеска пробы, г.

7. Требования безопасности

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

gost.e-ecolog.ru