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.

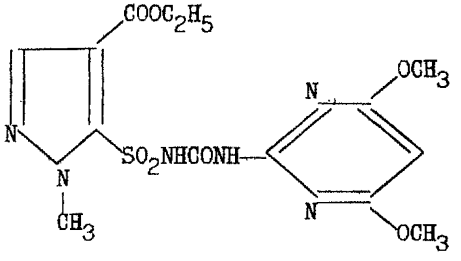
gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВО-
ОХРАНЕНИЯ СССР
" 29 " июля 1991 г.
№ 6221-91

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

1.Характеристика препарата

Пиразосульфурон-этил (сириус,NC-311) этил-5-[3-(4,6-диметоксипиримидин-2-ил)уреидосульфонил]-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) методом 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 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/м^3.

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 35^{0}С.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 - 250^{0}С,детектора - 250^{0}С,колонки - 180^{0}С.

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:

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

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;

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

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

V_1-обьем экстракта,введенный в хроматограф,мкл;

V-общий обьем анализируемого экстракта,мл;

V_{20}-обьем 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.

gost.e-ecolog.ru