

**ОПИСАНИЕ  
ИЗОБРЕТЕНИЯ  
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **20621**

(13) **С1**

(46) **2016.12.30**

(51) МПК

**G 01N 30/02** (2006.01)

(54) **СПОСОБ ОДНОВРЕМЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИЙ  
МЕЗОТРИОНА И ТЕРБУТИЛАЗИНА ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ  
ПРИСУТСТВИИ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ИЛИ СМЫВАХ  
С КОЖНЫХ ПОКРОВОВ**

(21) Номер заявки: а 20130720

(22) 2013.06.06

(43) 2015.02.28

(71) Заявитель: Республиканское унитарное предприятие "Научно-практический центр гигиены" (ВУ)

(72) Автор: Юхник Анна Владимировна (ВУ)

(73) Патентообладатель: Республиканское унитарное предприятие "Научно-практический центр гигиены" (ВУ)

(56) МУК 4.1.1394-03. Определение массовой концентрации Мезотриона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методические указания.

МУК 4.1.1393-03. Определение остаточных количеств Мезотриона в воде, почве, зеленой массе и зерне кукурузы методом газожидкостной хроматографии. Методические указания.

МУК 4.1.2857-11. Определение остаточных количеств Тербутилазина в зеленой массе, зерне и масле кукурузы методом капиллярной газожидкостной хроматографии. Методические указания.

АМЕЛИН В.Г. и др. Вестник Московского университета. Сер. 2 // Химия. - 2012. - Т. 53. - № 6. - С. 392-400.

SCHEWES R. et al. Journal of Chromatography. - 1993. - Vol. 641. - No. 1. - P. 89-93.

PAPADOPOULOS N.G. et al. International Journal of Environmental Analytical Chemistry. - 2012. - Vol. 92. - No. 12. - P. 1429-1442.

UA 79741 C2, 2007.

(57)

Способ одновременного определения концентраций мезотриона и тербутилазина при их совместном присутствии в воздухе рабочей зоны или смывах с кожных покровов, при котором отбирают пробу путем аспирации исследуемого воздуха через фильтр "синяя лента" или путем смыва с кожного покрова марлевым тампоном, смоченным смесью воды и этилового спирта в соотношении 1:1, фильтр или марлевый тампон, из которого предварительно удаляют этиловый спирт, трижды обрабатывают 10 см<sup>3</sup> ацетона при встряхивании в течение 5 мин на электровстряхивателе, объединенный экстракт ацетона фильтруют через фильтр "синяя лента", удаляют ацетон на ротационном испарителе досуха, сухой остаток экстракта растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и анализируют на высокоэффективном жидкостном хроматографе "Agilent 1260 Infinity" с диодно-матричным детектором, хроматографической колонкой Nupersil ODS длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,0 мм, зернением фазы 5 мкм и аналогичной предколонкой, при этом в качестве подвижной фазы используют смесь ацетонитрила и бидистиллированной воды в соотношении 70:30, скорость подвижной фазы составляет 0,4 см<sup>3</sup>/мин, а рабочая длина волны детектора

**ВУ 20621 С1 2016.12.30**

230 нм, после чего определяют концентрацию мезотриона и тербутилазина методом абсолютной калибровки.

Изобретение относится к медицине, к разделу аналитической химии пестицидов, и может использоваться для контроля за содержанием компонентов препаратов "Каларис", "Люмакс" и других пестицидных препаратов, содержащих мезотрион и тербутилазин, в воздухе рабочей зоны или смывах с кожных покровов при их производстве и использовании в сельском хозяйстве.

"Каларис" и "Люмакс" - послевсходовые комбинированные гербициды системного действия для защиты посевов кукурузы от широкого спектра сорных растений.

Заявителю неизвестен способ определения микроколичеств мезотриона и тербутилазина в одной пробе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, в связи с чем не может быть указан ближайший аналог заявляемого изобретения.

Задачей заявляемого изобретения является создание способа, позволяющего быстро с высокой чувствительностью, селективностью и точностью проводить с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии определение содержания мезотриона и тербутилазина в препаратах "Каларис", "Люмакс" и других препаратах, содержащих вышеуказанные компоненты.

Поставленная задача достигается следующим образом.

Предложен способ одновременного определения концентраций мезотриона и тербутилазина при их совместном присутствии в воздухе рабочей зоны или смывах с кожных покровов, при котором отбирают пробу путем аспирации исследуемого воздуха через фильтр "синяя лента" или путем смыва с кожного покрова марлевым тампоном, смоченным смесью воды и этилового спирта в соотношении 1:1, фильтр или марлевый тампон, из которого предварительно удаляют этиловый спирт, трижды обрабатывают 10 см<sup>3</sup> ацетона при встряхивании в течение 5 мин на электровстряхивателе, объединенный экстракт ацетона фильтруют через фильтр "синяя лента", удаляют ацетон на ротационном испарителе досуха, сухой остаток экстракта растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и анализируют на высокоэффективном жидкостном хроматографе "Agilent 1260 Infinity" с диодно-матричным детектором, хроматографической колонкой Hypersil ODS длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,0 мм, зернением фазы 5 мкм и аналогичной предколонкой, при этом в качестве подвижной фазы используют смесь ацетонитрила и бидистиллированной воды в соотношении 70:30, скорость подвижной фазы составляет 0,4 см<sup>3</sup>/мин, а рабочая длина волны детектора 230 нм, после чего определяют концентрацию мезотриона и тербутилазина методом абсолютной калибровки.

### **Пример 1.**

Для определения двух действующих компонентов, мезотриона и тербутилазина, имеющихся в препаратах "Каларис" и "Люмакс", в воздухе рабочей зоны через бумажный фильтр "синяя лента" аспирируют исследуемый воздух в течение 10 мин со скоростью 10 л/мин. Фильтр помещают в колбу, заполненную 10 см<sup>3</sup> ацетона с последующим встряхиванием колбы с содержимым в течение 5 минут на электровстряхивателе, после чего полученный экстракт сливают в коническую колбу, данную манипуляцию повторяют еще дважды. Объединенный экстракт ацетона фильтруют через фильтр "синяя лента" в приемную колбу для последующей отгонки на ротационном испарителе. Ацетон отгоняют на ротационном испарителе досуха, после чего сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и анализируют на высокоэффективном жидкостном хроматографе "Agilent 1260 Infinity" с диодно-матричным детектором с хроматографической колонкой Hypersil ODS длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,0 мм, зернением фазы 5 мкм и аналогичной предколонкой, при этом рабочая длина волны составляет 230 нм, а в качестве подвижной

## BY 20621 C1 2016.12.30

фазы используют смесь ацетонитрил - бидистиллированная вода в соотношении 70:30 соответственно, причем подвижная фаза имеет скорость  $0,4 \text{ см}^3/\text{мин}$ . Количественную оценку осуществляют методом абсолютной калибровки по площадям хроматографических пиков. Линейный диапазон детектирования 2-40 нг. Предел обнаружения в анализируемом объеме 2 нг для мезотриона и тербутилазина. Степень извлечения - 83-94 %. Чувствительность метода при отборе  $100 \text{ дм}^3$  -  $0,001 \text{ мг}/\text{м}^3$  для мезотриона и  $0,001 \text{ мг}/\text{м}^3$  для тербутилазина.

### Пример 2.

Для определения двух действующих компонентов, мезотриона и тербутилазина, имеющихся в препаратах "Каларис" и "Люмакс", в смывах с кожных покровов марлевым тампоном, смоченным смесью вода-этиловый спирт в соотношении 1:1, производят смыв с кожного покрова с площади  $100 \text{ см}^2$ , марлевый тампон помещают в герметичную склянку (перед началом исследования склянку открывают и помещают в водяную баню с температурой  $40 \text{ }^\circ\text{C}$  и оставляют под тягой на 30 мин при периодическом встряхивании для удаления этилового спирта), заполненную  $10 \text{ см}^3$  ацетона, с последующим встряхиванием склянки с содержимым в течение 5 мин на электровстряхивателе. Далее полученный экстракт сливают в коническую колбу, данную манипуляцию повторяют еще дважды. Объединенный экстракт ацетона фильтруют через фильтр "синяя лента" в приемную колбу для последующей отгонки на ротационном испарителе, из экстракта ацетон удаляют на ротационном испарителе досуха. После этого сухой остаток растворяют в  $1 \text{ см}^3$  подвижной фазы и анализируют на высокоэффективном жидкостном хроматографе "Agilent 1260 Infinity" с диодно-матричным детектором с хроматографической колонкой Hypersil ODS длиной 250 мм, внутренним диаметром 4,0 мм, зернением фазы 5 мкм и аналогичной предколонкой, при этом рабочая длина волны составляет 230 нм, а в качестве подвижной фазы используют смесь ацетонитрил - бидистиллированная вода в соотношении 70:30 соответственно, причем подвижная фаза имеет скорость  $0,4 \text{ см}^3/\text{мин}$ . Количественную оценку осуществляют методом абсолютной калибровки по площадям хроматографических пиков. Линейный диапазон детектирования 2-40 нг. Нижний предел измерения концентрации мезотриона и тербутилазина в смывах с кожных покровов составляет  $0,001 \cdot 10^{-3}$  и  $0,001 \cdot 10^{-3} \text{ мг}/\text{см}^2$  соответственно. Степень извлечения не менее 90 %.

Таким образом, достигаемый технический результат заключается в том, что предложенный способ позволяет быстро с высокой чувствительностью, селективностью и точностью определять содержание компонентов препаратов "Каларис", "Люмакс" и других пестицидных препаратов, содержащих мезотрион и тербутилазин, по их действующим компонентам в воздухе рабочей зоны или смывах с кожных покровов, что позволяет своевременно предотвращать загрязнение окружающей среды.