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 1-ая

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

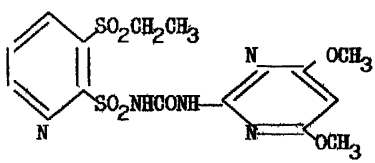
gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
МИНИСТЕРСТВОМ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
"29" июля 1991 г.
№ 6186-91

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ТИТУСА В ПОЧВЕ, ЗЕЛЕНОЙ МАССЕ, ВОДЕ

Титус-N-[(1,6-диметоксипиримидин-2ил)аминокарбонил]-3-(этилсульфонил)-2-пиридинсульфамид-применяется как гербецид в посевах ячменя.

Структурная формула:



М.м.431

$C_{14}H_{17}S_2N_5O_7$

1.Характеристика препарата

Титус представляет собой белое кристаллическое вещество, не имеющее запаха; растворимое в хлороформе, хлористом метилене, ацетоне, ацетонитриле.

2.Методика определения титуса в почве, зеленой массе

2.1.Основные положения

2.1.1.Принцип метода

Метод основан на извлечении титуса из проб исследуемых объектов смесью буферный раствор pH 7 и метанол, очистке и концентрировании экстрактов с последующим определением методом газожидкостной хроматографии с электронозахватным детектором.

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

2.1.2.Метрологическая характеристика метода

Предел определения

Объект	Предел обнаружения, мг/кг, мг/л	Среднее значение определения,%	Стандартное отклонение,%	Относительное стандартное отклонение,%	Доверительный интервал среднего,%,при n=5 P=0,95
Почва	0,03	79,2	$79,2^{\pm}1,95$	5,1	6,3
Зеленая масса	0,09	63,8	$63,8^{\pm}1,9$	4,9	7,3
Вода	0,001	88,4	$88,4^{\pm}0,6$	1,24	1,4

3.Реактивы,растворы,материалы

Титус.

Метиловый спирт,х.ч.,ГОСТ 6995-77.

Буферный раствор (калий фосфорнокислый двузамещенный 1 М) pH 7.

Фосфорная кислота,х.ч.,ГОСТ 2156-76.

Метилен хлорид,ч.,ТУ 6-09-3716-74.

Хлороформ,ГОСТ 20015-74.

Ацетон,о.с.ч.,9-5 ТУ 6-09-3513-86.

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

Пиридин,ч.,ГОСТ 13647-78.

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

Приготовление смеси для экстракции (25% метанол,75% буферного раствора pH 7):к 150 мл 1М K_2HPO_4 прибавить 1350 мл дистиллированной воды,довести pH раствора до 7 с помощью концентрированной фосфорной кислоты (2-2,5 мл)(pH проверить на pH-метре).Затем прибавить 500 мл метанола и тщательно перемешать.Конечное pH смеси должно быть 7,5.

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

4.Приборы и посуда

Посуда мерная по ГОСТ 1770-74.

Цилиндры мерные,ГОСТ 1770-74.

Воронки химические,ГОСТ 8613-75.

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

Колбы грушевидные,ГОСТ 25336-82.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М,ТУ 25-11-917-74.

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 проводится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции,продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов",утвержденными Минздравом СССР за № 2051-79 от 21 августа 1979 г.Пробы хранят в морозильной камере (-14-20^{0}С).

6.Проведение определения

Экстракция и очистка экстрактов

Почва,зеленая масса.50 г почвы (10 г измельченного растительного материала) помещают в коническую колбу,заливают 70-100 мл экстракционной смеси и встряхивают 1 час.Фильтрат сливают.Повторяют экстракцию дважды с 70 мл смеси в течение 15 мин.Объединенные экстракты переносят

в делительную воронку и проводят экстракцию препарата 3 раза по 50 мл метиленхлоридом (хлороформом).Отделяют метиленхлорид и упаривают досуха при температуре бани не выше 40^{0}С.

Вода.Пробу воды (1 л) помещают в делительную воронку,доводят pH до 7,5 и экстрагируют препарат по 50 мл метиленхлоридом,каждый раз встряхивая воронку 3-5 мин.Объединяют метиленхлоридный экстракт и упаривают при температуре бани не выше 40^{0}С до объема 0,2-0,3 мл.

Определение методом ГЖХ

Удаляют остаток растворителя на воздухе.К сухому остатку пробы приливают 50 мкл трифторуксусного ангидрида и 10 мкл пиридина.Выдерживают приготовленный раствор в течение 30 мин при комнатной температуре, после чего добавляют 1 мл хлороформа и 5 мл дистиллированной воды,интенсивно встряхивают в течение 2 мин.После разделения фаз хлороформную фазу упаривают досуха.Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона.После чего 4 мкл ацетонового раствора вводят в хроматограф.

Параллельно проводят аналогичную подготовку стандартного раствора титуса (5 мкг и 3 мкг) и контрольную пробу.Расчеты выполняют по сравнению пиков фторпроизводного титуса в стандартном растворе и в пробе.

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^{0}С

детектора-250^{0}С

колонки- 180^{0}С

Скорость газа-носителя-55 мл/мин (через колонку)

-150 мл/мин (на поддувку)

Вводимый объем-4 мкл

Время удерживания фторпроизводного титуса-первый пик 7 мин 48 с

второй пик 27 мин

Минимально детектируемое количество-9 нг

Содержание титуса в пробе рассчитывают по формуле:

$$X=\frac{C_{ст}\cdot S_{пр}\cdot V_{ст}\cdot V_{О}}{S_{ст}\cdot V_{пр}\cdot M}$$,где

X-количество препарата в пробе мг/кг,мг/л;

$C_{ст}$-содержание вещества в стандарте,мкг/мл;

$V_{ст}$-объем стандарта,вводимого в колонку газового хроматографа,мкл;

$V_{пр}$-объем анализируемой пробы,введенный в колонку газового хроматографа,мкл;

$V_{О}$-общий объем анализируемой пробы,мл;

$S_{пр}$-площадь пика анализируемой пробы,$мм^2$;

$S_{ст}$-площадь пика стандарта,$мм^2$;

M-масса или объем пробы,взятой для анализа,г,мл.

Техника безопасности

Выполняются в соответствии с "Правилами устройства,техники безопасности,производственной санитарии,противоэпидемического режима в лабораториях (отделениях,отделах) санэпидучреждений системы МЗ СССР № 2255-81 от 20.10.81 г.

gost.e-ecolog.ru