

**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**

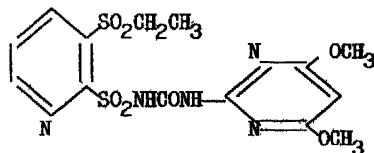
**МОСКВА
ЦЕНТР НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ ИНФОРМАЦИИ,
ПРОПАГАНДЫ И РЕКЛАМЫ
1994 г.**

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

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

Титус-N-[(1,6-диметоксипиридин-2-ил)аминокарбонил]-3-(этилсульфо-
нил)-2-пиридинсульфамид-применяется как гербицид 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 метиле, 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) рН 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 рН 7): к 150 мл 1М K_2PPO_4 прибавить 1350 мл дистиллированной воды, довести рН раствора до 7 с помощью концентрированной фосфорной кислоты (2-2,5 мл) (рН проверить на рН-метре). Затем прибавить 500 мл метанола и тщательно перемешать. Конечное рН 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 (-14-20⁰С).

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 пережосат

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°C .

Вода. Пробу воды (1 л) помещают в делительную воронку, доводят рН 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°C 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% XE-60

Температура испарителя - 250°C

детектора - 250°C

колонки - 180°C

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:

$$X = \frac{C_{\text{ст}} \cdot S_{\text{пр}} \cdot V_{\text{ст}} \cdot V_0}{S_{\text{ст}} \cdot V_{\text{пр}} \cdot M} \text{, где}$$

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

$C_{\text{ст}}$ —содержание вещества в стандарте, мкг/мл;

$V_{\text{ст}}$ —объем стандарта, вводимого в колонку газового хроматографа, мкл;

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

V_0 —общий объем анализируемой пробы, мл;

$S_{\text{пр}}$ —площадь пика анализируемой пробы, мм²;

$S_{\text{ст}}$ —площадь пика стандарта, мм²;

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.