



Разработка новых методов определения тербутилазина и с-метолахлора при их совместном присутствии в пестицидном препарате методом капиллярной газовой хроматографии

АВТОРЫ: Шилова Н.А.
Колосова-Шить Е.В.
Крымская Т.П.

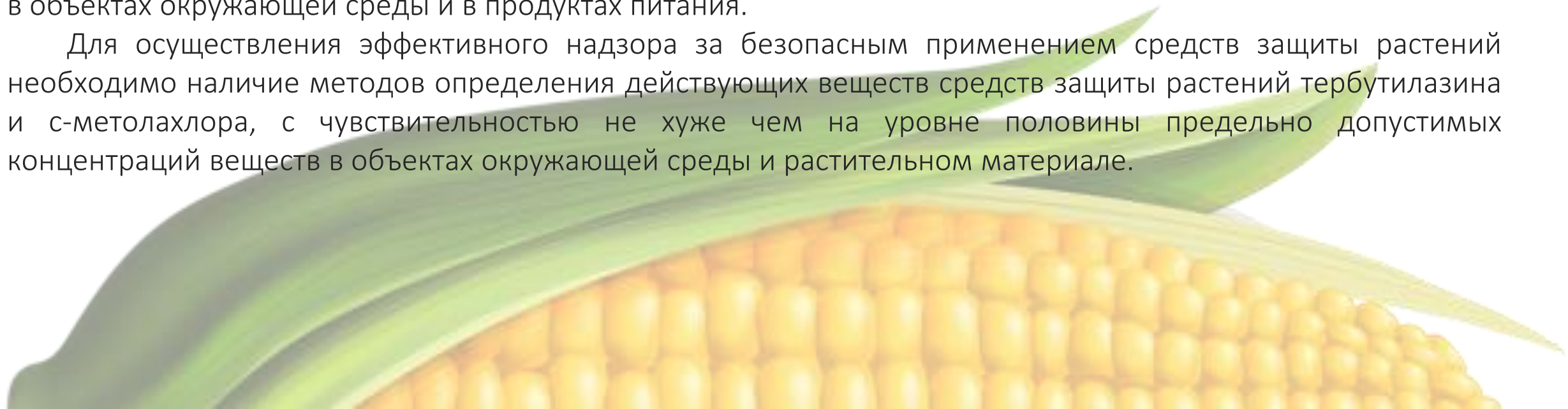
**Виртуальная выставка
научных разработок
«Гигиеническая
безопасность»**

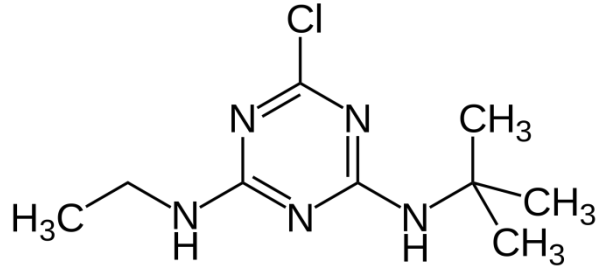


На современном этапе развития сельскохозяйственного производства ассортимент химических средств защиты растений постоянно изменяется. Список средств пополняется соединениями с новыми механизмами действия, которые эффективно используются для борьбы с вредителями и болезнями растений, с различными паразитами и сорняками.

Однако широкого применения пестицидов привело к ряду негативных последствий: накопление их остатков в почве, водоемах, возникновение устойчивых к пестицидам популяций вредных организмов, появление новых экономически значимых видов вредителей, губительное действие на представителей полезной флоры и фауны, потенциальная угроза здоровью человека, нарушение естественных биоценозов. В связи с этим, применение пестицидов требует особых мер безопасности и контроля остаточных количеств в объектах окружающей среды и в продуктах питания.

Для осуществления эффективного надзора за безопасным применением средств защиты растений необходимо наличие методов определения действующих веществ средств защиты растений тербутилазина и с-метолахлора, с чувствительностью не хуже чем на уровне половины предельно допустимых концентраций веществ в объектах окружающей среды и растительном материале.





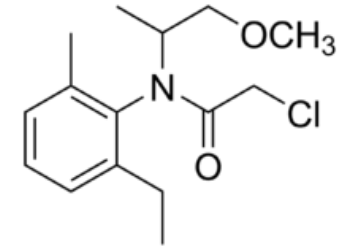
Тербутилазин

Тербутилазин является действующим веществом препарата «Лексус, СЭ», предназначенного для применения в качестве системного пестицида, гербицида. Содержание тербутилазина в препарате составляет 125 г/дм³.

Тербутилазин является селективным гербицидом системного действия, схожий по химическому строению с атразином (замен изопропилового радикала на трет-бутиловый). Также как атразин и симазин он относится к группе хлортриазинов.

Тербутилазин, абсорбируясь корнями и листьями сорных растений, перемещается ксилемой акропетально. Вещество ингибирует транспорт электронов при фотосинтезе, что приводит к гибели сорняков.

С-метолахлор



С-метолахлор является действующим веществом препарата «Лексус, СЭ», предназначенного для применения в качестве системного пестицида, гербицида. Содержание с-метолахлора в препарате составляет 375 г/дм³.

С-метолахлор широко используется в качестве гербицида, является производным анилина, относится к группе высокоэффективных хлорацетанилидных гербицидов.

С-метолахлор проявляет комплексный механизм действия: препаратом вызывается торможение биосинтеза липидов и жирных кислот, флавоноидов и протеина, что вызывает ингибирование серогидрилсодержащих биомолекул ацетилкофермента А.



Измерения выполняют при следующих режимных параметрах:

Газовый хроматограф «Agilent» с ТИД или аналогичный	
колонка капиллярная для газового хроматографа DB-5MS 30 м × 0,25 мм × 0,25 μм или аналогичная	
начальная температура термостата колонки	150 °С (2,5 мин)
затем подъем температуры со скоростью	60 °С /мин до 280 °С (4,5 мин)
подъем температуры со скоростью	100 °С/мин до 310 °С (1,0 мин)
Температура детектора	325 °С
Температура испарителя	280 °С
Скорость газа-носителя (гелия)	2,5 см ³ /мин
Скорость подачи воздуха	120 см ³ /мин
Скорость подачи водорода	3 см ³ /мин
Скорость поддувочного газа – гелия	7,5 см ³ /мин
Объем вводимой пробы	2 мкл
Режим ввода пробы	без деления потока
Линейный диапазон детектирования	0,2 – 10,0 нг



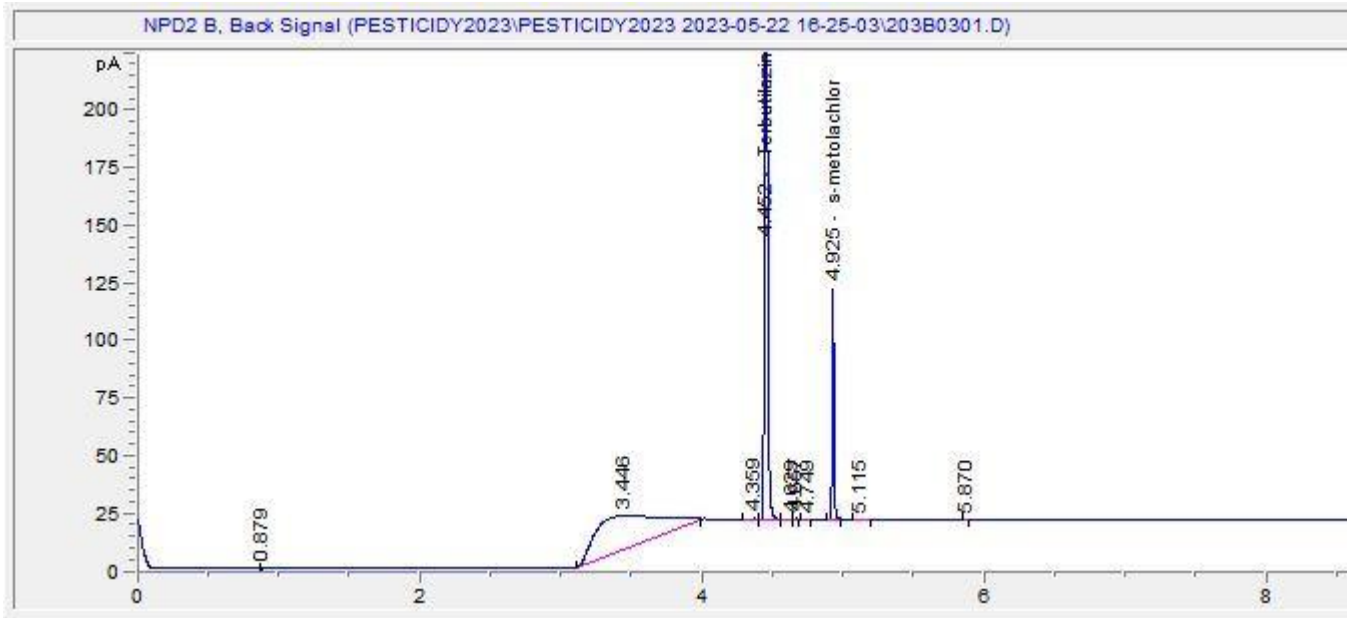
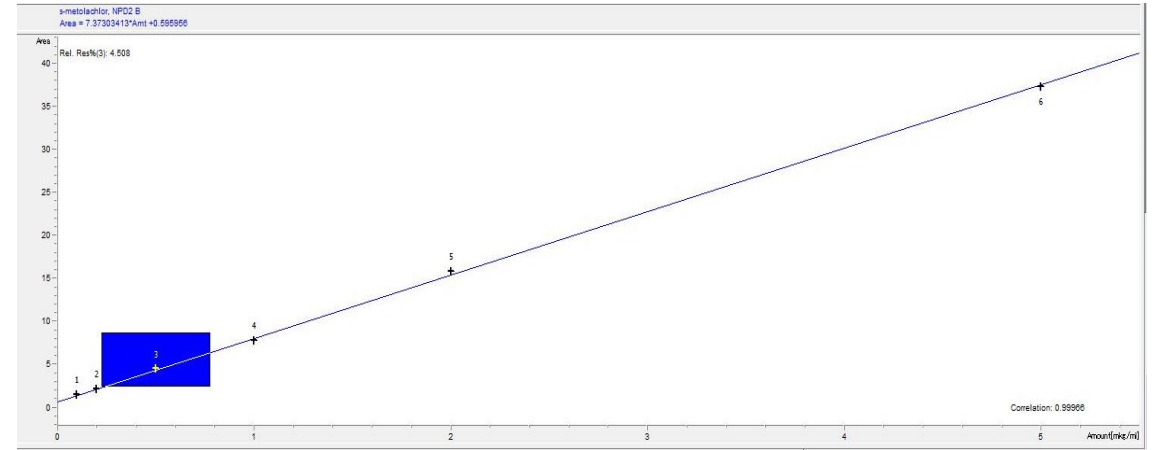
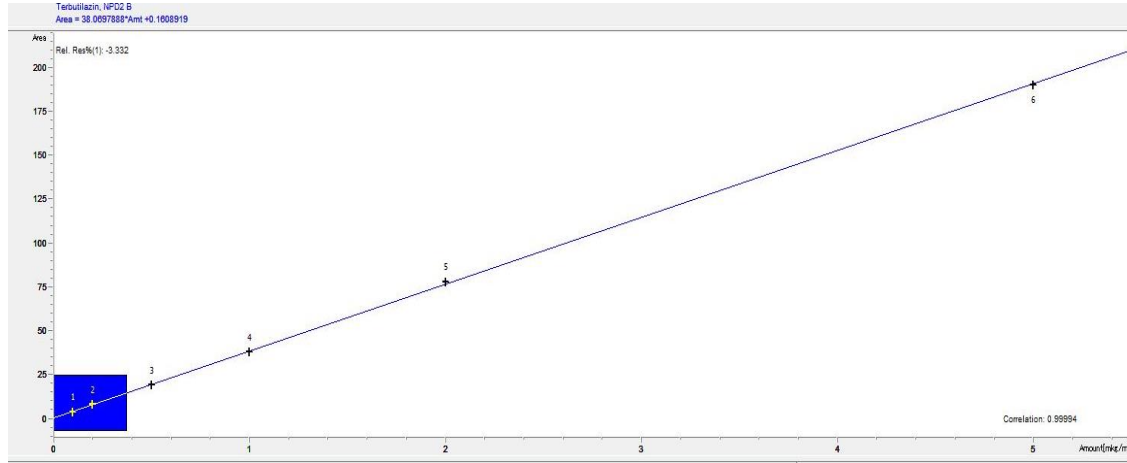
Методика основана на совместном определении тербутилазина и с-метолахлора методом ГЖХ с использованием ТИД, после экстракции из образцов воды, воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха органическим растворителем. Из образцов почвы и растительных материалов после экстракции ацетонитрилом и очистки экстрактов солями хлорида натрия и карбоната калия.

Идентификация веществ проводится по времени удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки.

Ориентировочное время удерживания тербутилазина 4,45 мин, с-метолахлопра 4,9 мин. Время удерживания уточняют по стандартным растворам.



Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены»



Для построения градуировочных графиков зависимости площади пика от концентрации определяемых веществ (мкг/см^3) в хроматограф вводят последовательно 3 раза по 2 мм^3 каждого из полученных градуировочных стандартных растворов, измеряют площадь пиков, рассчитывают среднее значение площади пика для каждой концентрации.

Так же представлен пример типичной хроматограммы совместного обнаружения тербутилазина и с-метолахлора.



Метрологические параметры методики определения тербутилазина в объектах окружающей среды и растительных материалах

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95; n=5			
	Предел количественного обнаружения, мг/м ³ , мг/дм ³ , мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/м ³ , мг/дм ³ , мг/кг	Стандартное отклонение, S, %	Граница относительной погрешности *, ±ΔX, %
Воздух рабочей зоны (при отборе 10 дм ³ воздуха)	0,01	0,01–0,5	1,4	2,9
Воздух атмосферы (при отборе 100 дм ³ воздуха)	0,001	0,001–0,05	3,4	6,3
Вода	0,001	0,001–0,05	5,1	9,3
Почва	0,01	0,01–0,5	4,7	9,3
Растительные материалы (зерно кукурузы)	0,01	0,01–0,5	6,1	12,0

* граница относительной погрешности рассчитана по формуле для относительных методов в аналитической химии [2].

Метрологические параметры методики определения с-метолахлора в объектах окружающей среды и растительных материалах

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95; n=5			
	Предел количественного обнаружения, мг/м ³ , мг/дм ³ , мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/м ³ , мг/дм ³ , мг/кг	Стандартное отклонение, S, %	Граница относительной погрешности *, ±ΔX, %
Воздух рабочей зоны (при отборе 10 дм ³ воздуха)	0,01	0,01–0,5	1,9	3,7
Воздух атмосферы (при отборе 100 дм ³ воздуха)	0,001	0,001–0,05	2,8	5,3
Вода	0,001	0,001–0,05	5,6	10,4
Почва	0,01	0,01–0,5	4,3	8,9
Растительные материалы (зерно кукурузы)	0,01	0,01–0,5	6,5	13,4

* граница относительной погрешности рассчитана по формуле для относительных методов в аналитической химии [2].



Метод, приведенный выше, является высокочувствительным и одновременно малозатратным аналитическим методом идентификации и количественного определения содержания тербутилазина и с-метолахлора в объектах окружающей среды (воздухе рабочей зоны, воде, почве) и продукции растениеводства с использованием современного оборудования, с менее трудоемкой и более эффективной пробоподготовкой. Методика определения тербутилазина и с-метолахлора позволит контролировать их содержание в растительных объектах и объектах окружающей среды (воздух рабочей зоны, вода, почва) с высокой специфичностью, точностью и чувствительностью на уровне половины предельно допустимых концентраций. Данная методика предназначена для использования лабораторной службой санитарно-эпидемиологического надзора Республики Беларусь в испытаниях на безопасность пестицидных препаратов по отношению к объектам окружающей среды и человека.



Республиканское унитарное предприятие
«Научно-практический центр гигиены»



220012, г. Минск
ул. Академическая, 8



+375 17 347-73-70



rspch@rspch.by



+375 17 272-33-45



rspch.by
certificate.by

Лаборатория
хроматографических
исследований:



+375 17 379-08-57



chromatographic@rspch.by

Образовательный центр «МОЦНА»:

- курсы повышения квалификации;
- обучающие семинары;
- стажировки на рабочих местах.



+375 17 399-87-34



edu@rspch.by



Информация о всех разработках Центра
доступна по ссылке:
<https://rspch.by/ru/DevelopedDocuments>