

## Способ определения никотина в воде, почве и растительных материалах

Полянских Е.И., Фёдорова Т.А., Филатченкова Е.В.

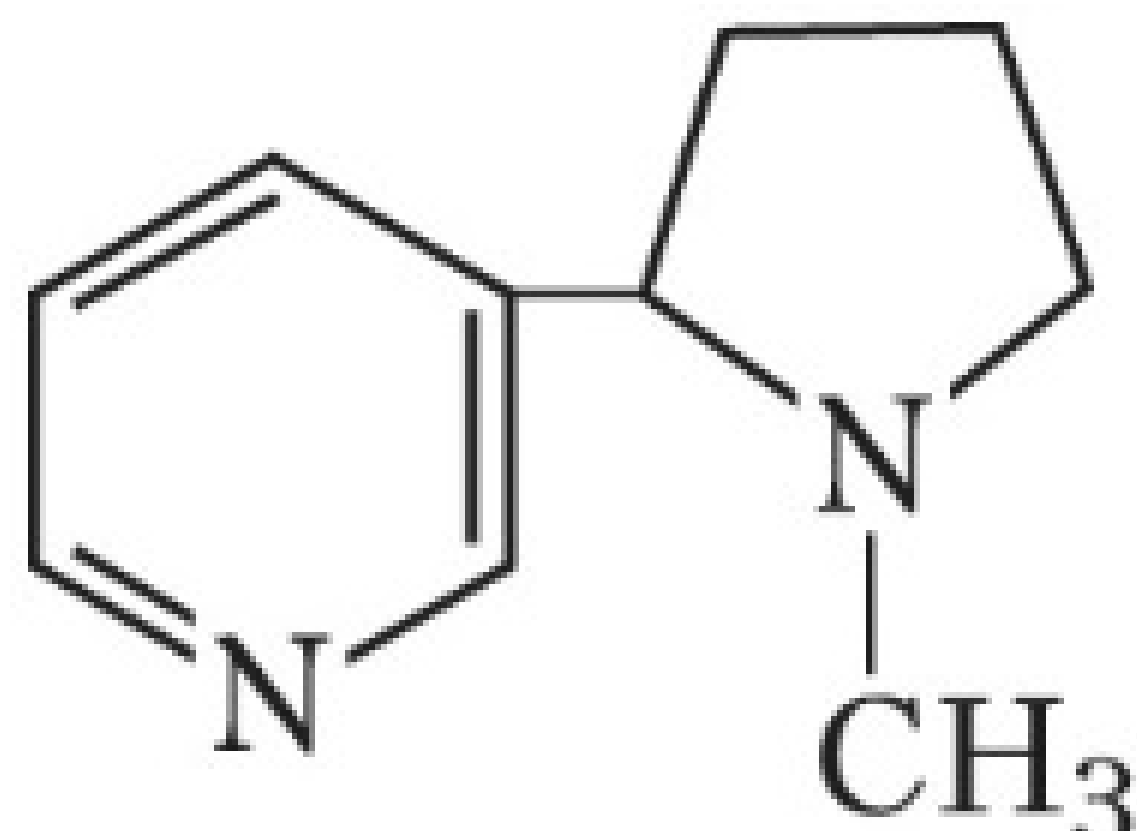
Республиканское унитарное предприятие

«Научно-практический центр гигиены», г. Минск

Научная работа была проведена в рамках **мероприятия 14** «Разработать и внедрить технологию получения биологически активного препарата инсектицидного действия на основе неиспользуемых отходов табачного производства, провести его регистрационные испытания на рапсе», **подпрограммы 4** «Инновационные продукты на основе минерального и органического сырья» государственной программы «Научно-технологические технологии и техника» на 2021-2025 годы.

В настоящее время в Республике Беларусь отсутствуют нормы, а также, методы определения содержания никотина (препарата инсектицидного действия) в воде, почве и растительном сырье, что не позволяет контролировать содержание данного вещества в различных матрицах.

## ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ



Разработать методику выполнения измерений (МВИ) массовой доли никотина в воде, почве, растительных материалах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с диодно-матричным детектированием.

- разработать условия хроматографического определения никотина в различных объектах, позволяющие достичь максимальной величины отклика аналита и удовлетворительного отделения от сопутствующих соединений;
- разработать условия подготовки пробы обеспечивающие оптимальное выделение никотина из различных матриц;

## УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЯ

- жидкостной хроматограф Agilent с диодно-матричным детектором
- колонка: Eclipse Plus C18 (4,6 мм x 100 мм x 3,5 мкм)
- температура термостата: 40 °С
- объем вводимой пробы: 20 мкл
- длина волны поглощения: 260 нм
- скорость потока элюента: 1,0 мл/мин
- подвижная фаза: А – 80% буферный раствор; В - ацетонитрил.

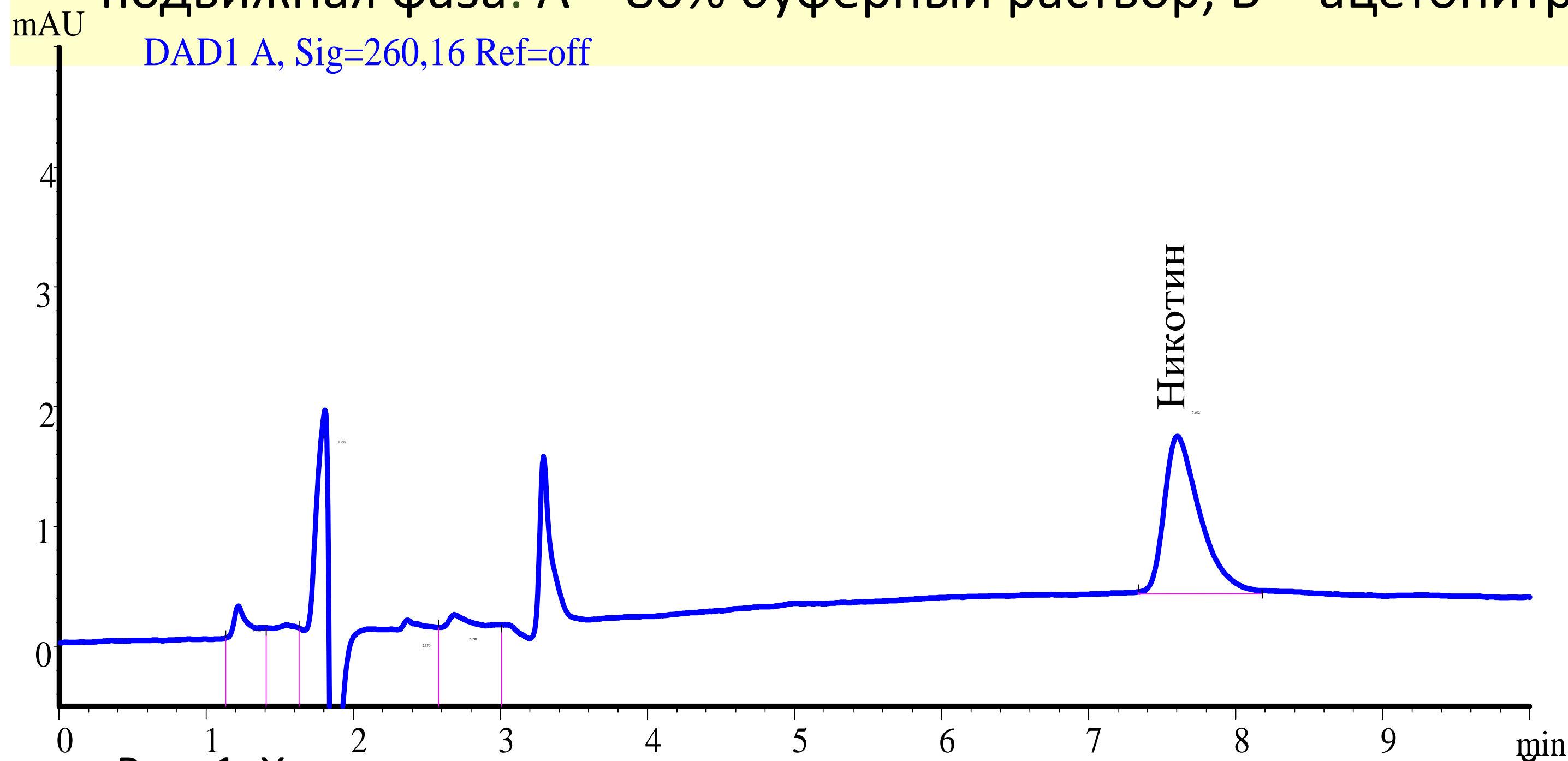


Рис. 1 Хроматограмма стандартного раствора никотина с массовой концентрацией 1,0 мкг/см<sup>3</sup>

## ПРОВЕДЕНИЕ ПРОБОПОДГОТОВКИ

## Экстракция никотина из почвы и

1 г предварительно просеянной пробы почвы помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 30 см<sup>3</sup> экстрагирующего раствора (метанол : вода (1:1)), встряхивают, доводят объем экстрагирующим раствором до метки, тщательно перемешивают. Содержимое колбы переносят в центрифужные пробирки, помещают на электровстряхиватель на 10 мин, затем центрифугируют 10 мин. Супернатант, при необходимости, фильтруют через шприцевой мембранный фильтр и вводят с помощью инжектора в хроматограф.

Переписка: [risk.factors@rspch.by](mailto:risk.factors@rspch.by)

## Экстракция никотина из воды

50 см<sup>3</sup> предварительно отфильтрованной воды переносят в центрифужные пробирки, центрифугируют 10 мин. Супернатант, при необходимости, фильтруют через шприцевой мембранный фильтр и вводят с помощью инжектора в хроматограф.

## Экстракция никотина из воздуха рабочей зоны

Фильтр с отобранной пробой переносят в центрифужные пробирки, заливают 15 см<sup>3</sup> экстрагирующего раствора (метанол : вода (1:1)), помещают на электровстряхиватель на 10 мин. Экстракт переносят методом декантации в мерную колбу объемом 50 см<sup>3</sup>. Экстракцию повторяют еще 2 раза. Экстракты объединяют, доводят объем мерной колбы экстрагирующим раствором до метки и перемешивают. Полученный объединенный экстракт, при необходимости, фильтруют через шприцевой мембранный фильтр и вводят с помощью инжектора в хроматограф.

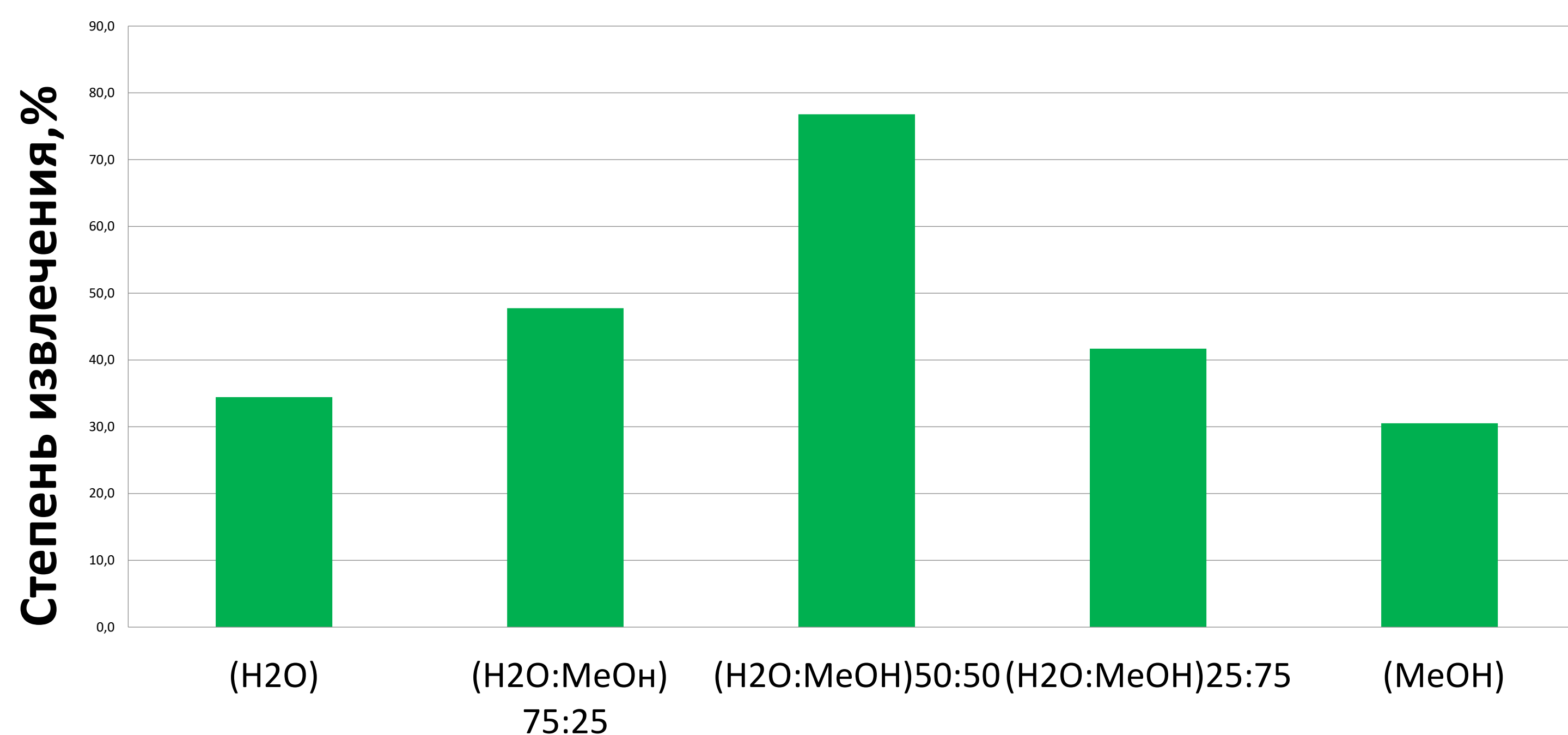


Рис. 2 Результаты экстракции никотина из почвы разными экстрагирующими смесями.

## МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МВИ

Таблица 1 – Относительные значения показателей повторяемости, промежуточной прецизионности, пределов повторяемости и промежуточной прецизионности, расширенной неопределенности при уровне доверия P=0,95

Анализируемое соединение	Диапазон измерений массовой доли, мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> )	Показатель повторяемости s <sub>r</sub> , %	Показатель промежуточной прецизионности s <sub>r(ТО)</sub> , %	Предел повторяемости r, %	Предел промежуточной прецизионности r <sub>(ТО)</sub> , %	Расширенная неопределенность (k = 2) U, %
Никотин	0,05-5000,0	2,0	2,2	5,5	6,1	22,3

## ВЫВОДЫ:

Разработана методика определения никотина в воде, почве, растительных материалах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с диодноматричным детектированием (ВЭЖХ-ДМД):

- **Нижний предел измерения (LOQ) – 1,0 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) ;**
- **Расширенная неопределенность – 22,3 %;**