



ОЦЕНКА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕЙСТВУЮЩИХ ВЕЩЕСТВ НОВЫХ ПЕСТИЦИДНЫХ ПРЕПАРАТОВ «ЮНИМАРК, ВДГ», «ТЕБАЗ ПРО, КС», «МИКРОПЛЮС ДИСПЕРС, ВДГ»

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

Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены», г. Минск

Введение

Для увеличения урожайности и защиты сельскохозяйственных культур от вредителей во всем мире широко используют химическую защиту растений – пестициды. При правильном использовании и четком соблюдении техники безопасности пестициды не причинят существенного вреда, а, наоборот, помогают спасти урожай, повысить качество продукции. Для контроля обращения таких веществ необходимо наличие методов аналитического контроля их остаточных количеств в пищевой продукции, кормах, объектах окружающей среды: в воде, почве, воздухе.

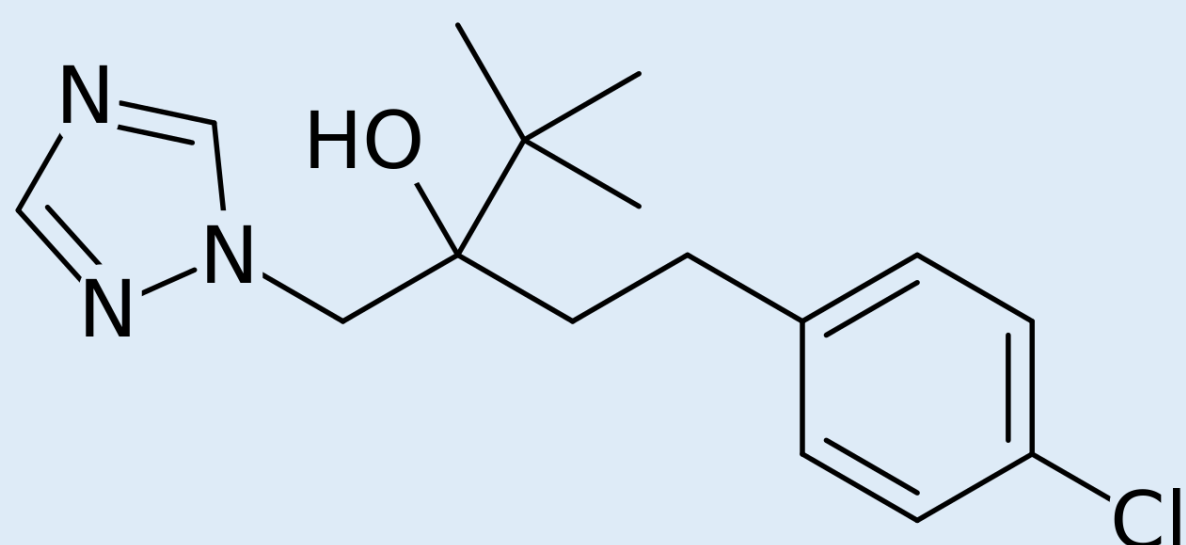
Тебуконазол является системным фунгицидом широкого спектра действия для борьбы с болезнями листьев и колосьев зерновых (фузариоз, септориоз, ржавчина, мучнистая роса и др.), серой гнилью виноградной лозы, некоторыми заболеваниями сои, рапса, подсолнечника и др. Используется как протравитель семян на зерновых. При обработке семян эффективно подавляет возбудителей корневых гнилей, головневые грибы и плесневение семян.

Метрибузин является избирательным системным гербицидом класса 1,2,4-триазинона, ингибирует фотосинтез. Отличается широким спектром действия на ряд двудольных и злаковых сорняков. Препараты данной группы обладают продолжительным эффектом, поскольку действуют как через листья, так и через почву. Эффективен против следующих сорных растений: амброзия, щетинник, пастушья сумка, росичка кровяная, лисохвост полевой, портулак огородный, овсюг, лазорник, куриное просо, плевла, щетинник, щирица, василек синий, марь белая, мокрица, ромашка луговая и непахучая, горец, горчица полевая, осот, вероника, дурнишник

Тебуконазол

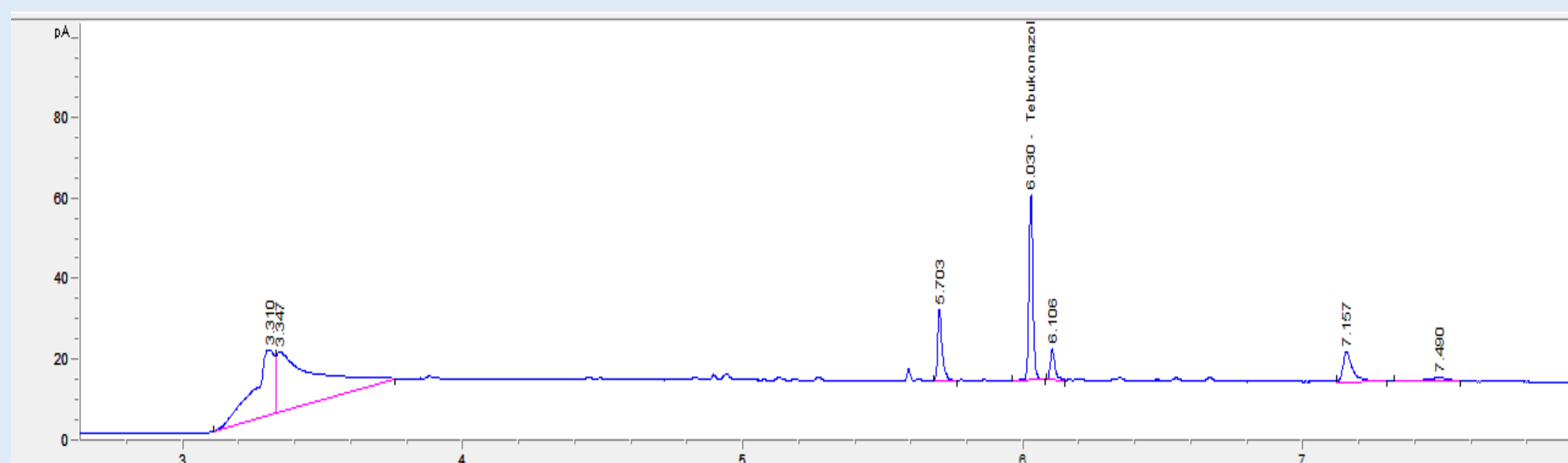
О методе определения

Методика основана на определении тебуконазола 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 вещества проводится по времени удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки. В данном методе для проб почвы и растительных материалов используют матричную калибровку. В данном методе для проб почвы и растительных материалов используют матричную калибровку.



Условия хроматографирования:

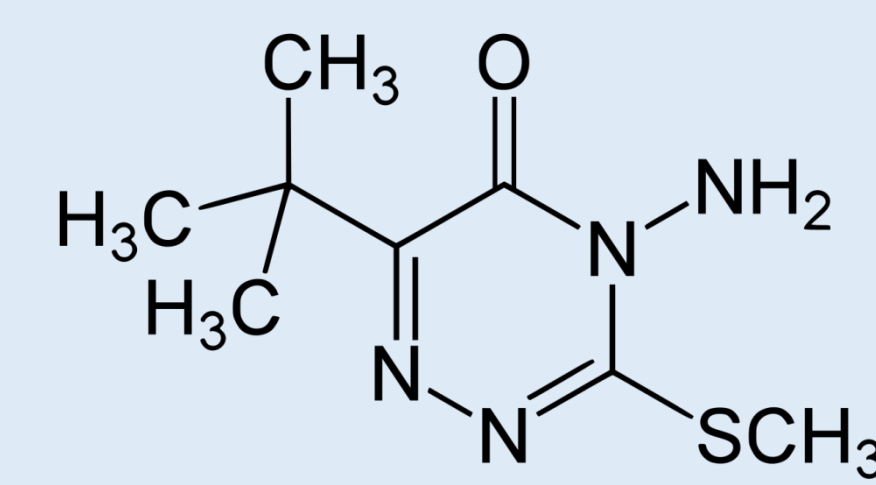
- газовый хроматограф Agilent 7890 с ТИД или аналогичный;
- колонка капиллярная для газового хроматографа DB-5MS 30 м x 0,25 мм x 0,25 мкм или аналогичная;
- температурная программа термостата колонки, 150 °С – начальная температура (2,5 мин), затем подъем температуры со скоростью 60 °С/мин до 280 °С (4,5 мин), подъем температуры со скоростью 100 °С/мин до 310 °С (0,5 мин);
- газ-носитель – гелий;
- режим работы испарителя – без деления потока;
- температура испарителя (инжектора), °С – 280;
- температура детектора, °С – 325;
- скорость потока газа-носителя (гелия), см³/мин – 2,5;
- скорость подачи воздуха, см³/мин – 120;
- скорость подачи водорода, см³/мин – 3;
- скорость подачи поддувочного газа (гелия), см³/мин – 7,5;
- объем вводимой пробы, мм³ – 2,0;
- линейный диапазон детектирования – 1,0-20,0 нг;
- ориентировочное время удерживания тебуконазола – 6,0 мин.



Метрибузин

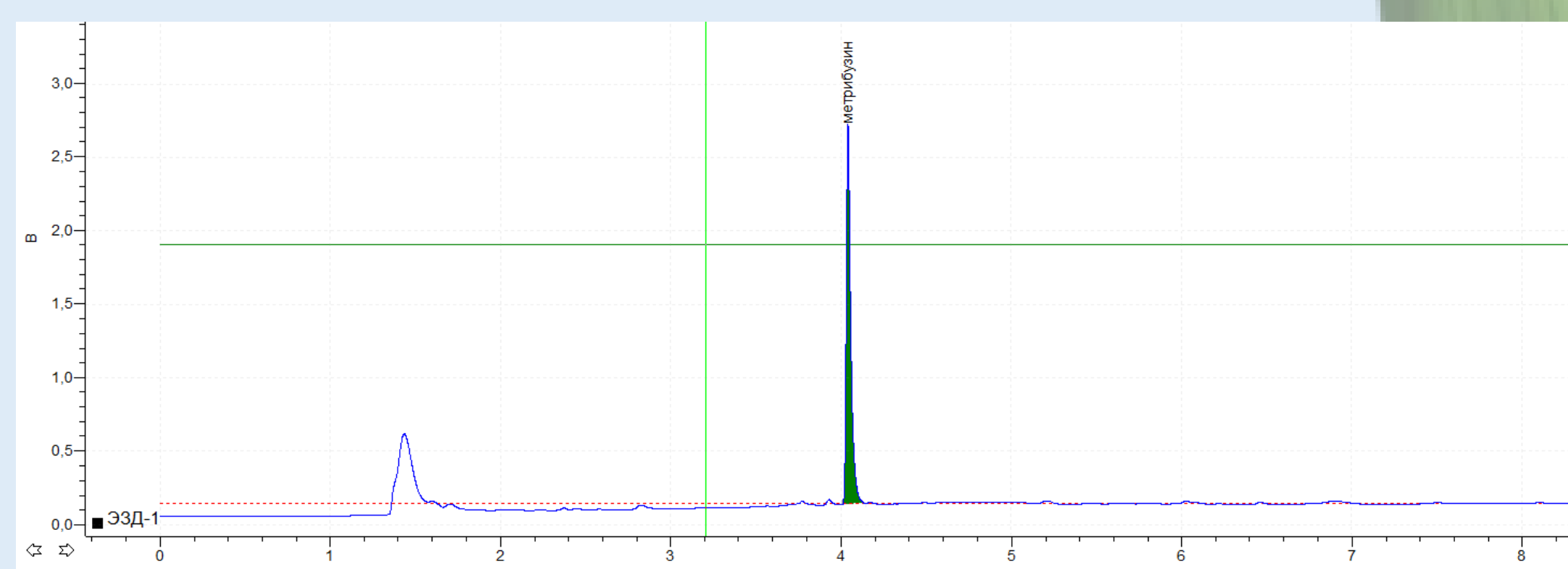
О методе определения

Методика основана на определении метрибузина методом ГЖХ с использованием ДЭЗ, 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 вещества проводится по времени удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки. В данном методе для проб почвы и растительных материалов используют матричную калибровку.



Условия хроматографирования:

- газовый хроматограф «Кристалл 5000.2» с ДЭЗ или аналогичный;
- колонка газохроматографическая капиллярная RESTEK Rtx-5 30 м x 0,32 mmID x 0,5 μm;
- температурная программа термостата колонки, 150 °С – начальная температура (0,55 мин), затем подъем температуры со скоростью 50 °С/мин до 280 °С (6,0 мин), подъем температуры со скоростью 30 °С/мин до 300 °С (1,0 мин);
- газ-носитель – азот;
- режим работы испарителя – со сбросом;
- деление потока – 1:1;
- температура испарителя (инжектора), °С – 260;
- температура детектора, °С – 300;
- скорость потока газа-носителя (азот), см³/мин – 40,0;
- объем вводимой пробы, мм³ – 1,0;
- линейный диапазон детектирования – 0,1-2,0 нг;
- ориентировочное время удерживания метрибузина – 4,1 мин.



| 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) | 0,05 | 0,05–1,0 | 4,0 | 7,2 |
| Воздух атмосферы (при отборе 200 дм ³ воздуха) | 0,0025 | 0,0025–0,05 | 3,8 | 6,9 |
| Вода | 0,01 | 0,01–0,2 | 12,5 | 23,6 |
| Почва | 0,025 | 0,025–0,500 | 3,2 | 5,7 |
| Растительные материалы | 0,025 | 0,025–0,5 | 3,3 | 6,3 |

| 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) | 0,1 | 0,1–2,0 | 1,9 | 3,2 |
| Воздух атмосферы (при отборе 100 дм ³ воздуха) | 0,001 | 0,001–0,020 | 1,1 | 2,0 |
| Вода | 0,02 | 0,02–0,4 | 7,3 | 12,8 |
| Почва | 0,01 | 0,01–0,50 | 1,8 | 3,1 |
| Растительные материалы | 0,01 | 0,01–0,2 | 3,3 | 5,9 |

Переписка: chromatographic@rspch.by