Применение метода капиллярной газовой хроматографии при количественном определении пропизохлора как действующего вещества пестицидных препаратов

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

Секция 6. «Мониторинг факторов среды обитания человека и методы аналитического лабораторного контроля; практика проведения метрологической аттестации методик (методов) измерений»

Государственное предприятие «НПЦГ», г. Минск

$$C_{15}H_{22}CINO$$

Пропизохлор [2-хлор-6'-этил-N-изопропоксиметилацето-о-толуидид] — действующее вещество, входящее в состав многих гербицидов, рекомендованных для борьбы с однолетними травами и широколистными сорняками на сое, кукурузе, горохе, подсолнечнике, картофеле, люпине и фасоли. Представляет собой маслянистую жидкость, может быть от пурпурного до светло-коричневого цвета, имеет ароматический запах, гидролитически стабилен, растворим во многих органических растворителях. Препараты на основе пропизохлора относятся ко 2 классу опасности для человека и 3 классу опасности для пчел. Для пропизохлора ориентировочно безопасный уровень воздействия (ОБУВ) пропизохлора в воздухе рабочей зоны — 0,8 мг/м³, в атмосферном воздухе — 0,02 мг/м³, предельно допустимая концентрация (ПДК) в воде водоемов — 0,06 мг/дм³, ориентировочно допустимая концентрация (ОДК) в почве — 0,24 мг/кг, максимально допустимый уровень (МДУ) в кукурузе, рапсе (зерно, масло), подсолнечнике (семена, масло) — 0,1 мг/кг.

Методика основана на определении пропизохлора 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.



Традуировка пропизохлор23 А,МВ мин 100 — A (C) = (8,8731513 · C) ± 0,92958 R ² = 0,999170897

Условия хроматографирования:

- газовый хроматограф «Кристалл 5000.2» с ДЭЗ или аналогичный;
- колонка газохроматографическая капиллярная RESTEK Rtx-5 30 m imes 0,32 mmlD imes 0,5 um;
- температурная программа термостата колонки, 150 °C начальная температура
- (0,55 мин), затем подъем температуры со скоростью 50 °C/мин до 290 °C (4,5 мин),
- подъем температуры со скоростью 30 °C/мин до 310 °C (0,5 мин);
- газ-носитель азот;
- режим работы испарителя со сбросом;
- деление потока 1:1;
- температура испарителя (инжектора), °C 280;
- температура детектора, °C 300;
- скорость потока газа-носителя (азот), $cm^3/muh 30,0$;
- объем вводимой пробы, $мм^3 1,0$;
- линейный диапазон детектирования 0,1-10,0 нг;
- ориентировочное время удерживания пропизохлора— 4,05 мин.

Анализируемый объект	Метрологические параметры, P = 0,95; n=5			
	Предел количественного обнаружения, мг/м³, мг/дм³, мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/м³, мг/дм³, мг/кг	Стандартное отклонение, S, %	Граница относительной погрешности*, ±ΔX, %
Воздух рабочей зоны (при отборе 10 дм³ воздуха)	0,01	0,01-1,0	3,2	5,7
Воздух атмосферы (при отборе 500 дм³ воздуха)	0,0002	0,0002-0,02	3,0	5,3
Вода	0,0002	0,0002-0,02	3,3	5,8
Почва	0,02	0,02-2,0	8,1	14,9
Растительные материалы: зерно хлебных злаков	0,02	0,02-2,0	7,7	15,0

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