



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.

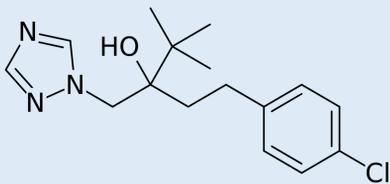
Тебуконазол является системным фунгицидом широкого спектра действия для борьбы с болезнями листьев и колосьев зерновых (фузариоз, септориоз, ржавчина, мучнистая роса и др.), серой гнилью виноградной лозы, некоторыми заболеваниями сои, рапса, подсолнечника и др. Используется как протравитель семян на 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 кровавая, 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

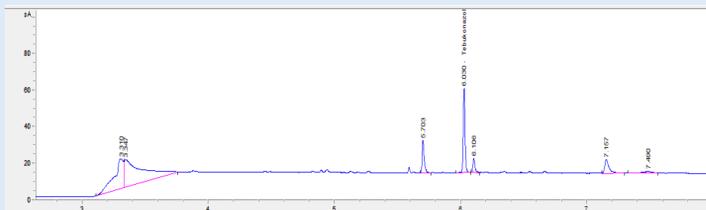
О методе определения

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.

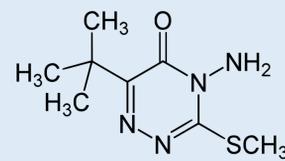


Анализируемый объект	Метрологические параметры, P=0,95, n=5			
	Предел количественного обнаружения, мг/м ³ , мг/дм ³ , мг/кг	Диапазон определяемых концентраций, мг/м ³ , мг/дм ³ , мг/кг	Стандартное отклонение, S, %	Граница относительной погрешности*, ±ΔX, %
Воздух рабочей зоны (при отборе 10 дм ³ воздуха)	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

Метрибузин

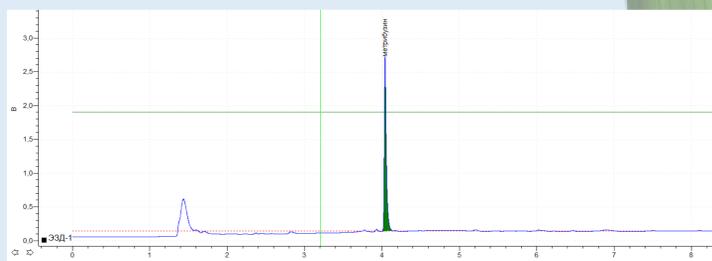
О методе определения

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 ммID 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)	0,1	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