



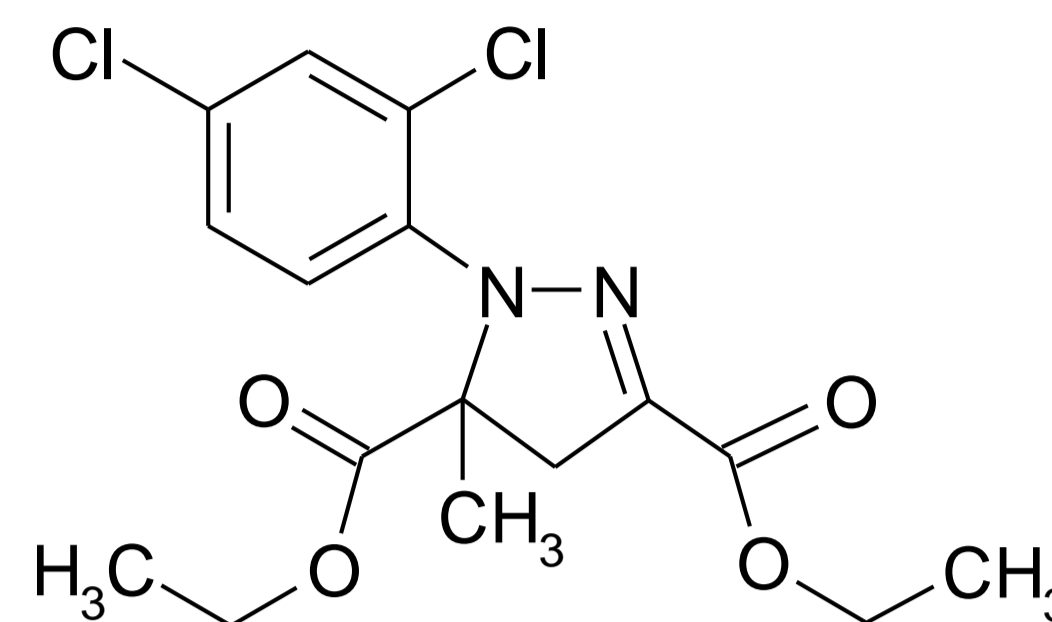
Особенности количественного химического анализа действующего вещества и антидота в пестицидном препарате методом капиллярной газовой хроматографии

Шилова Н.А., Шить Е.В.

Государственное предприятие «НПЦГ», г. Минск

Введение

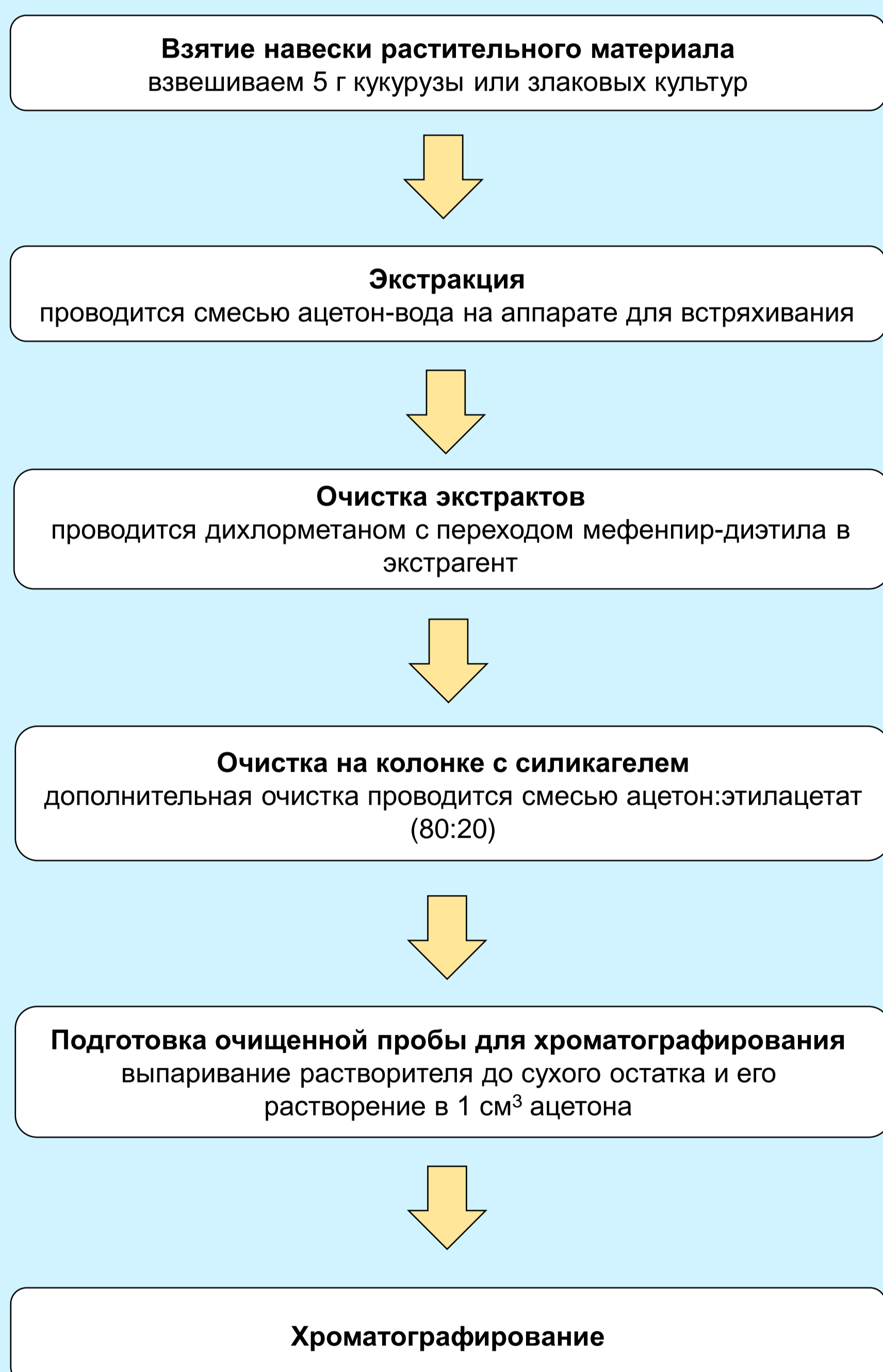
Для увеличения урожайности и защиты сельскохозяйственных культур от вредителей во всем мире широко используют химическую защиту растений – пестициды. При правильном использовании и четком соблюдении техники безопасности пестициды не причиняют существенного вреда, а, наоборот, помогают спасти урожай, 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. Одним из таких веществ является мефенпир-диэтил – антидот, входящий в состав гербицидных препаратов для уничтожения широкого спектра сорняков в посевах. Он способствует быстрому распаду амидосульфурона, феноксапроп-П-этила и йодосульфурона в культурных растениях, обработанных препаратом, что обеспечивает высокую селективность и исключает проявления воздействия на возделываемую культуру (фитотоксичности), а именно: активно-действующие вещества гербицидов ингибируют биосинтез жирных кислот в меристемных тканях сорняков, препятствуя образованию клеточных мембран, что ведёт к прекращению роста и гибели сорных злаков. Механизм защиты мефенпир-диэтила заключается в ускорении распада активно-действующих веществ пестицидных препаратов в культурных растениях, при этом, помимо их защиты, повышает уровень подавления сорной растительности. Мефенпир-диэтил может применяться для защиты таких культур как пшеница, ячмень, кукуруза.



О методе определения

Методика основана на извлечении препарата органическим растворителем из пробы или с фильтра, проведении очистки экстрактов путем перераспределения между двумя несмешивающимися растворителями, очистке и определении мефенпир-диэтила методом газожидкостной хроматографии с использованием детектора электронного захвата. Идентификация вещества проводится по времени удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки.

Схема анализа



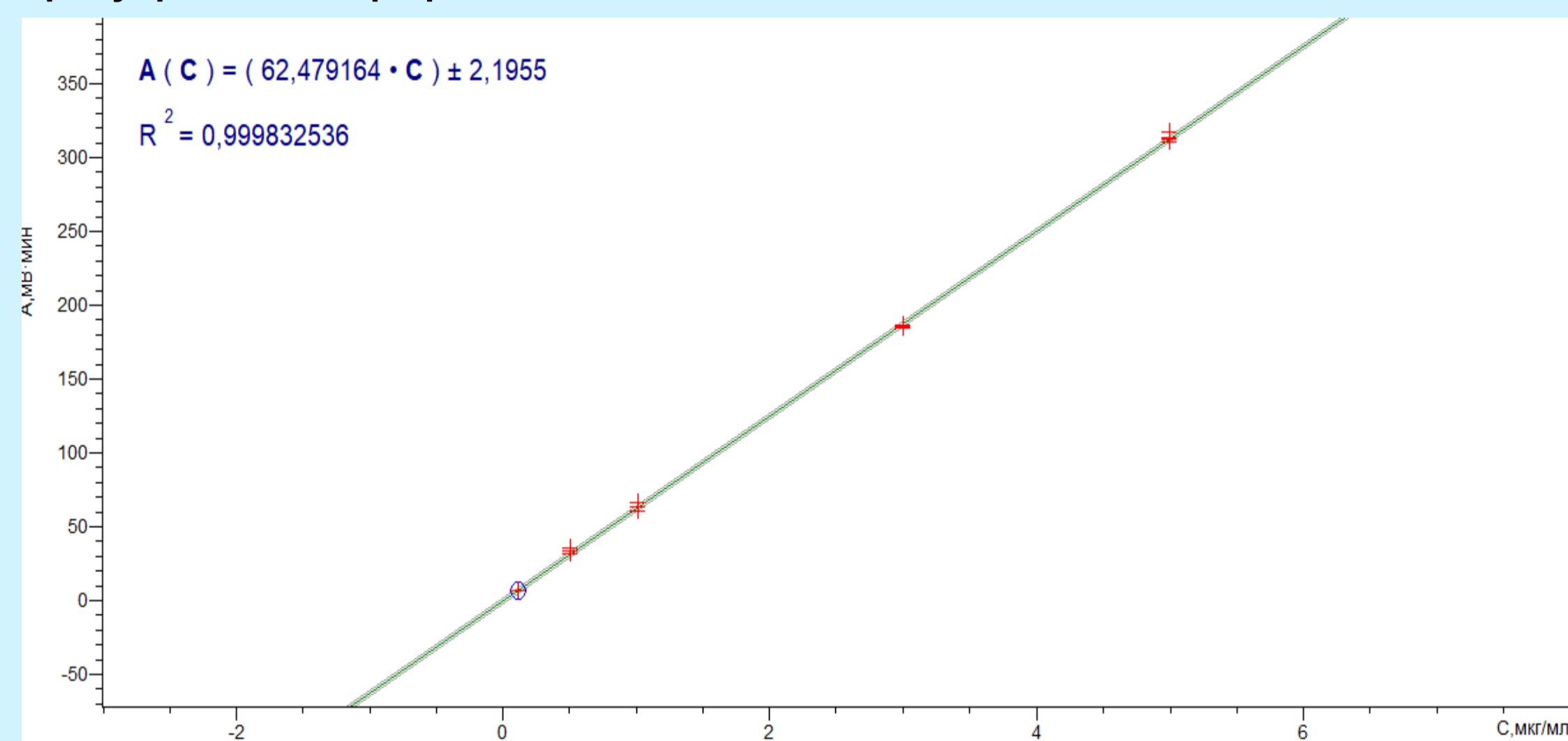
В соответствии с ГН, утв. постановлением Министерства здравоохранения РБ от 27.09.2012 №149, и ГН, утв. постановлением Совета Министров РБ от 25.01.2021 №37

Предельно допустимая концентрация в почве (мг/кг)	Предельно допустимая концентрация в воде водоемов (мг/дм ³)	Ориентировочный безопасный уровень воздействия в воздухе рабочей зоны (мг/м ³)	Ориентировочный безопасный уровень воздействия в атмосферном воздухе (мг/м ³)	Максимально допустимый уровень в продукции (мг/кг)
Не нормируется	0,01	1,3	0,02	зерно хлебных злаков, кукуруза (зерно, масло) – 0,5

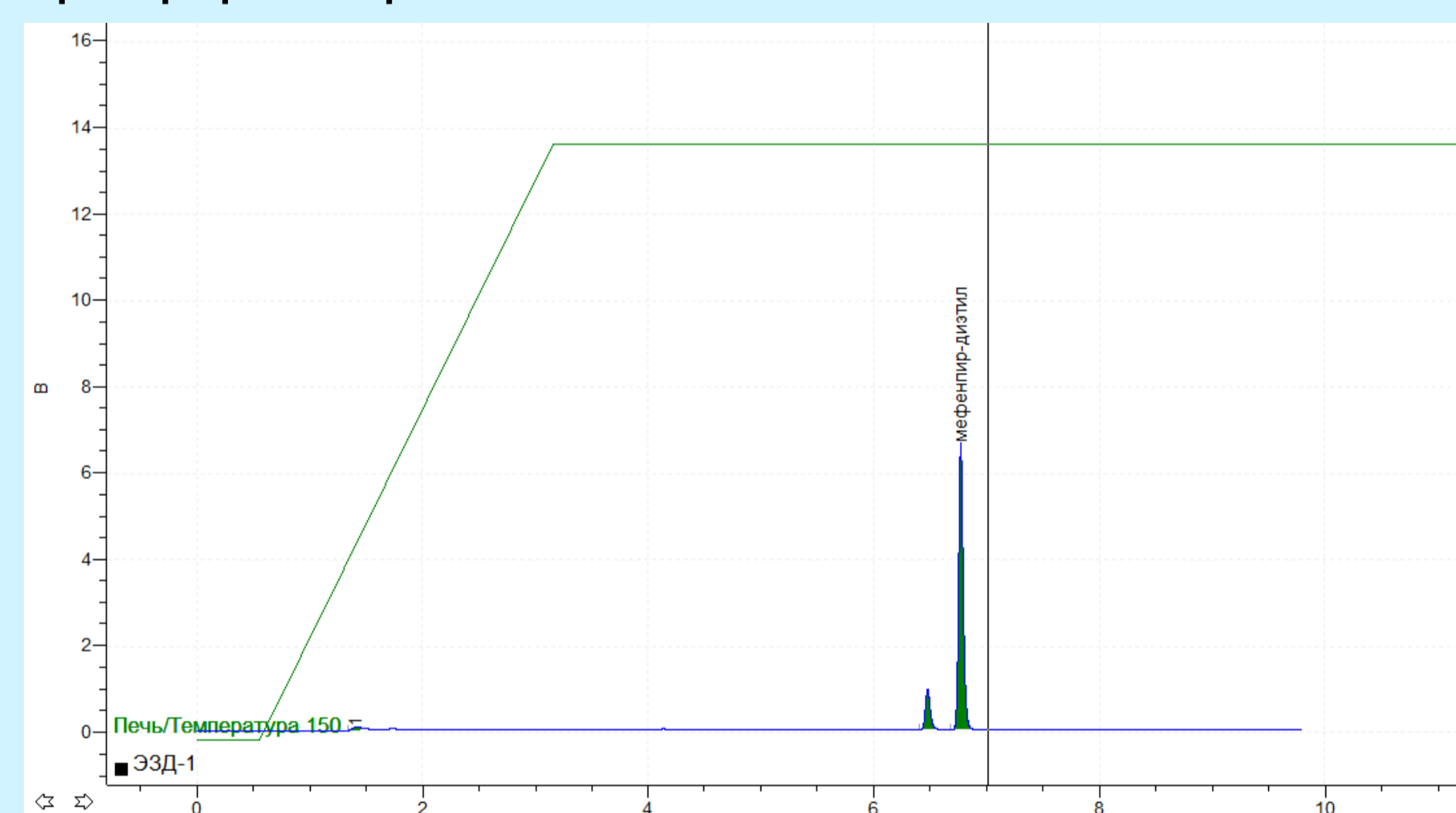
Условия хроматографирования:

- газовый хроматограф «Кристалл 5000.2» с ДЭЗ или аналогичный;
- колонка газохроматографическая капиллярная RESTEK RtX-5 30 m × 0,32 mmID × 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 – 0,1–5,0 нг;
- ориентировочное время удерживания мефенпир-диэтила – 6,8 мин.

Градуировочный график



Пример хроматограммы



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	Среднее значение определения, X _{ср} , %	Стандартное отклонение, S, %	Граница относительной погрешности*, ±ΔX, %
Воздух рабочей зоны (при отборе 10 дм ³ воздуха)	0,1	0,1–5,0	98,0	1,7	3,2
Воздух атмосферы (при отборе 100 дм ³ воздуха)	0,001	0,001–0,050	98,0	1,8	3,4
Вода	0,001	0,001–0,050	91,7	6,2	11,7
Почва	0,01	0,01–0,50	77,6	7,3	14,0
Растительные материалы	0,02	0,02–1,00	70,3	7,4	14,4