

Ивашкевич Л. С., Турко М. С.

СОВМЕСТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЛУДИОКСОНИЛА И ИМИДАКЛОПРИДА В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ И ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Научно-практический центр гигиены, г. Минск, Республика Беларусь

Применение пестицидов в сельском хозяйстве позволяет получать большие урожаи. Пестициды широко используются для регулирования роста растений и их защиты от различных вредителей и болезней, удаления сорняков. Во всем мире производство пестицидов постоянно растет. Однако, попадая в организм человека, они становятся причиной возникновения отравлений и многих хронических заболеваний. Накопление в организме большого количества пестицидов может проводить к ожирению, возникновению онкозаболеваний и влиять на гормональный баланс [1].

Важное место при производстве и применении пестицидов уделяется гигиене труда и охране окружающей среды. В Республике Беларусь содержание пестицидов в воздухе рабочей зоны и санитарно-защитных зон нормируется Гигиеническими нормативами содержания действующих веществ пестицидов (средств защиты растений) в объектах окружающей среды, продовольственном сырье, пищевых продуктах», утвержденными постановлением Министерства здравоохранения Республики Беларусь от 27.09.2012 № 149 [2]. Для контроля

содержания пестицидов важное значение отводится методикам их определения, которые должны обладать высокой чувствительностью и экспрессностью.

Одним из пестицидов, производимых в Республике Беларусь, является «МСW-2027». Данный препарат используется для протравливания семян. В его состав входят три действующих вещества: флудиоксонил, имидаклоприд и тебуконазол. Флудиоксонил и имидаклоприд определяют с использованием метода высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), тебуконазол — газовой хроматографии. Для ускорения времени проведения анализа и времени отбора проб, снижения стоимости анализа представляет интерес отбор и анализ образцов для одновременного определения нескольких действующих веществ.

Цель работы – разработать методику совместного определения остаточных количеств флудиоксонила и имидаклоприда в воздухе рабочей зоны и воздухе атмосферы методом ВЭЖХ.

Имидаклоприд – это 1-(6-хлор-3-пиридилметил)-N-нитроимидазолидин-2-илиденамин (IUPAC); 1-[6-хлор-3-пиридинил) метил]-N-нитро-2-имидазолидинимин (Chemical Abstract). Эмпирическая формула имидаклоприда: $C_9H_{10}ClN_5O_2$. Молекулярная масса: 255,7.

Имидаклоприд – бесцветное кристаллическое вещество со слабым характерным запахом. Температура плавления составляет 144°C. Растворимость (г/л) при 20°C: вода – 0,61; гексан – менее 0,1; дихлорметан – 55; изопропанол – 1,2; толуол – 0,68. Вещество устойчиво к гидролизу при pH 5-11 (период полураспада – более 1 года). Имидаклоприд относительно слабо передвигается по почвенному профилю и очень быстро разрушается в почве под действием света и микрофлоры. В растениях соединение постепенно метаболизируется.

Флудиоксонил (ISO) – это 4-(2,2-дифтор-1,3-бензодиоксол-4-ил)-1Н-пиррол-3-карбонитрил (IUPAC). Эмпирическая формула флудиоксонила: $C_{12}H_6F_2N_2O_2$. Молекулярная масса – 248,2.

Флудиоксонил – бесцветное кристаллическое вещество без запаха. Температура плавления составляет 199,8°C. Растворимость в органических растворителях (г/л при 25°C): ацетон – 190; этанол – 44; н-октанол – 20; гексан – 0,0078; хорошо растворим в метаноле и дихлорметане. Растворимость в воде составляет 1,8 мг/л при 25°C.

Для выполнения исследований использовали высокоэффективный жидкостный хроматограф «Agilent 1260» с диодно-матричным детектором, оснащенный хроматографической колонкой Hypersil ODS длиной 250 мм, диаметром 4,0 мм.

Методика основана на извлечении флудиоксонила и имидаклоприда из анализируемых образцов органическими растворителями, их концентрировании и последующем анализе методом ВЭЖХ.

Для разработки методики изучены и проанализированы условия отбора проб, пробоподготовки и хроматографирования. В результате были установлены следующие условия хроматографирования:

- подвижная фаза для ВЭЖХ: смесь ацетонитрил – бидистиллированная вода (70:30, по объему);
- скорость потока подвижной фазы: 0,8 мл/мин;

- температура колонки: 23°C;
- рабочая длина волны: 270 нм;
- объем вводимой пробы: 25 мкл;
- время выхода веществ: флудиоксонила – 4,19 минуты, имидаклоприда – 2,89 минуты.

Установленные условия позволили определить минимальное детектируемое количество действующих веществ пестицидов, равное 2,5 нг.

Согласно [2], предельно допустимая концентрация (ПДК) имидаклоприда в воздухе рабочей зоны – 0,5 мг/м³, флудиоксонила – 1,0 мг/м³, в воздухе атмосферы имидаклоприда – 0,03 мг/м³, флудиоксонила – 0,01 мг/м³. Близкие значения ПДК веществ позволили готовить общие градуировочные растворы и строить градуировку в диапазоне концентраций от 0,1 до 10,0 мкг/см³.

Высокая чувствительность определения позволила отбирать минимальное количество воздуха. Для определения пестицидов в воздухе рабочей зоны и атмосферы достаточно отобрать 20 дм³ воздуха. С помощью аспиратора воздух со скоростью 0,5 дм³/мин пропускали через фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель, в течение 4 минут.

При определении флудиоксонила и имидаклоприда бумажный фильтр с отобранной пробой воздуха измельчали и помещали в пробирку с притертой пробкой на 10 мл. Затем прибавляли 10 мл ацетонитрила, помещали в ультразвуковую баню и экстрагировали на протяжении 15 минут. Полученный экстракт переносили в колбу-концентратор вместимостью 25 мл и упаривали на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не более 40°C досуха. Сухой остаток растворяли в 1 мл подвижной фазы и анализировали при условиях хроматографирования, указанных выше.

Идентификацию веществ проводили по времени удерживания, а количественное определение – методом абсолютной калибровки по площадям пиков.

Нижний предел обнаружения флудиоксонила в воздухе рабочей зоны – 0,05 мг/м³, в воздухе атмосферы – 0,005 мг/м³, имидаклоприда в воздухе рабочей зоны – 0,05 мг/м³, в воздухе атмосферы – 0,015 мг/м³.

Таким образом, разработана чувствительная и эффективная методика идентификации и количественного определения флудиоксонила и имидаклоприда, позволяющая с высокой точностью определять содержание этих соединений в воздухе рабочей зоны и атмосферном воздухе ниже регламентируемых значений.

ЛИТЕРАТУРА

1. Метью, Дж. Медицинская токсикология: Диагностика и лечение отравлений у человека / Дж. Метью. М.: Медицина, 2003. Т. 1. 894 с.
2. Гигиенические нормативы содержания действующих веществ пестицидов (средств защиты растений) в объектах окружающей среды, продовольственном сырье, пищевых продуктах : гигиен. норматив : утв. постановлением М-ва здравоохранения Респ. Беларусь 27 сент. 2012 г., № 149. Минск, 2012. 173 с.