

Шилова Н. А., Соболенко Л. Н.

**ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ
ДИФЕНОКОНАЗОЛА И ТЕБУКОНАЗОЛА, ДЕЙСТВУЮЩИХ ВЕЩЕСТВ
КОМБИНИРОВАННОГО ФУНГИЦИДА, В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

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

Появление на рынке Республики Беларусь ряда новых средств защиты растений (СЗР) предполагает необходимость экспериментальной разработки новых и унификации уже существующих методик определения содержания действующих веществ в препаратах, а также их остаточных количеств в объектах окружающей среды и продукции растениеводства. Наблюдающаяся в настоящее вре-

мя тенденция к использованию комплексных препаратов СЗР, имеющих в своем составе 2-3 действующих вещества, ставит перед аналитиками новые задачи, связанные с решением проблемы одновременной идентификации и количественного определения нескольких веществ, которые могут сильно отличаться по своим физико-химическим свойствам.

При производстве и применении пестицидных препаратов важное место уделяется гигиене труда и охране окружающей среды. Предельно допустимые концентрации действующих веществ пестицидов в Республике Беларусь нормируются Гигиеническим нормативом содержания действующих веществ пестицидов (СЗР) в объектах окружающей среды, продовольственном сырье, пищевых продуктах, утвержденным постановлением Министерства здравоохранения Республики Беларусь от 27 сентября 2012 г. № 149 [1]. Для контроля содержания действующих веществ пестицидов необходимо разработать методику их идентификации и количественного определения в воздухе рабочей зоны.

Действующие вещества дифеноконазол и тебуконазол входят в состав пестицидного препарата «Магнелло, КЭ». Данный пестицид используется как фунгицид для борьбы с грибковыми болезнями растений, а также для протравливания семян с целью освобождения от спор грибов-паразитов. Существуют методики отдельного определения дифеноконазола и тебуконазола методом газожидкостной хроматографии. В настоящее время для ускорения проведения анализа, отбора проб, снижения затрат на приобретение дорогостоящих реактивов представляет интерес разработка высокочувствительной методики идентификации и количественного определения этих действующих веществ при их совместном присутствии.

Дифеноконазол

Название вещества: 1-{2-/4-хлорфеноксил-2-хлорфенил-/4-метил-1,3-диоксолан-2-ил/-метил}-1 Н-1,2,4-триазол.

Эмпирическая формула: $C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$.

Молекулярная масса: 406,26.

Физические свойства: белое кристаллическое вещество; температура плавления $-82,5^{\circ}C$, температура кипения $-101^{\circ}C$, температура разложения $-337^{\circ}C$, давление паров при $25^{\circ}C$ $-3,33 \times 10^{-5}$ МПа, растворимость при $20^{\circ}C$ (мг/дм³): в воде -15 , этаноле -330000 , ацетоне -610000 , толуоле -500000 , -3400 – гексан.

Тебуконазол

Название вещества:

(*RS*)-1-(4-хлорфенил)-4,4-диметил-3-(1,2,4-триазол-1-илметил)пентан-3-ол.

Эмпирическая формула: $C_{16}H_{22}ClN_3O$.

Молекулярная масса: 307,82.

Физические свойства: бесцветное кристаллическое вещество, температура плавления $-105^{\circ}C$, температура кипения $-$ разлагается до кипения, температура разложения $-350^{\circ}C$, давление паров при $25^{\circ}C$ $-1,30 \times 10^{-3}$ МПа, растворимость при $20^{\circ}C$ (мг/дм³): в воде -36 , дихлорметане -200000 , н-гексане -80 , октаноле -96000 , толуоле -57000 .

Для определения концентраций дифеноконазола и тебуконазола в воздухе рабочей зоны использовали газовый хроматограф *Agilent 7890* с термоионным детектором (ТИД) и капиллярной колонкой.

При разработке методики анализировали условия хроматографирования, позволяющие определить оба действующих вещества в одной пробе: температуру детектора и испарителя, температурную программу разделительной колонки, скорость потока газа-носителя.

В результате проведенных исследований были установлены оптимальные условия хроматографирования:

колонка капиллярная ДВ-5 ms 30 м×0,25 мм×0,25 μм;

начальная температура термостата колонки – 150°C (1 мин), затем подъем температуры со скоростью 30°C/мин до 280°C (8,5 мин);

температура детектора – 325°C;

температура испарителя – 280°C;

скорость газа-носителя (гелия) – 2,5 см³/мин;

скорость подачи воздуха – 120 см³/мин;

скорость подачи водорода – 3 см³/мин;

скорость поддувочного газа (азота) – 3 см³/мин;

объем вводимой пробы – 2 мм³;

режим ввода пробы – без деления потока;

линейный диапазон детектирования – 10,0-40,0 нг;

ориентировочное время удерживания дифеноконазола – 13,7 мин;

ориентировочное время удерживания тебуконазола – 7,6 мин.

Данные условия позволили установить минимальное детектируемое количество дифеноконазола и тебуконазола, равное 0,1 мг/м³.

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

Подготовку проб воздуха рабочей зоны проводили по ниже представленной схеме. Для определения дифеноконазола и тебуконазола воздух со скоростью 10 дм³/мин пропускали через бумажный фильтр «синяя лента», помещенный в фильтродержатель, продолжительность отбора пробы – 5 минут. Фильтр с отобранной пробой воздуха переносили в химический стакан или коническую колбу вместимостью 100 см³ и заливали 15-20 см³ ацетона. Экстрагировали дифеноконазол и тебуконазол из фильтра в течение 10-15 минут на аппарате для встряхивания. Экстракцию повторяли дважды свежими порциями ацетона, экстракты объединяли, упаривали на ротационном испарителе до объема 0,2-0,3 см³ при температуре не выше 40°C. Остаток растворителя удаляли в токе воздуха. Сухой остаток в колбе растворяли в 1 см³ ацетона и анализировали при вышеприведенных условиях хроматографирования.

Согласно [1], ориентировочно безопасный уровень воздействия в воздухе рабочей зоны (ОБУВ) дифеноконазола – 1,0 мг/м³, а тебуконазола – 0,3 мг/м³. Для определения значений половины ОБУВ при отборе 50 дм³ воздуха был установлен диапазон измерения, равный 0,1-0,4 мкг/см³.

Нижний предел обнаружения дифеноконазола и тебуконазола в воздухе рабочей зоны составил 0,1 мг/м³. Полученные нижние пределы обнаружения позволяют контролировать содержание пестицидов в объектах окружающей среды на уровнях, регламентируемых гигиеническим нормативом.

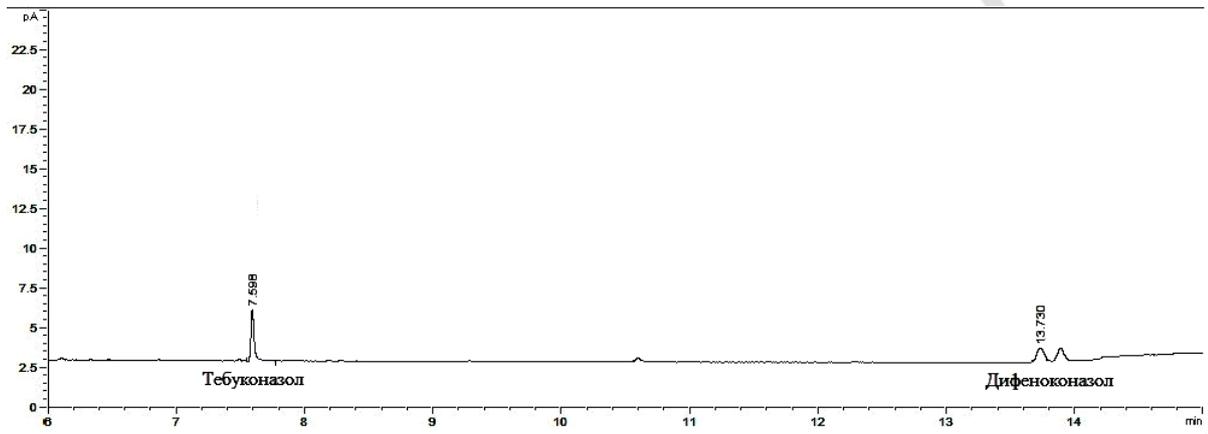


Рис. Типичная хроматограмма определения дифеноконазола и тебуконазола

Таким образом, разработанная методика совместного определения действующих веществ дифеноконазола и тебуконазола пестицидного препарата «Магнелло, КЭ», основанный на использовании газожидкостной хроматографии, позволяет с высокой чувствительностью осуществлять контроль содержания остаточных количеств пестицидов в объектах окружающей среды. Одновременное определение всех действующих веществ, входящих в препарат, значительно сокращает материальные и трудовые затраты при проведении анализа, в итоге, приведет к минимизации негативного влияния применяемых пестицидных препаратов на здоровье населения, окружающую среду и послужит основой для производства экологически безопасных пищевых продуктов.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Гигиенические* нормативы содержания действующих веществ пестицидов (средств защиты растений) в объектах окружающей среды, продовольственном сырье, пищевых продуктах / М-во здравоохранения Респ. Беларусь. Введ. 27.09.2012. Минск, 2012. 173 с.