

НЕКОТОРЫЕ АСПЕКТЫ ЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ГЕРБИЦИДОВ НА ОСНОВЕ 2,4-Д КИСЛОТЫ В ПРИРОДНОЙ И ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ

Шилова Н.А., Голуб А.А., Шить Е.В.

*Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический
центр гигиены», г. Минск, Республика Беларусь*

Резюме: Представлены методические аспекты применения капиллярной газовой хроматографии с электрозахватным детектированием при определении 2,4-Д кислоты в природной и питьевой воде. Метод использован на практике при установлении уровней загрязнения 2,4-Д кислоты в питьевой и воде объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования.

Ключевые слова: лабораторный контроль, методические подходы, гербициды, водные объекты.

Summary: Methodical aspects of application of a capillary gas chromatography with ECD to determination 2,4-D acid in natural and drinking water are presented.

Key words: laboratory control, methodical approaches, herbicides, water objects.

Введение. Интенсивное ведение сельскохозяйственных работ традиционно связано с использованием химических средств защиты растений – пестицидов. 2,4-Дихлорфеноксиуксусная кислота(2,4-Д) – самый известный и широко применяемый гербицид в практике защиты растений. Следует отметить, что в 50-60-е годы прошлого столетия гербицидные препараты на ее основе не имели аналогов, что вызвало накопление 2,4-Д в различных объектах окружающей среды.

На первых этапах 2,4-Д оценивалась как безопасное соединение для организма животных и человека, но впоследствии появились научные данные о ее возможном неблагоприятном влиянии, в связи с чем вещество было

отнесено к потенциально опасным, его производство и применение в различных странах снижено, а в некоторых запрещено.

По своим физико-химическим свойствам 2,4-Д является стабильным соединением, ее остаточные количества обнаруживаются в течение длительного периода после применения, в связи с чем это вещество считается глобальным загрязнителем.

Материалы и методы. Производство препаратов на основе 2,4-Д кислоты, применение их в сельском хозяйстве, обуславливает потребность в создании методов измерения их концентраций в объектах окружающей среды.

Анализ аналитической базы по определению остаточных количеств 2,4-Д показал, что известные методы не обеспечивают контроль более жестких гигиенических нормативов для природной и питьевой воды – одной из важнейших сред обитания человека, вносящей большой вклад в обеспечение санитарно-гигиенического благополучия населения.

В существующем методе определения 2,4-Д [1] используется газовый хроматограф типа «Цвет-106» со стеклянной спиральной колонкой, что не позволяет определять 2,4-Д с нужной чувствительностью. В настоящее время были установлены более жесткие гигиенические нормативы содержания 2,4-Д кислоты. Так, например, в «Гигиенических нормативах содержания действующих веществ пестицидов (средств защиты растений) в объектах окружающей среды, продовольственном сырье, пищевых продуктах» №149 предельно допустимая концентрация 2,4-Д для водоемов составляет 0,0002 мг/дм³. Нижний предел существующей методики составляет 0,002 мг/дм³, что не позволяет использовать ее при установленном гигиеническом нормативе в объектах окружающей среды.

Поэтому целью данной работы явилась разработка способа определения 2,4-Д в природной и питьевой воде методом газожидкостной хроматографии с использованием газового хроматографа «Agilent 6890» с детектором по захвату электронов (ДЭЗ) и капиллярной колонки DB-5, позволяющему определить остаточные количества 2,4-Д с достаточной чувствительностью.

Результаты и обсуждение. При рассмотрении аспектов определения остаточных количеств 2,4-Д в воде в существующем методе [1] для определения ее в виде метилового эфира проводится дериватизация кислоты диазометаном или диметилсульфатом. В качестве внутреннего стандарта используется 2,4,5-трихлорфеноксиуксусная кислота. Эти вещества являются сильными канцерогенами. В разработанном способе для перевода 2,4-Д в метиловый эфир применяется раствор 2% серной кислоты в метаноле при нагревании.

Предложен способ пробоподготовки образцов воды, который включает трехразовую экстракцию действующего вещества, из подкисленной соляной кислотой пробы образца, диэтиловым эфиром с последующим фильтрованием экстракта через безводный сульфат натрия и упаривания на роторном испарителе досуха. Далее количественно проба переносится в пробирку ацетоном и растворитель упаривается на роторном испарителе при температуре 30°C досуха. Далее проводится метилирование. Для этого в пробирку добавляется 1 см³ раствора 2% серной кислоты в метаноле, пробирка плотно закупоривается притертой пробкой и нагревается на кипящей водяной бане в течение 60 минут. Далее пробирку охлаждают до комнатной температуры, добавляют 5 см³ гексана и 10-15 см³ воды. Смесь интенсивно встряхивают и после разделения фаз из верхнего гексанового слоя аликвоту 2 мм³ вводят в хроматограф.

Достигнутые метрологические характеристики: предел обнаружения в воде – 0,0001 мг/дм³ (объем аналитической пробы 1,0 дм³), средняя полнота извлечения – 86,4%.

Полученные нижние пределы обнаружения позволяют контролировать содержание 2,4-Д в пробах природной и питьевой воды на уровнях, регламентируемых в гигиенических нормативах.

Выводы. Разработанный метод измерения остаточных количеств 2,4-Д в воде методом газожидкостной хроматографии позволит с должной точностью и чувствительностью проводить исследования в воде водных объектов, в соответствии с требованиями по нормированию данного показателя. Данный метод использовался при разработке валидации метода определения 2,4-Д и анализе проб природной и питьевой воды.

Литература

1. Методические указания по определению 2,4-Дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в воде, почве, фураже, продуктах питания растительного и животного происхождения хроматографическими методами// Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде: справ. изд./Под ред. М.А.Клисенко. – М.:Колос, 1983.-С.176-182.