

ОСНОВНІ ПУБЛІКАЦІЇ

ТРЕТЯ МІЖНАРОДНА КОНФЕРЕНЦІЯ "ЧИСТОТА ДОВКІЛЛЯ В НАШОМУ МІСТІ"

СЕМЁНОВА О.А., ЧЕКАЛОВА Т.В., ЧЕКАЛОВ В.П. *

ВЛИЯНИЕ ПРОГРАММИРОВАНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ НА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ РАЗДЕЛЕНИЕ ХЛОРООРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ

При визначенні концентрації пестицидів у харчових продуктах на підставі проведених досліджень пропонується використовувати програмування температури термостатування колонок. Це дає змогу значно підвищити якість аналізу та скоротити час його проведення.

При определении концентрации пестицидов в пищевых продуктах на основании проведенных исследований предлагается использовать программирование температуры термостатирования колонок. Это дает возможность значительно повысить качество анализа и сократить время его проведения.

Programming of columns temperature thermostating at determination of pesticides concentration on the basis of the conducted researches is offered. It enables to raise quality of the analysis and to reduce time of its realization.

Для анализа следовых количеств пестицидов наиболее широкое распространение получила газовая хроматография (ГХ). Преимущества этого метода заключаются в его высокой чувствительности и селективности. Несмотря на то, что в последнее время чаще используются капиллярные колонки, в ряде случаев применение набивных колонок позволяет достаточно эффективно идентифицировать исследуемые вещества.

Если компоненты пробы мало различаются по параметрам удерживания при изотермическом режиме работы хроматографа и фиксированной скорости газа-носителя, их полное разделение зачастую недостижимо. Очень длительные времена удерживания последних пиков, и вследствие этого их уширение и малая высота затрудняют идентификацию хроматографируемых веществ. В этих случаях одним из наиболее эффективных способов улучшения результатов анализа является приме-

нение программирования температуры. Преимущество этого способа заключается в том, что в течение анализа происходит постепенное, равномерное повышение температуры, в результате чего продолжительность анализа значительно снижается, и в то же время может быть достигнуто хорошее разделение пиков. При этом высота последних пиков возрастает, что существенно повышает качество хроматографического анализа.

Целью настоящей работы было изучение влияния режима программирования температуры и скорости потока газа-носителя на время и качество разделения хлорорганических пестицидов.

Материалы и методы

В исследованиях использовали смесь стандартов хлорорганических пестицидов: α -ГХЦГ, β -ГХЦГ, γ -ГХЦГ, гептахлор, кельтан, ДДЕ, ДДТ, ДДД. Разделение этих соединений проводили на хроматографе "Кристалл 2000", оснащённом набивной колонкой длиной 1,5 м, содержащей 5 % OV-17 на хромосорбе и детектором электронного захвата. В качестве газа-носителя использовался азот (ОСЧ).

Исследования проводились при использовании следующих условий хроматографирования:

1. Начальная температура колонки 190° С с последующим повышением температуры термостата колонок со скоростью (v_1) 5° С в течение 4 мин до 205° С (t_1), далее v_2 – 10° С за 4 мин до 220° С (t_2). Температура испарителя – 260° С; детектора – 300° С; ток газа-носителя – 25 см³/мин;

2. Начальная температура колонки – 220° С. Повышение температуры: v_1 – 2° С в течение 5 мин до 240° С (t_1). Температура испарителя – 260° С; детектора – 300° С; ток газа-носителя – 30 см³/мин;

3. Хроматографирование в изотермическом режиме при температуре колонки 240° С. Температура испарителя – 250° С, детектора – 300° С; ток газа-носителя – 40 см³/мин;

4. Начальная температура колонки 220° С. Повышение температуры v_1 – 5° С в течение 2 мин до 240° С (t_1), затем v_2 – 8° С в течение 2 мин до 260° С (t_2). Температура испарителя – 260° С, детектора – 300° С; ток газа-носителя – 25 см³/мин.

Результаты и обсуждение

Согласно утвержденным методикам [1,2] анализ хлорорганических пестицидов проводят при температуре 190° С в изотермическом режиме. При этом время анализа превышает 35 минут и полное разделение пиков анализируемых веществ не достигается. В этом случае большие времена удерживания пестицидов группы ДДТ приводит к "размыванию" пиков, а их малая высота затрудняет идентификацию веществ. Для достижения более качественных результатов нами изучалась возможность проведения анализа при более высокой температуре колонки, а также использовании разных режимов программирования температур. При этом начальная температура определялась исходя из времён удерживания летучих компонентов пробы, а конечная температура – как максимально допустимая для применяемой неподвижной жидкой фазы. Повышение скорости анализа проводилось за счёт увеличения скорости нагрева термостата колонок и скорости потока газа-носителя.

Экспериментальные данные времени удерживания хлорорганических пестицидов (ХОП), полученные нами при различных температурных режимах, приведены в табл 1.

Таблица 1.

Значения времен удерживания хлорорганических пестицидов при различных условиях хроматографирования

№	Пестицид	Относительное время удерживания, мин			
		190°-205°-220°С	220°-240°С	240°С	220°-240°-260°С
1	α-ГХЦГ	6,47	2,32	1,37	1,25
2	β-ГХЦГ	8,31	3,09	н/р	1,46
3	γ-ГХЦГ	9,42	3,31	н/р	1,57
4	Гептахлор	10,13	3,53	2,12	2,09
5	Кельтан	15,57	5,35	3,16	3,17
6	ДДЕ	23,01	7,40	4,80	5,04
7	ДДД	29,10	10,10	6,82	7,08
8	ДДТ	35,40	11,40	8,19	8,29

В первом варианте при относительно неплохом разделении пиков пестицидов продолжительность анализа достаточно велика и выход производных ДДТ заканчивается через 36 мин. Последние пики слабо выражены. В изотермическом режиме (вариант 3) повышение температуры колонки до 240° С приводит к сокращению времени анализа до 8 мин. Скорости потока газа-носителя в этом режиме составляла 40 см³/мин. Однако в этих условиях β-ГХЦГ и γ-ГХЦГ не разделяются.

Оптимальные результаты были достигнуты при программировании температуры колонки в интервале 220°-240°-260°С. Удовлетворительное разделение пиков веществ отмечается и во втором варианте (220°-240°С), но, несмотря на более высокую скорость потока азота (30 см³/мин против 25 см³/мин), продолжительность анализа была на 3 минуты дольше.

Таким образом, приведенные данные показывают, что использование программирования температуры даёт возможность существенно сократить время анализа и достичь хорошего разделения пиков хлорорганических пестицидов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях методом хроматографии в тонком слое. Утв. 28.01.1980 за №2142-80.
2. ГОСТ30349-96. Плоды, овощи и продукты их переработки. Методы определения остаточных количеств хлорорганических пестицидов. — Киев. — 1998, -17 с.

*Крымская бассейновая санэпидемстанция
* Институт биологии южных морей НАН Украины
г. Севастополь*

Поступило в редакцию 3.10.2007