

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ

Матыцина В.В.

(Национальный исследовательский университет ИТМО)

Научный руководитель – к.т.н., доцент, Н.В. Баракова

(Национальный исследовательский университет ИТМО)

**Аннотация.** В данной работе описаны стандартный и альтернативные методы определения пестицидов в продуктах питания. Был проведен сравнительный анализ и выявлен наиболее перспективный метод.

**Введение.** Остатки пестицидов в материалах окружающей среды и пищевых продуктах определяют различными методами, в первую очередь, методами капиллярной газовой хроматографии (ГХ) и методами жидкостной колоночной хроматографии (ВЭЖХ). Применение ГХ ограничено термолабильностью и нелетучестью многих высокополярных пестицидов, что требует дополнительной стадии получения летучих производных. Для определения пестицидов в последнее время используют капиллярный электрофорез (КЭ).

**Основная часть.** По стандартам ЕС суммарное содержание пестицидов в продуктах питания не должно превышать  $0,5 \text{ мкг/дм}^3$ , причем концентрация каждого отдельного вещества не должна быть выше  $0,1 \text{ мкг/дм}^3$ . Для определения таких низких концентраций рекомендуется проводить предварительное концентрирование определяемых компонентов.

Методы ГХ требуют экстракции пестицидов органическими растворителями и дальнейших очистительных процедур. Газохроматографическое определение пестицидов в водах проводится после твердофазной экстракции при помощи сорбционных патронов, в почвах – после извлечения пестицидов экстракцией или термодесорбцией. Далее разделение выделенных пестицидов проводят на капиллярных колонках с силиконовой жидкой неподвижной фазой в режиме программирования температуры от  $50$  до  $250^\circ \text{C}$ . Преимущества использования капиллярных колонок в ГХ заключаются в значительном увеличении суммарной эффективности разделения, повышении экспрессности анализа и снижении объема анализируемой пробы.

Жидкостная хроматография (ЖХ) – это метод разделения и анализа сложных смесей веществ, в котором подвижной фазой служит жидкость. Метод ЖХ применим для разделения более широкого круга веществ, чем метод ГХ, поскольку большинство веществ не обладает летучестью, многие из них неустойчивы при высоких температурах. В ЖХ разделение чаще всего происходит при комнатной температуре. Жидкая подвижная фаза, в отличие от газа в ГХ, выполняющего только транспортную функцию, является активным элюентом. Молекулы жидкой фазы могут сорбироваться на поверхности неподвижной фазы. При прохождении через колонку находящиеся в элюенте молекулы интересующего нас компонента должны вытеснить молекулы элюента с поверхности сорбента. Применяя различные элюенты, можно изменять параметры удерживания и селективность хроматографической системы.

В высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) используют колонки диаметром до  $5 \text{ мм}$ , плотно упакованные сорбентом с частицами малого размера ( $3\text{-}10 \text{ мкм}$ ). Для прокачивания элюента через колонку применяют давление до  $3 \cdot 10^7 \text{ Па}$ . Такой вид хроматографии называют хроматографией высокого давления. Пропускание элюента через колонку под высоким давлением позволяет резко увеличить скорость анализа и существенно повысить эффективность разделения за счет использования мелкодисперсного сорбента.

КЭ позволяет разделять и определять различные ионные и нейтральные компоненты с высокой скоростью и уникальной эффективностью. В основе этого метода лежат электрокинетические явления: электромиграция ионов и других заряженных частиц и электроосмос, возникающий в растворах при помещении их в электрическое, преимущественно высоковольтное поле. Если раствор находится в тонком капилляре, например в кварцевом капилляре, электрическое поле, приложенное вдоль капилляра,

вызывает движение заряженных частиц в капилляре и пассивное течение жидкости. В результате образец разделяется на отдельные компоненты, так как параметры электромиграции специфичны для каждого типа заряженных частиц. Возмущающие факторы в капилляре значительно ослаблены; поэтому достигается рекордная эффективность разделения.

Поскольку КЭ характеризуется достаточно низкой чувствительностью, для получения наиболее достоверных результатов необходимо применение детектирования. Помимо традиционных методов детектирования (УФ-видимое детектирование) используют более чувствительные и высокоселективные методы, такие как флуоресцентное, масс-спектрометрическое и электрохимическое детектирование.

**Выводы.** Традиционно жидкостная хроматография (ЖХ), ГХ и КЭ используются для определения пестицидов. Физические механизмы разделения в КЭ и ЖК сходны. ГХ подходит для разделения неполярных, термостабильных и летучих пестицидов. Определение термолабильных пестицидов требует образования летучих производных и, следовательно, увеличения продолжительности анализа и снижения извлечения.

Методы КЭ являются быстрыми, но менее чувствительными это можно компенсировать без использования вспомогательного оборудования (онлайн методы предварительной концентрации образцов: эти методы предназначены для сжатия анализируемых полос в капилляре, тем самым увеличивая объем образца, который может быть введен без потери эффективности КЭ).

Матыцина В.В.

Подпись

Баракова Н.В.

Подпись