ОКРУЖАЮЩАЯ СРЕДА

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ

хроматэк

Анализ хлорорганических пестицидов на газовом хроматографе "Хроматэк-Кристалл 5000" с микро-ЭЗД

Аннотация

Для анализа хлорорганических пестицидов может быть использован газовый хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000" с микро-электронозахватным детектором (микро-ЭЗД). Чувствительность микро-ЭЗД примерно в 5-10 раз выше традиционного ЭЗД. Микро-ЭЗД обладает линейностью в широком диапазоне концентраций.

Введение

При анализе хлорорганических пестицидов (ХОП) основным методом является газовая хроматография с электронозахватным детектором. В ряде случаев ари анализе микроконцентраций ХОП чувствительности традиционного ЭЗД может быть недостаточно. Кроме этого, традиционный ЭЗД обладает узким линейным динамическим диапазоном. Для решения этих проблем СКБ "Хроматэк" разработало микро-ЭЗД с небольшой камерой, оптимизированной для работы с капиллярными колонками.

Методы анализа

1. ГОСТ 31858-2012. Вода питьевая. Метод определения содержания хлорорганических пестицидов газожидкостной хроматографией.
2. ПНД Ф 14.1:2:3:4.204-04. Методика определения хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов в питьевых, природных и сточных водах методом газовой хроматографии.
3. ISO 6468. Water quality – Determination of certain organochlorine insecticides, polychlorinated biphenyls and chlorobenzenes – Gas chromatographic method after liquid-liquid extraction.
4. US EPA Method 508. Determination of Chlorinated Pesticides in Water by Gas Chromatography with an Electron Capture Detector.

Оборудование и материалы

- Газовый хроматограф Хроматэк-Кристалл 5000
- Колонка CR-5 (30 м × 0.25 мм × 0.25 мкм), Cat. # 6.903.652
- Детектор – микро-ЭЗД
- Газ-носитель – азот

Режим анализа

Хроматограф		
Время анализа	30 мин	
Колонка		
Давление газа-носителя	100 кПа	
Деление потока	1:20	
Температура колонки		
Изотерма 1: 100 °C	5 мин	10 °C/мин
Изотерма 2: 200 °C		
Порт ввода		
Температура	250 °C	
Детектор ЭЗД		
Расход поддувного газа	20 мл/мин	
Температура	300 °C	

Экспериментальная часть

Исходный стандартный раствор ХОП с концентрацией 100 мкг/см^3 был приготовлен из индивидуальных веществ путем их растворения в ацетоне. Промежуточный стандартный раствор с концентрацией 1 мкг/см^3 был приготовлен из исходного раствора путем его разбавления *н*-гексаном. Рабочие стандартные растворы (1.0; 0.1; 0.01; 0.001; 0.0005 мкг/см^3) готовили из промежуточного раствора путем последовательного разбавления *н*-гексаном. Разбавление растворов осуществляли с помощью автоматического микрошприца SGE-Chromatec eVol XR (Cat. # 2.835.002).

Результаты и их обсуждение

На рисунке 1 показана хроматограмма анализа стандартного раствора ХОП (0.01 мкг/см^3). Для оценки чувствительности микро-ЭЗД был проведен анализ этого же стандартного раствора на традиционном ЭЗД, хроматограмма анализа показана на рисунке 2. Результаты анализов приведены в таблице 1. Как следует из представленных данных, микро-ЭЗД демонстрирует лучшую чувсвтительность при анализе пестицидов по сравнению с традиционным ЭЗД. Для большинства компонентов отклики пестицидов на микро-ЭЗД в 5-10 раз выше, чем на традиционном ЭЗД

Хроматограммы

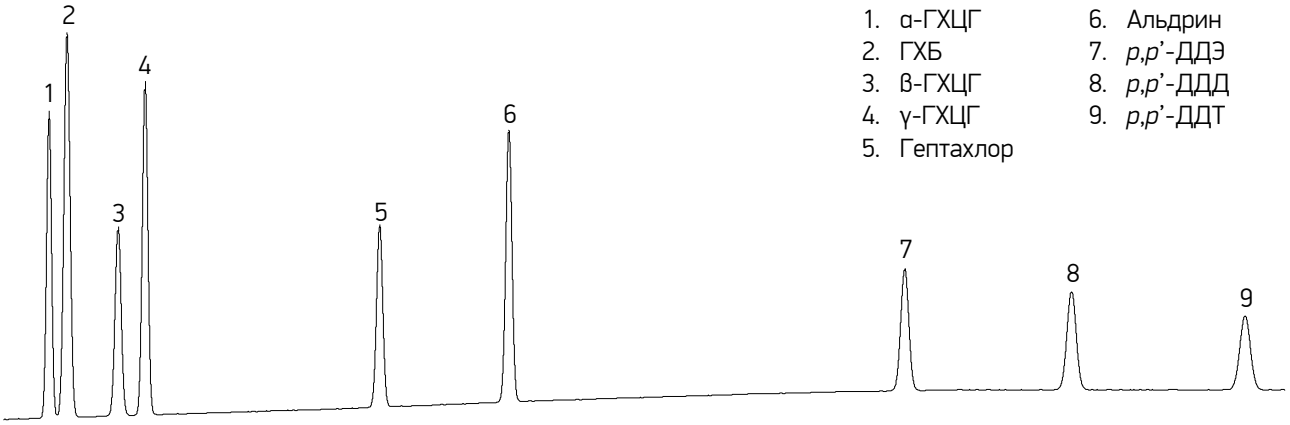


Рисунок 1 – Хроматограмма анализа стандартного раствора ХОП (0.01 мкг/см^3) на микро-ЭЗД

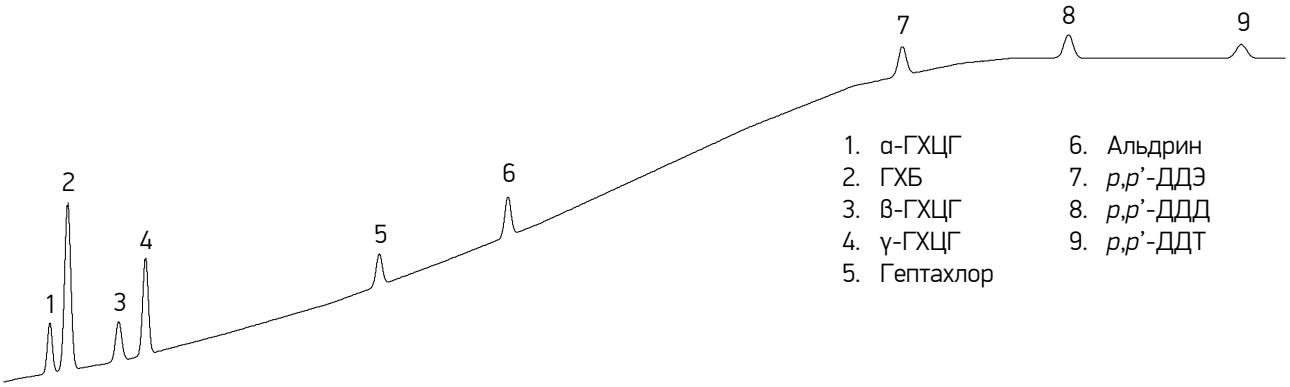


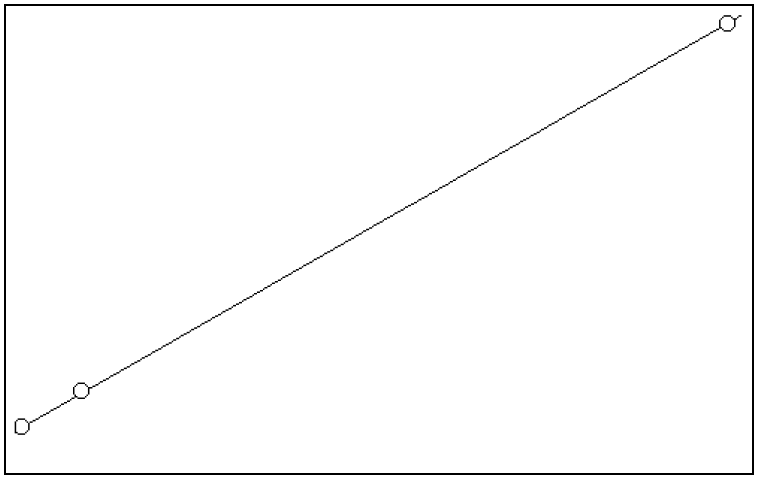
Рисунок 2 – Хроматограмма анализа стандартного раствора ХОП (0.01 мкг/см^3) на традиционном ЭЗД

Таблица 1 – Результаты анализа ХОП

Компонент	ЭЗД			микро-ЭЗД			Отношение площадей микро-ЭЗД и ЭЗД
	Площадь, мВ·с	**Высота, мВ**	**Сигнал/шум**	**Площадь, мВ·с**	**Высота, мВ**	**Сигнал/шум**	
α-ГХЦГ	12.388	3.724	41	123.082	36.781	194	9.9
ГХБ	50.796	12.198	135	191.995	46.047	242	3.8
β-ГХЦГ	11.749	2.871	32	94.725	22.661	119	8.0
γ-ГХЦГ	26.709	7.117	79	150.237	39.969	210	5.6
Гептахлор	9.505	2.312	26	91.943	21.946	116	9.6
Альдрин	12.101	2.919	32	136.434	32.627	172	11.3
p,p'-ДДЭ	10.916	2.090	23	79.437	14.662	77	7.3
p,p'-ДДД	10.371	1.719	19	73.526	11.882	63	7.1
p,p'-ДДТ	6.809	1.041	12	63.366	8.983	41	9.3

Микро-ЭЗД обладает широким линейным динамическим диапазоном, линейная зависимость отклика от концентрации наблюдается в диапазоне от 0.0005 до 1 мкг/см^3.

Градуировочная зависимость компонента α-ГХЦГ показана на рисунке 3. Коэффициент детерминации составляет более 0.995. Относительное среднеквадратичное отклонение не превышает 3 %.



Коэффициент детерминации (R^2): 0.99995
Относительное СКО,% 1.3939

Рисунок 3 – Градуировочная зависимость α-ГХЦГ

Заключение

Детектор микро-ЭЗД демонстрирует хорошую чувствительность, широкий линейный динамический диапазон и может быть использован при анализе хлорорганических пестицидов.

Предоставленная информация может быть изменена без предварительного уведомления
© ЗАО СКБ "Хроматэк". Все права защищены
Йошкар-Ола, Российская Федерация