

**СЕЛЕКТИВНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ
ТОПРАМЕЗОНА И ДИКАМБЫ ПРИ
СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В
ЗЕЛЕННОЙ МАССЕ КУКУРУЗЫ МЕТОДОМ
ВЭЖХ**

Авторы:
Голуб А. А., Казакевич Е. Л.
лаборатория хроматографических исследований

*Докладчик: Голуб А. А.,
ведущий химик
лаборатории
хроматографических
исследований*



Характеристика вещества:

Топрамезон относится к классу трикетонов, являющихся аналогами природных гербицидов. Обладая выраженным системным действием, топрамезон быстро проникает в растение через побеги, корни и листья, в течение 1–2 дней вызывает остановку роста чувствительных сорняков. Гибель происходит в течение 1–2 недель.

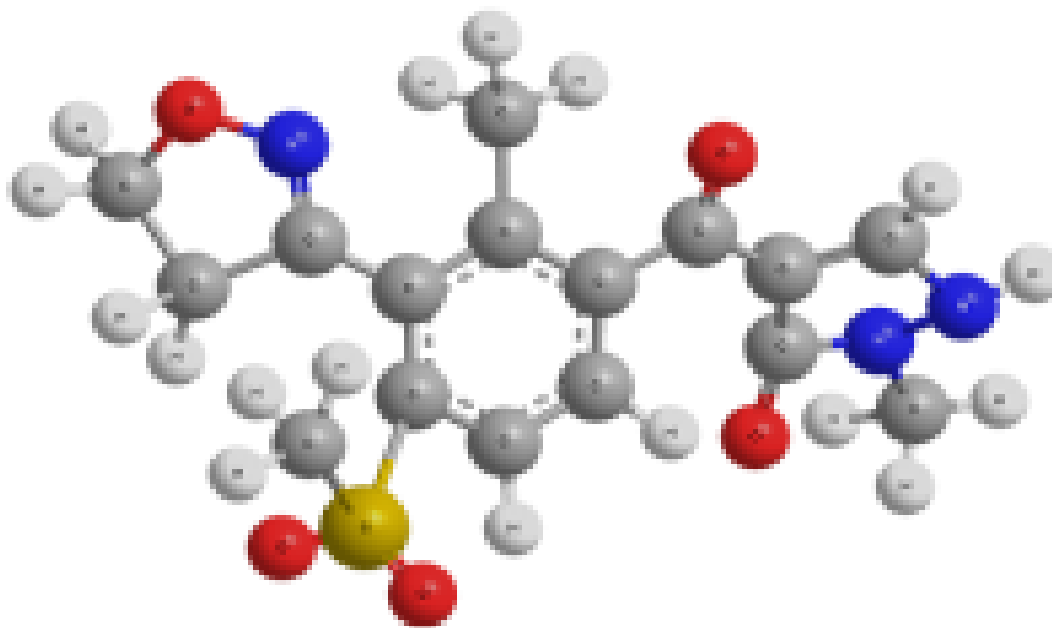
Дикамба отнесена к группе гербицидов с ауксиноподобной активностью, характеризуется подвижностью в растениях. Проникая через листья в растения, быстро передвигается в корневую систему. Перемещается по флоэме и ксилеме, скапливаясь в основном в растущих верхушках. Из корней незначительное количество препарата может перейти в окружающую среду.



Эмпирическая формула топрамезона:



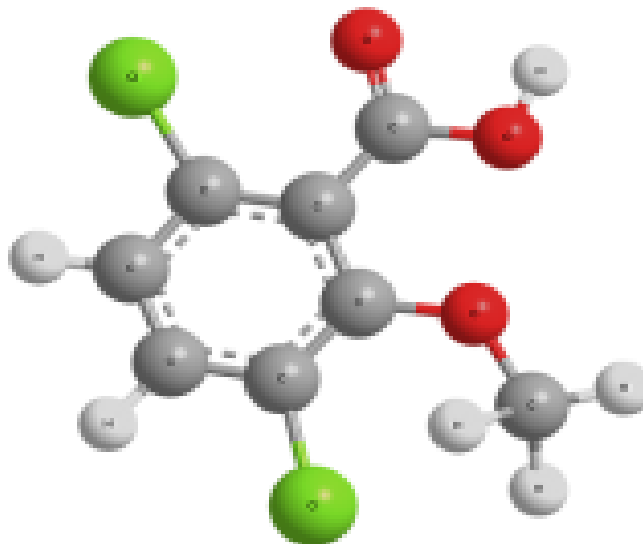
Структурная формула топрамезона:



Эмпирическая формула дикамбы:



Структурная формула дикамбы:





АКТУАЛЬНОСТЬ

В соответствии с ГН «Гигиенические нормативы содержания действующих веществ пестицидов (средств защиты растений) в объектах окружающей среды, продовольственном сырье, пищевых продуктах», утвержденными постановлением Министерства здравоохранения Республики Беларусь от 27 сентября 2012 г. № 149, максимально допустимый уровень (МДУ) в зерне кукурузы топрамезона - 0,1 мг/кг, дикамбы - 0,5мг/кг .





Применение средств защиты растений наряду с положительным эффектом увеличения урожайности таит в себе опасность загрязнения окружающей среды.





Цель:

исследование возможности применения метода жидкостной хроматографии для определения топразамезона и дикамбы при совместном присутствии в зеленой массе кукурузы.

Задачи:

- подобрать оптимальные условия хроматографирования;
- подобрать способ извлечения топразамезона и дикамбы из зеленой массы кукурузы;
- установить степень извлечения и нижние пределы обнаружения топразамезона и дикамбы в зеленой массе кукурузы.

Прибор:

Жидкостной хроматограф Agilent 1200 с диодно-матричным детектором.

Стальная колонка обращенной фазы

Hypersil ODS, длина — 150 мм,

внутренний диаметр — 4,6 мм,

зернение — 5 мкм;.

Для исследований использовались:

- Топразамезон, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 99,8%
- Дикамба, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества 99,7% %





Ход анализа

Экстракция ацетонитрил-вода 1:1

Очистка на фильтрах
«синяя лента»

Подкисление 1 моль/л HCl и
экстракция дихлорметаном

Переэкстракция из
дихлорметана в 0,05% аммиак

Дихлорметан отбрасываем

Аммиачный слой+вода+
0,1М HCl pH до 3
экстракция
дихлорметаном

Концентрирование
до сухого остатка

Растворение в
ACN

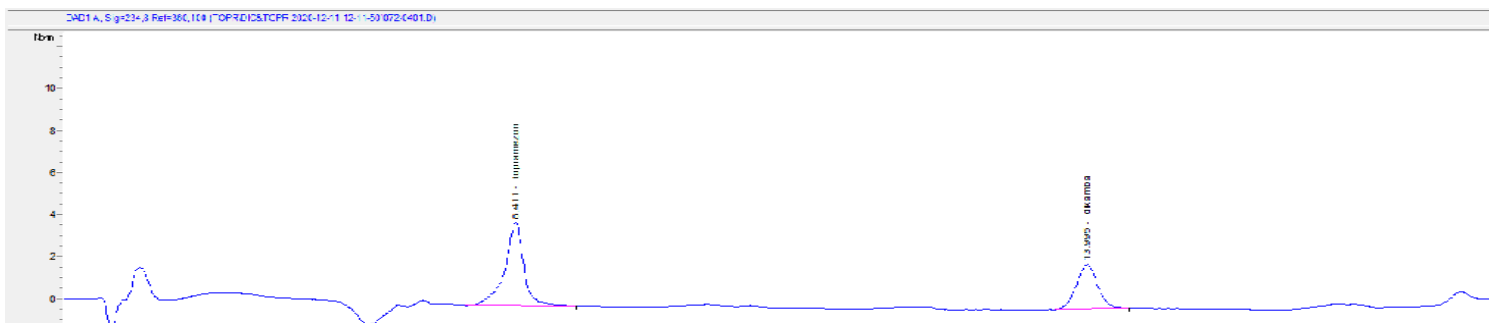
Хроматографирование



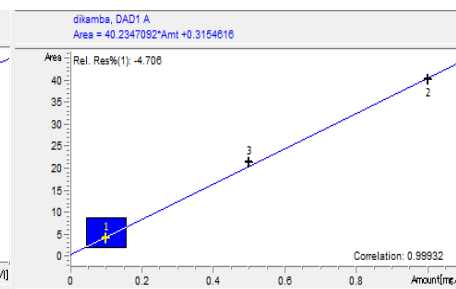
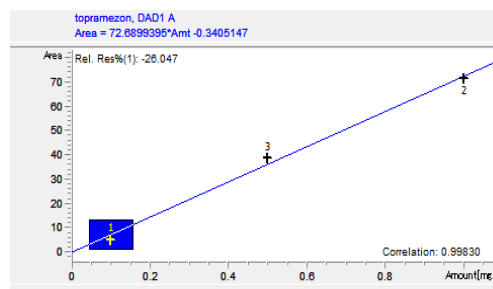


УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЯ:

- температура колонки — 40°C;
- подвижная фаза — ацетонитрил : 0,002% H_3PO_4 в соотношении 10 : 90 ;
- скорость подачи подвижной фазы — 0,5 мл/мин.;
- объем вводимой пробы — 20 мкл;
- рабочая длина волны — 234,8 нм;
- линейный диапазон детектирования — 2–20 нг;
- ориентировочное время удерживания топрамезона — 8,3 мин., дикамбы — 13,7 мин.



Peak	Retention Time (min)	Method	Compound	Order	Area	Height	
1	8.373	DAD1 A	topramezon	1	0.100	5.124	1.9517e-2
				3	0.500	38.572	1.2963e-2
				2	1.000	71.246	1.4036e-2
2	13.705	DAD1 A	dikamba	1	0.100	4.135	2.4185e-2
				3	0.500	21.431	2.3330e-2
				2	1.000	40.071	2.4955e-2





Заключение

- подобраны оптимальные условия хроматографирования;
- определены условия пробоподготовки;
- рассчитаны метрологические характеристики

Вещество	Метрологические параметры, $p=0,95$, $n=5$			
	диапазон обнаружения, мг/кг	среднее значение определения, %	стандартное отклонение, $S, \%$	доверительный интервал среднего результата, %
Топрамезон	0,1-1,0	75,6	3,5	5,7
Дикамба	0,1-1,0	74,2	3,4	5,6

Таким образом, в результате проведенных нами исследований была показана возможность определения остаточных количеств топрамезона и дикамбы — действующих веществ пестицидных препаратов в зеленой массе кукурузы с помощью метода жидкостной хроматографии.

- Разработанный высокочувствительный и селективный способ был апробирован при исследовании растениеводческой продукции при использовании пестицидных препаратов, в состав которых в качестве действующих веществ входят топрамезон и дикамба .



*Спасибо за
внимание*

*www.rspch.by
www.certificate.by*