

Голуб А. А., Бондаренко Е. П.

## ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ПЕНТИОПИРАДА, ДЕЙСТВУЮЩЕГО ВЕЩЕСТВА ФУНГИЦИДНОГО ПРЕПАРАТА, В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

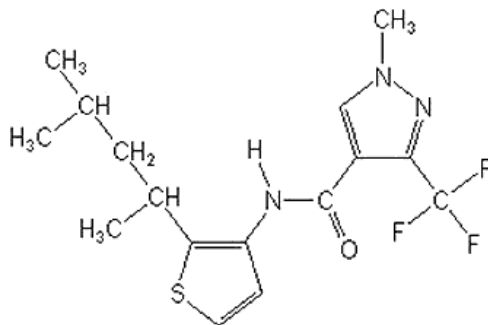
*Научно-практический центр гигиены, г. Минск, Республика Беларусь*

Применение средств защиты растений наряду с положительным эффектом увеличения урожайности таит в себе опасность загрязнения окружающей среды. Постоянно возрастающий ассортимент применяемых высокоэффективных сложных пестицидных препаратов, многие из которых обладают широким спектром действия, вызывает необходимость разработки методов их определения в объектах окружающей среды.

Новым препаратом, используемым в качестве системного фунгицида, является пентиопирад (название ИСО) – химическое соединение по инновационному классу пирозол-карбоксамид [1]. Применяется для контроля фитопатогенных грибковых заболеваний: парши яблони и груши; серой плесени на томатах, баклажанах и огурцах, листьях и колосьях зерновых; пирикулярриоза, бурой пятнистости, ризоктониоза и гибберрелеза риса; настоящей мучнистой росы зерновых культур, подобных пшенице; полосатой пятнистости ячменя; тифулеза зерновых культур; пыльной головки пшеницы; настоящей мучнистой росы винограда, яблок, тыквенных [2].

Пентиопирад ингибирует фермент сукцинатдегидрогеназу, что приводит к подавлению клеточного дыхания и нарушает электронный транспорт в комплексе II митохондриальной мембраны клеток гриба. Пентиопирад также оказывает влияние на развитие растения – способствует наращиванию биомассы

Эмпирическая формула вещества:  $C_{16}H_{20}F_3N_3OS$ . Структурная формула вещества:



В Республике Беларусь гигиенические нормативы для пентиопирада не установлены. Селективный способ определения остаточных количеств этого вещества в воздухе, почве, воде, растительных материалах отсутствует [3].

Целью данной работы было исследование возможности применения метода жидкостной хроматографии для определения пентиопирада в воде, почве, растительной продукции, воздухе рабочей зоны.

Способ определения пентиопирада разрабатывали с использованием жидкостного хроматографа Agilent 1200 с DAD-детектором. При разработке способа анализировали условия хроматографирования, позволяющие определить действующее вещество: хроматографическую разделительную колонку с определенным типом фазы, размером и температурой; вид и скорость подвижной фазы; длину волны поглощения; линейный диапазон детекции.

В соответствии со строением и размером молекулы определяемого вещества и его химическими свойствами была выбрана стальная колонка обращенной фазы Hypersil BDS, пригодная для определения различных пестицидов и дающая возможность широкого выбора подвижных фаз.

Для установления с наибольшей степенью достоверности максимума поглощения определяемого вещества проводили сканирование спектров поглощения стандартного раствора пентиопирада в диапазоне длин волн 210–400 нм.

При подборе подвижной фазы использовали следующие растворители и смеси растворителей в соотношениях по объему: ацетонитрил – вода (80 : 20), (60 : 40), (50 : 50); метанол – вода (80 : 20), (60 : 40), (50 : 50); ацетонитрил – 0,002 % ортофосфорная кислота (50 : 50), (40 : 60). Варьировали скоростью подвижной фазы в пределах от 0,4 до 1 мл/мин., объемом вводимой пробы – от 10 до 25 мкл, температурным режимом – от 20 до 45 °С.

Были установлены следующие оптимальные условия хроматографирования: хроматограф жидкостной с DAD-детектором; колонка хроматографическая стальная, Hypersil BDC C<sub>18</sub>, длина – 250 мм, внутренний диаметр – 4,6 мм, зернение – 5 мкм; температура колонки – 30 °С; подвижная фаза – ацетонитрил : вода в соотношении 50 : 50; скорости подачи подвижной фазы – 0,8 см<sup>3</sup>/мин. объем вводимой пробы – 20 мм<sup>3</sup>; рабочая длина волны – 230 нм; линейный диапазон детектирования – 2–20 нг; ориентировочное время удерживания пентиопирада – 15,2 мин.

Также были разработаны способы извлечения пентиопирада из воды, почвы, растительного материала и воздуха рабочей зоны.

Вода. Пробу предварительно отфильтрованной воды объемом 100 см<sup>3</sup> помещают в делительную воронку вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Туда же добавляют 10 г хлорида натрия и перемешивают до полного его растворения. Затем проводят экстракцию 30 см<sup>3</sup> хлористого метилена на аппарате для встряхивания в течение 30 мин. После полного разделения фаз нижний слой хлористого метилена фильтруют через слой безводного сульфата натрия (толщина слоя – 1,0–1,5 см), помещенный в воронку для фильтрования на бумажный фильтр «синяя лента»,

в колбу-концентратор вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Экстракцию повторяют еще дважды, используя порции хлористого метилена по 20 см<sup>3</sup>. Далее объединенный фильтрат упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не более 40 °С досуха.

Почва, растительный материал. Навеску предварительно просеянной пробы почвы или измельченной пробы растительного материала массой 20 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, добавляют 50 см<sup>3</sup> ацетонитрила (в почву предварительно вносят 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды) и помещают в ультразвуковую ванну на 5 мин., затем на 5 мин. на аппарат для встряхивания. Экстракт фильтруют через фильтр «синяя лента» в круглодонную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Экстракцию повторяют еще раз, затем экстракт фильтруют через тот же фильтр. Фильтрат упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани не более 40 °С досуха.

Воздух рабочей зоны. Бумажный фильтр с отобранной пробой воздуха измельчают и помещают в пробирку с притертой пробкой на 5 см<sup>3</sup>. Затем прибавляют 5 см<sup>3</sup> ацетонитрила, помещают в ультразвуковую ванну и экстрагируют на протяжении 10 мин. Полученный экстракт переносят в колбу-концентратор вместимостью 25 см<sup>3</sup> и упаривают на ротационном вакуумном испарителе при температуре водяной бани 40 °С досуха.

После проведения пробоподготовки воды, почвы, растительного материала, воздуха рабочей зоны сухой остаток растворяют в 1 см<sup>3</sup> подвижной фазы и анализируют при условиях хроматографирования, указанных выше.

Были установлены нижние пределы обнаружения пентиопирада: в воде – 0,001 мг/дм<sup>3</sup>; почве – 0,005 мг/кг; растительном материале – 0,005 мг/кг; воздухе рабочей зоны при отборе 50 дм<sup>3</sup> воздуха – 0,002 мг/м<sup>3</sup>.

Таким образом, в результате проведенных нами исследований была показана возможность определения массовых концентраций пентиопирада – действующего вещества пестицидных препаратов с помощью метода жидкостной хроматографии. Разработанный высокочувствительный и селективный метод был апробирован при проведении санитарно-химических исследований воздуха рабочей зоны и растениеводческой продукции при использовании пестицидных препаратов, в состав которых в качестве действующего вещества входил пентиопирад.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. *Методика* определения пентиопирада в воде, почве, воздухе рабочей зоны, растительных материалах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии : утв. 12.11.2014 № 142/10-02/к359. Минск, 2014. 12 с.
2. *Химические средства защиты растений* / Ю. А. Миренков [и др.]. Несвиж, 2007. 336 с.
3. *Гигиенические нормативы содержания действующих веществ пестицидов (средств защиты растений) в объектах окружающей среды, продовольственном сырье, пищевых продуктах*. Введ. 27.09.2012. Минск, 2012. 173 с.