

Биолог. журн. Армении, 1-2 (57), 2005

УДК 634,0,845, 51:543,063

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ИНСЕКТИЦИДА МАТЧА

В.С. МИРЗОЯН, Л.А. АДЖЕМЯН, А.С. СТЕПАНЯН

Научный центр земледелия и защиты растений МСХ РА, 378310, Эчмиадзин

An easy, fast and reliable thin chromatographic method for residue analytical determination of Match in water, apple and grape samples is developed. The sensitiveness of the method is 0,005 mg/l in water samples, 0,05 mg/kg - in apple, 0,1 mg/kg in grape. The recovery is 80,0-88,3 %.

Тонкослойная хроматография - пестициды - чувствительность метода - воспроизводимость метода

Одной из важных проблем современности является обеспечение населения полноценными продуктами питания. В выполнении этой задачи значительную роль играет химизация сельского хозяйства, включая применение химических средств защиты растений (ХСЗР).

Однако ХСЗР являются биологически активными веществами, их применение наряду с большой экономической отдачей может принести огромный вред как человеку, так и окружающей среде. Поэтому анализ остаточных количеств пестицидов в объектах окружающей среды и продуктах питания продолжает оставаться одним из важнейших профилактических мероприятий по обеспечению безопасности здоровья населения.

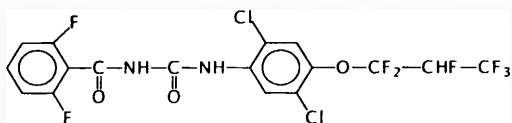
При изучении накопления пестицидов в различных объектах окружающей среды на первый план выдвигается задача определения их остаточных количеств чувствительными и доступными методами. С другой стороны, для контроля пестицидов в настоящее время применяется газожидкостная хроматография (ГЖ) и жидкостная хроматография при высоком давлении (HPLC) [2]. Однако эти методы требуют дорогостоящего оборудования и квалифицированных химиков-аналитиков.

Задача представленной работы разработать легкодоступный метод для оценки остаточных количеств матча в воде, в плодах яблони и винограда.

Материал и методика. Матч - инсектицид, ингибитор синтеза хитина насекомых. Выпускается швейцарской фирмой "Сиби-Гейги". В Армении используется против вредителей плодовых культур, винограда, картофеля.

Действующее вещество матча, N-[2,5дихлор-4-(1,1,2,3,3,3-гексафторпропокси) фениламинокарбонил]-2,6-дифторбензамид, белое кристаллическое вещество, слабо растворимое в воде (0,1 мг/л) и в большинстве органических растворителей. Точка плавления - 174.1°. Давление пара при 20° - $1,3 \cdot 10^{-7}$ Па. Молекулярная масса - 511 г/моль.

Химическая структура:



Разработанный нами метод определения матча основан на извлечении пестицида из исследуемого объекта соответствующим растворителем, очистке экстракта и хроматографировании на пластинках чешского производства "Silufol UV-254".

Экстракция препарата из анализируемой пробы.

Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку, прибавляют химически чистый хлористый натрий до образования насыщенного раствора и экстрагируют петролейным эфиром или гексаном трижды, по 15 мин. Экстракты сливают, фильтруют через воронку с безводным сульфатом натрия в колбу для отгонки растворителя и отгоняют хлороформ до объема 0.2-0.5 мл, после чего наносят на хроматографическую пластинку.

Яблоки, виноград. В зависимости от предполагаемого количества препарата мезгу (20-50 г) помещают в колбу с притертой пробкой, заливают хлороформом до покрытия пробы. Смесь перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 1 ч, затем фильтруют. Пробу трижды промывают хлороформом. Объединенный экстракт выпаривают досуха.

Очистка экстракта. Очистку от воска и других коэкстрактивных веществ проводят одним из предложенных способов:

1). Сухой остаток растворяют в 3-5 мл ацетонитрила, прибавляют 50 мл дистиллированной воды и 2 г поваренной соли. Смесь вымораживают в течение 3 ч, раствор фильтруют, из фильтрата инсектицид дважды экстрагируют петролейным эфиром или гексаном (по 30 мл). Очищенную таким образом пробу упаривают досуха и наносят на хроматографическую пластинку, 2-3 раза обмывая колбочку гексаном.

2). Остаток растворяют в 1 мл ацетона. Ацетоновый экстракт анализируемой пробы охлаждают в холодильнике (в течение 1-2 ч) или в охлаждающей смеси, фильтруют через складчатый фильтр "синяя лента". Процедуру повторяют несколько раз до полного освобождения восковых веществ. Объединенные ацетоновые экстракты пропускают через безводный сернокислый натрий, выпаривают на ротационном испарителе и наносят на хроматографическую пластинку.

Хроматографирование. Подготовленные и упаренные экстракты проб количественно переносят на хроматографическую пластинку чешского производства "Silufol UV-254", рядом наносят стандартные растворы с различным содержанием матча (5, 10, 20 мкг). После этого пластинку помещают в камеру для хроматографирования, предварительно наполненную растворителем (растворитель должен быть свежеприготовленным). В качестве подвижной фазы для матча используются системы: гептан-ацетон, 2:1 (R_f препарата равен 0,63) или гексан-этилацетат-уксусная кислота, 66:35:1 (R_f равен 0,60).

После поднятия линии фронта на 10 см пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и оставляют на несколько минут на воздухе. Затем пластинку помещают в сушильный шкаф, где температура достигает 150-160° и выдерживают 40 мин. После охлаждения пластинку обрабатывают проявителями А [46 мл воды + 4 мл HCl (уд. вес 1,18) + 1 г NaNO₂] и сразу же Б (2,8 г КОН + 50 мл воды + 0,01 г I-нафтола). Матч проявляется в виде ярко-розовых пятен.

Количественное определение производят путем визуального сравнения окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов.

Расчет анализов проводят по формуле:

$$X = A/B,$$

где X - содержание препарата в пробе, мг/кг или мг/л; А - количество препарата, найденное путем визуального сравнения со стандартным раствором, мкг; В - навеска или объем анализируемой пробы, г или мл.

Статистическую обработку полученных данных проводили по Рокицкому [1].

Метрологическая характеристика метода [1] определения матча в воде, яблоке и винограде представлена в табл. 1.

Таблица 1. Метрологическая характеристика метода

Объект исследования	Предел обнаружения, мг/кг или мг/л	Среднее значение определения, % (n=6)	Стандартное отклонение	Коэффициент вариации, %	Доверительный интервал при P=0,05
Вода	0,005	80,2	2,9	3,6	3,0
Виноград	0,15	88,3	9,8	11,1	10,3
Яблоки	0,10	80,8	6,7	8,3	7,0

Результаты исследований показывают, что метод обладает высокой чувствительностью и воспроизводимостью, что дает возможность применения его при определении микроколичеств матча в воде, яблоке и винограде.

ЛИТЕРАТУРА

1. Рокицкий П.Ф. Биологическая статистика. Минск, Изд. "Вышэйш. школа", 326, 1967.
2. Analytical Methods for Pesticides, Plant Growth Regulators, and Food Additives, 2nd edition. New York, Academic Press, I-XVII, 619, 1964.

Поступила 28.III.2005