

Биолог. журн. Армении, 1-2 (59), 2007

УДК 632.95:543.2

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ИНСЕКТИЦИДА КОНФИДОРА В ВОДЕ И СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ПРОДУКТАХ

В.С. МИРЗОЯН, Л.А. АДЖЕМЯН, Т.Д. КАРАПЕТЯН, А.С. СТЕПАНЯН

*Научный центр земледелия и защиты растений, 1101, Эчмиадзин*

An easy and fast test has been designed to determine the residues of the insecticide Confidor in water, cucumber, melon, watermelon, eggplant, gumbo and potato. Sensitivity of the method in water is 0,01 mg/l, in potato, cucumber and soil - 0,02 mg/kg, eggplant and watermelon - 0,04 mg/kg, melon and gumbo - 0,05 mg/kg. The recovery is accordingly 95,0; 85,1; 86,6; 83,3; 83,3; 79,7; 78,3 and 86,7 %.

*Тонкослойная хроматография - пестициды - чувствительность и воспроизводимость метода*

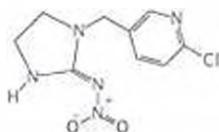
Одной из важных проблем современности является обеспечение населения полноценными продуктами питания. В выполнении этой задачи значительная роль принадлежит применению пестицидов - химических средств защиты растений.

Однако в связи с тем, что современные пестициды являются биологически активными веществами и их остатки после применения легко проникают и защищаемые растения и почву, необходимо контролировать поведение каждого препарата. В частности, нужно определить остаточные количества пестицидов в урожае, почве, воде и других биологических объектах. Для осуществления этой задачи необходимо иметь доступные методы определения остатков пестицидов. Разработка методов с применением газожидкостной хроматографии (ГХ) и жидкостной хроматографии при высоком давлении (HPLC) требует дорогостоящего оборудования и квалифицированных химиков-аналитиков [2, 3]. В связи с этим нами разработан сравнительно доступный метод для оценки остаточных количеств конфидора в воде и в ряде сельскохозяйственных продуктов при применении хроматографии в тонком слое.

**Материал и методика.** Общее имя - имидаклоприд, фирменное название - конфидор, лачир, гауча, премьер. Системный инсектицид для борьбы с сосущими насекомыми (тли, цикадки, колорадского жука, трипсы, белокрылки и др.) на зерновых, картофеле, овощных культурах, фруктовых деревьях, выпускается немецкой фирмой «Bayer».

Действующее вещество конфидора, (2E)-1-[(6-хлорпиримидин-3-ил)-N-нитронимидо-залидин-2-имин], белое кристаллическое вещество. Растворимость в воде 0,51 г/л, в гексане - 0,1 г/л. Температура плавления 136,4-143,8°. МДУ и ПДК в сельскохозяйственных продуктах не установлены. Давление пара  $2 \cdot 10^{-7}$  Па ( $15 \cdot 10^{-10}$  мм рт. ст.). Эмпирическая формула -  $C_9H_9ClN_3O_2$ . Молекулярная масса 255,7 г/моль.

Химическая структура:



**Результаты и обсуждение.** Экстракция препарата из анализируемой пробы. Вода. 200 мл воды помещают в делительную воронку, прибавляют химически чистый хлористый натрий до образования насыщенного раствора и экстрагируют препарат хлороформом (30 мл) трижды по 15 мин. Хлороформный слой сливают, фильтруют через воронку с безводным сульфатом (б/в) натрия в колбу для отгонки растворителя и отгоняют хлороформ до объема 0,2-0,5 мл, после чего наносят на хроматографическую пластинку.

**Картофель, баклажан, бамия.** Мезгу (20-25 г) помещают в колбу с притертой пробкой, заливают хлороформом до покрытия пробы. Смесь перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 1 ч, затем фильтруют. Экстракцию повторяют 2 раза по 15 мин.

**Огурцы, арбуз, дыня, вегетативные органы растения.** 25 г растёртых в ступке плодов заливают 50%-ным водным раствором ацетона (30-50 мл) и ставят на качалку на 1 ч. Пробу фильтруют через бумажный фильтр, снова заливают растворителем и ставят на качалку на 15 мин, повторяя эту манипуляцию дважды. Объединённые экстракты выпаривают. Остаётся 25-30 мл воды, из которой препарат дважды извлекают хлороформом (30 мл).

**Очистка экстрактов.** Обычно биологические объекты богаты восковыми веществами и пигментами, которые экстрагируются растворителем наряду с пестицидом и в итоге мешают хроматографированию. Выбор способа очистки зависит от исследуемого биологического объекта.

С целью освобождения от воска применяется очистка ацетонитрилом: сухой остаток растворяют в 3-5 мл ацетонитрила, прибавляют 50 мл дистиллированной воды и 2 г поваренной соли. Смесь вымораживают в морозильнике в течение 10-15 ч. Холодный раствор фильтруют в колбу, куда заранее вливают 30 мл хлороформа. После окончания фильтрации экстракт помещают в делительную воронку и отделяют нижний хлороформный слой. Экстракцию повторяют дважды. Объединённые экстракты пропускают через б/в сернокислый натрий и выпаривают до объема 0,1-0,2 мл.

Сильноокрашенные растворы обесцвечивают, добавляя 5-10 г активированного угля (марки БАУ). Колбу держат в водяной бане или в термостате при 65-70° в течение 30 мин, после чего экстракт фильтруют через складчатый фильтр с б/в сернокислым натрием. Колбочку и фильтр дважды промывают хлороформом. Экстракт выпаривают до 0,1-0,2 мл и наносят на пластинку.

**Хроматографирование.** На стартовую линию пластинки чешского производства «Silufol-254» микропипеткой количественно переносится остаток упаренного экстракта. Рядом с пробой наносят стандартные растворы

с различным содержанием препарата (2, 5, 10 мкг). После этого пластинку помещают в камеру для хроматографирования, куда за 10 мин до разгонки наливают растворитель - гексан-ацетон (1:1).

После поднятия линии фронта на 10 см пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и оставляют несколько минут на воздухе.

Пластинку сначала обрабатывают смесью бромфенолового синего и нитрата серебра (1 мл ацетона растворяют в 50 мг бромфенолового синего и доводят до 10 мл 1%-ным раствором нитрата серебра в 30%-ном водном ацетоне). Через 5 мин после опрыскивания хроматограмму обрабатывают 1%-ным раствором лимонной кислоты или 10%-ным раствором уксусной кислоты. Конфидор проявляется в виде голубых пятен на желтом фоне. Коэффициент распределения (Rf) препарата на пластинке "Silufol-254" составляет 0,34.

Количественное определение производят путем визуального сравнения окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов по формуле, предложенной Клисенко и др. [1]:

$$X = A/B,$$

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

Таблица 1. Метрологическая характеристика метода

Анализируемый объект	Среднее значение определения, %	Стандартное отклонение	Коэффициент вариации, %	Доверительный интервал при $p=0,05$	Число параллельных определений	Предел обнаружения, мг/кг или мг/л
Вода	95,0	5,0	5,3	12,4	3	0,01
Картофель	85,1	8,9	10,5	7,8	8	0,02
Баклажаны	83,3	5,8	7,0	14,3	3	0,04
Огурцы	86,6	9,2	10,6	14,6	4	0,02
Дыня	78,3	7,6	9,7	19,0	3	0,05
Арбуз	79,7	10,6	13,3	13,1	5	0,04
Бамия	86,7	3,3	5,8	14,3	3	0,05

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1.

Результаты исследований показывают, что метод обладает высокой чувствительностью и воспроизводимостью, что даёт возможность применять его при определении микроколичеств конфидора в воде, клубнях картофеля, плодах огурцов, баклажана, дыни, бамии и арбуза.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Клисенко М.А., Лебедева Т.А., Юркова З.Ф. Химический анализ микроколичеств ядохимикатов. М., Медицина, 1972.
2. Analytical Methods for Pesticides, Plant Growth Regulators, and Food Additives, 2<sup>nd</sup> edition. New York, Academic Press, Vol. I-XVII, 619, 1964.
3. Aguera A., Almansa E., Malato S., Maldonado M.I., Fernandez-Alba A.R. Analisis, 26. 245-251, 1998.