

УДК 543.62

## ДОСЛІДЖЕННЯ УМОВ ВИЗНАЧЕННЯ КРЕЗОКСИМ-МЕТИЛУ МЕТОДОМ ТОНКОШАРОВОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

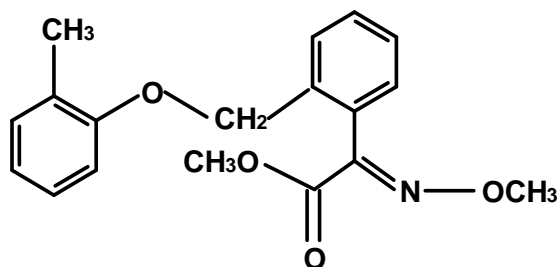
Мага І.М.<sup>1,2</sup>, Маркович М.І.<sup>2</sup>, Шарга Б.М.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Ужгородський національний університет,  
88000 м. Ужгород, вул. Підгірна 46, Україна

<sup>2</sup>Ужгородська прикордонна державна контрольно-токсикологічна лабораторія,  
88000 м. Ужгород, вул. Станційна, 56, Україна

Для підвищення ефективності сільського господарства широко використовують засоби захисту рослин [1,2], важливе місце серед яких посідають фунгіциди. Разом з тим, пестициди є високотоксичні сполуки для людей та теплокровних тварин [3,4]. Тобто широке застосування пестицидів і їх висока токсичність потребують всебічного контролю їх у об'єктах навколишнього середовища [5,6].

Нами досліджувались умови визначення крезоксим-метилу (КМ), діючої речовини фунгіцидного препарату "Стробі". Хімічна формула крезоксим-метилу має вигляд:



ГДК у воді 0,3 мг/м<sup>3</sup>

Для визначення діючої речовини препарату "Стробі" запропоновано метод газо-рідинної хроматографії який дозволяє визначити нг КМ. Але визначення КМ даним методом потребує відповідного апаратурного обладнання, тому важливе значення має розробка простих та доступних методів визначення, зокрема ТШХ.

Нами досліджувалася умови визначення КМ методом ТШХ.

### Експериментальна частина.

Основний стандартний розчин КМ з концентрацією 100 мкг/мл готували розчиненням в ацетоні точної наважки аналітичного стандарту крезоксим-метилу фірми "BASF" (Німеччина).

Розчин зберігали в холодильнику до 1 місяця. Робочі стандартні розчини КМ меншої концентрації готували з основного стандартного розчину відповідним поступовим розведенням ацетоном в день використання.

Розчини 0,5% Бромфенолового синього та 1% 1-нафтиламіну готують розчиненням відповідної наважки реактиву в ацетоні; 1,5% Калій перманганату та 1% Крохмалю в дистильованій воді;

Органічні розчинники – Гексан, Хлороформ, Тoluен, Етилацетат; кислоти – HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, CH<sub>3</sub>COOH, луги – NaOH, використовували кваліфікації х.ч. або о.с.ч.

Концентрацію гідроген-іонів контролювали за допомогою іономера ЭВ-74.

Розрахунок площ плям виконували скануванням хроматографічної пластинки та комп'ютерною обробкою даних за допомогою програми "ДенситоАналіз".

### Результати та їх обговорення.

Для підбору ефективного елюента досліджувались одно- та двохкомпонентні суміші органічних розчинників, в якості яких брали насичені вуглеводні, їх галогенопохідні, кетони, естери ацетатної кислоти та органічні кислоти HCOOH та CH<sub>3</sub>COOH.

В результаті експериментальних досліджень встановлено, що елюенти 1-3 (табл.1), які є двохкомпонентною сумішшю гексан-ацетон в різних співвідношеннях не зрушили нанесеної

плями з лінії старту. Рухома фаза 4-8, що складається з органічних розчинників гексан-хлороформ в незначній мірі відносить пляму KM від лінії старту., тобто створює низькі значення R<sub>f</sub>. Елюент, що є сумішшю етилацетат-хлороформ навпаки надзвичайно активний і відносить пляму на лінію фінішу. На основі досліджень встановлено, що найефективнішим елюентом виявилася суміш хлороформ-толуен у об'ємних співвідношеннях 2:1, R<sub>f</sub> становить 0,57.

Таблиця 1.

№ п/п	Компоненти рухомої фази		Об'ємні співвідношення компонентів		R <sub>f</sub>
	А	В	А	В	
1	Гексан	Ацетон	4	1	
2	Гексан	Ацетон	1	1	
3	Гексан	Ацетон	1	4	
4	Гексан	Хлороформ	4	1	0,07
5	Гексан	Хлороформ	2	1	0,09
6	Гексан	Хлороформ	1	1	0,10
7	Гексан	Хлороформ	1	2	0,12
8	Гексан	Хлороформ	1	4	0,13
9	Хлороформ	Толуен	1	1	0,11
10	Хлороформ	Толуен	2	1	0,57
11	Хлороформ	Толуен	1	2	0,14
12	Етилацетат	Хлороформ	1	4	0,92
13	Етилацетат	Хлороформ	1	2	0,94
14	Етилацетат	Хлороформ	1	1	0,96
15	Етилацетат	Хлороформ	2	1	0,96

Для візуалізації плями проводився підбір проявників. В якості проявників використовували 0,5% розчин бромфенолового синього, 1,5% розчин

перманганату калію, пари йоду + розчин крохмалю та 1% розчин нафтіламіну (табл.2).

Таблиця 2.

№ з/п	Проявник	Візуальний ефект	Стабільність	Чутливість, мкг
1	0,5 % р-н бромфенолового синього	Не спостерігається		
2	1,5 % р-н KMnO <sub>4</sub>	Жовті плями на малиновому фоні	Стійкі	5-12
3	Пари I <sub>2</sub> + р-н крохмалю	Темнокоричневі плями на жовтому фоні	Стійкі 2-3 доби	10-15
4	1 - нафтіламін 1% р-н	Не спостерігається		

При використанні першого та останнього з перерахованих проявників не

спостерігається візуального ефекту проявлення

При використанні в якості проявника парів йоду та розчину крохмалю спостерігається проявлення КМ у вигляді темнокоричневих плям на жовтому фоні. Лінійна залежність площі плями від концентрації здійснюється в межах 10-15 мкг (рис.1). Плями. Серед досліджених проявників найефективнішим виявився розчин  $\text{KMnO}_4$ . При використанні перманганату калію проявляються жовті плями на малиновому фоні. Чутливість визначення КМ складає 5-12 мкг (рис.1).

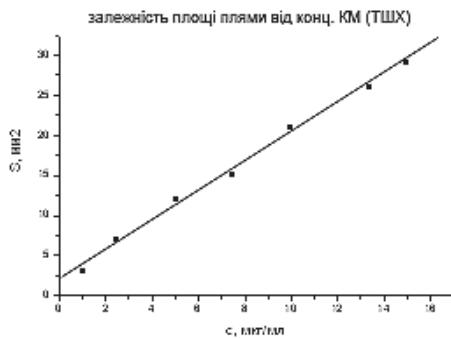


Рис.1. Залежність площі плями від концентрації Крезоксим метилу. Проявник 1.5% розчин  $\text{KMnO}_4$ . Рухома фаза Хлороформ + Толуен = 2 + 1 (об. + об.).

Досліджено умови вилучення КМ з водних розчинів фунгіциду "Стробі". В якості екстрагентів використовували

Гексан, Дихлоретан, Хлороформ, Тетрахлоркарбон, Етилацетат та Бутилацетат. Вилучення КМ в органічну фазу максимальне при використанні в якості екстрагента хлороформу.

Одним з найважливіших факторів, що визначають рівновагу переведення КМ в органічну фазу є концентрація гідроген-іонів. Середовище створювали за допомогою гідроген хлоридної кислоти та натрій гідроксиду. Найбільш повне вилучення КМ спостерігається в середовищах, близьких до нейтрального в межах рН 6-8 (рис.2).

Вивчено повноту вилучення КМ від часу екстракції. Встановлено, що максимальна повнота вилучення КМ спостерігається при струшуванні водної та органічної фази на протязі 7 хвилин. Досліджували також ступінь вилучення КМ від кратності екстракції та кількості екстрагента.

Найбільш повна екстракція спостерігається при здійсненні трикратної екстракції хлороформом по 100 мл. (рис.3). На основі одержаних даних розроблена методика визначення КМ у стічних водах методом тонкошарової хроматографії.

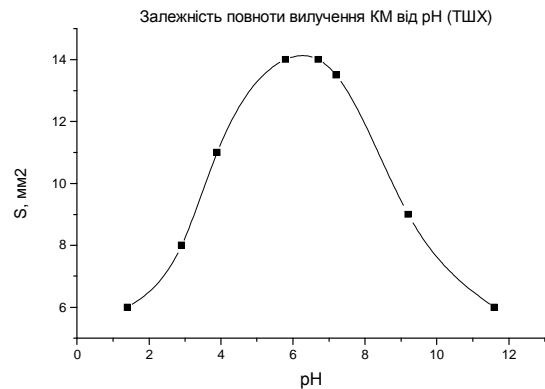


Рис.2. Залежність повноти вилучення Крезоксим метилу від рН середовища. Проявник 1.5% розчин  $\text{KMnO}_4$ . Рухома фаза Хлороформ + Толуен = 2 + 1 (об. + об.). Екстрагент Хлороформ

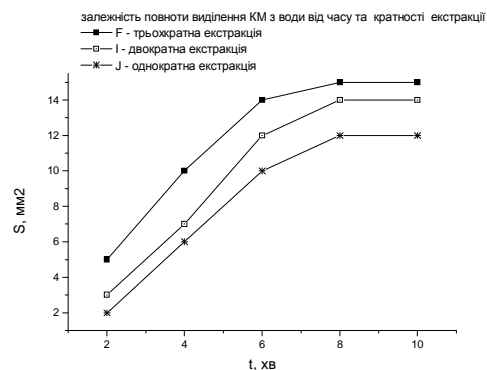


Рис.3. Залежність повноти вилучення Крезоксим Метилу від часу екстракції. Проявник 1.5% розчин  $\text{KMnO}_4$ . Рухома фаза Хлороформ + Толуен = 2 + 1 (об. + об.). Екстрагент Хлороформ. рН 7.

Методика визначення Крезоксим метилу у стічних водах методом тонкошарової хроматографії.

В ділильну ворнку місткістю 2л поміщають 1000 мл проби води, додавають 100 мл хлороформу. Суміш струшують на протязі 7 хв. Після розділення шарів нижній шар відокремлюють, а водну фазу струшують ще

два рази по 100 мл. Об'єднаний екстракт висушують безводним динатрій сульфатом (VI). Після висушування екстракт фільтрують через фільтр "синя стрічка". Потім випарюють хлороформ при температурі не вище 50°C. Сухий залишок розчиняють в ацетоні і наносять на хроматографічну пластинку "Сорбфіл". На цю ж пластинку наносять від 5 до 12 мкг КМ у вигляді розчину в ацетоні і проводять хроматографування в рухомій фазі: хлороформ + толуен = 2 + 1 (об. + об.). Після віддалення лінії фронту елюента від лінії старту пластинки на 10 см пластинку виймають, висушують у витяжній шафі при кімнатній температурі. Для виявлення КМ пластинку обробляють 1,5%-ним розчином  $\text{KMnO}_4$ .

### Висновки

Досліджено умови визначення крезоксим метилу методом тонкошарової хроматографії.

Серед вивчених елюентів для практичних цілей найбільш придатний елюент, що є

суміш органічних розчинників хлороформ + толуен = 2 + 1 (об. + об.). Максимальне вилучення КМ спостерігається в межах рН 6 – 8 хлороформом. Розроблена методика визначення крезоксимметилу в стічних водах.

### Література

1. Перелік пестицидів та агрохімікатів дозволених до використання в Україні. К.: Юнівест Маркетинг. 2003 - 272 с.
2. Доповнення до переліку пестицидів та агрохімікатів дозволених до використання в Україні. К.: Юнівест Маркетинг. 2004 - 138 с.
3. Viena E., Molto J.C. Manes J., Font G. Cleanue and confirmation procedures for Gas-chromatographic determination of pesticide-residues in contaminated waters. 1.// *Jorn. of chromatogr. A.* -1993. N 2. –P285-292.
4. Roinested K.S., Lois J.B., Rosen J. D. Determination of pesticides in indoor air and dust. // *Jornal of AOAC inernational.* 1993. N 5 P. 1121 – 1126.
5. Кавецький В.Н. Макаренко Н.А. Агроєкологія і біотехнологія. –К.:Аграрна наука. –1996. –300 с.
6. Лунев М.И. Пестициды и охрана агрофитоценозов. –М.: Колос. -1992. –269 с.

## STUDY OF CONDITIONS FOR DETERMINATION OF CRESOXYM-METHYL BY THE METHOD OF THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY

Maga I.M., Markovich M.I., Sharga B.M

The conditions for cresoxym-methyl determination by thin layer chromatography were studied. The maximum extraction of cresoxym-methyl was observed in chloroform at pH 6-8. The chloroform/toluene mixture (2/1, v/v) was best for the development of the thin layer chromatography plates. The method for cresoxym-methyl determination into sewage waters was developed in this study.