

Концентрацію гідроген-іонів у розчинах контролювали за допомогою іоніміру 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 досліджували двох- та трьохкомпонентні суміші органічних розчинників, таких, як Гексан, Дихлорметан, Хлороформ, Толуен, Етанол та Ацетатна кислота.

В результаті наших експериментів встановлено, що елюенти 1 - 4 (табл.1),

Таблиця 1. Підбір рухомої фази

№	Компоненти рухомої фази			Об'ємні співвідношення компонентів			R _f
	А	Б	В	А	Б	В	
1	Гексан	Дихлорметан	-	4	1	-	-
2	Гексан	Дихлорметан	-	2	1	-	-
3	Гексан	Дихлорметан	-	1	1	-	-
4	Гексан	Дихлорметан	-	1	2	-	-
5	Гексан	Дихлорметан	Етанол	4	1	1	-
6	Гексан	Дихлорметан	Етанол	4	2	1	-
7	Гексан	Дихлорметан	Етанол	4	1	4	0,10
8	Гексан	Дихлорметан	Етанол	2	1	1	0,08
9	Гексан	Хлороформ	Етанол	4	1	1	0,06
10	Гексан	Хлороформ	Етанол	7	4	1	0,06
11	Гексан	Хлороформ	Етанол	4	7	4	0,09
12	Гексан	Хлороформ	Етанол	7	2	1	0,14
13	Гексан	Хлороформ	Етанол	1	7	2	0,15
14	Толуен	Етанол	Ацетатна кислота	1	2	2	0,96
15	Толуен	Етанол	Ацетатна кислота	2	2	1	0,94
16	Толуен	Етанол	Ацетатна кислота	5	2	1	0,92
17	Толуен	Етанол	Ацетатна кислота	7	2	2	0,90
18	Толуен	Етанол	Ацетатна кислота	7	1	0,1	0,52

які є двохкомпонентними сумішами Гексан: Дихлорметан в різних співвідношеннях та елюенти 5, 6, які є трикомпонентними сумішами гексан :

Дихлорметан : Етанол не зрушили нанесеної плями ДМ з лінії старту на пластині. Рухомі фази 7 - 8, що складаються з органічних розчинників

Гексан : Дихлорметан : Етанол та рухомі фази 9 – 13, що складаються з органічних розчинників Гексан : Хлороформ : Етанол, в незначній мірі відносить пляму ДМ від лінії старту, тобто створюють низькі значення R_f . Елюенти 14 - 17, що є сумішшю Толуен : Етанол : Ацетатна кислота навпаки надзвичайно активні і відносить пляму майже на лінію фінішу. На основі експериментальних досліджень встановлено, що найефективнішим елюентом виявилася суміш цих же розчинників - Толуен : Етанол

: Ацетатна кислота у об'ємних співвідношеннях 7 : 1 : 0,1, R_f становить 0,52. Для візуалізації плями проводився підбір проявників. В якості проявників використовували 1,5 % розчин перманганату калію, пари йоду + розчин крохмалю, аміачний розчин нітрату аргентуму + УФ-світло, 1%-ний розчин 1-нафтиламіну та 0,5 % розчин Бромфенолового синього + 2%-на цитратна кислота (табл..2).

Таблиця 2. Підбір проявника для візуалізації плями Диметоату.

№ з/п	Проявник	Візуальний ефект	Стабільність	Діапазон визначення, мкг
1	1,5 % р-н $KMnO_4$	Не спостерігається	-	-
2	Пари I_2 + р-н Крохмалю	Темнокоричневі плями на жовтому-бурому фоні	Невисока стійкість	15-28
3	Аміачний р-н $AgNO_3$ + УФ-світло	Сині плями на сірому фоні	Стійкі 2 – 3 години	4 - 17
4	1 - нафтиламін 1% р-н	Не спостерігається	-	-
4	0,5 % р-н Бромфенолового синього +2% на Цитратна кислота	Темні плями на лимонно-жовтому фоні	Стійкі 2-3 доби	0,4 - 12

При використанні першого та четвертого з перерахованих проявників не спостерігається візуального ефекту проявлення.

При використанні в якості проявника парів йоду та розчину крохмалю спостерігається проявлення ДМ у вигляді темно-коричневих плям на жовтому фоні. Лінійна залежність площі плями від концентрації здійснюється в межах 15 - 28 мкг. Проміжок лінійної залежності площі плями від концентрації ДМ при використанні в якості проявника аміачного розчину $AgNO_3$ + УФ-світло становить 4 – 17 мкг. Серед досліджених проявників найефективнішим виявився 0,5 %-ний розчин Бромфенолового синього + 2% Цитратної кислоти. При цьому ДМ проявляється у вигляді темних плям на лимонно-жовтому фоні. Діапазон визначення складає 0,4-12 мкг (рис.1), плями стійкі на протязі 2-3 діб.

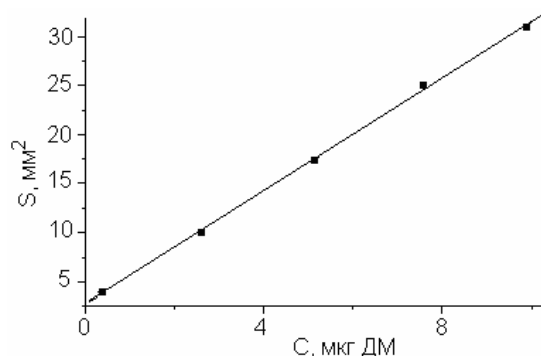


Рис.1. Залежність площі плями від концентрації Диметоату. Проявник 0,5 % р-н Бромфенолового синього +2%-на Цитратна кислота. Рухома фаза Толуен : Етанол : Ацетатна кислота = 7 : 1 : 0,1 (об. + об. + об.).

Досліджено умови вилучення ДМ з водних розчинів інсектициду "БІ-58". В якості екстрагентів використовували

Гексан, Дихлорметан, Хлороформ, Толуен та Етилацетат, Бутилацетат. Максимальне вилучення ДМ в органічну фазу спостерігається при використанні в якості екстрагента Хлороформу.

Одним з найважливіших факторів, які визначають рівновагу переведення ДМ в органічну фазу, є концентрація гідрогеніонів. Кислотність середовища створювали за допомогою Гідроген хлоридної кислоти та Натрій гідроксиду. Найбільш повне вилучення ДМ спостерігається в середовищах, близьких до нейтрального в межах рН 5 - 8 (рис.2).

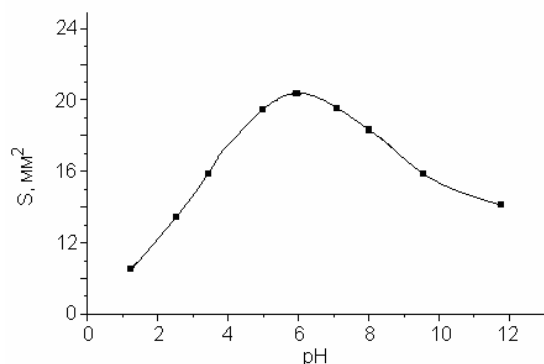


Рис.2. Залежність повноти вилучення Диметоату від рН розчину. Проявник 0,5 % р-н Бромфенолового синього +2%-на Цитратна кислота. Рухома фаза Толуен : Етанол : Ацетатна кислота = 7 : 1 : 0,1 (об. + об. + об.). Екстрагент – Хлороформ; рН 7.

Вивчено повноту вилучення ДМ від часу екстракції. Встановлено, що максимальне вилучення ДМ спостерігається при струшуванні водної та органічної фази на протязі 8 хвилин. Досліджували також ступінь вилучення ДМ 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 ДМ у стічних водах методом тонкошарової хроматографії.

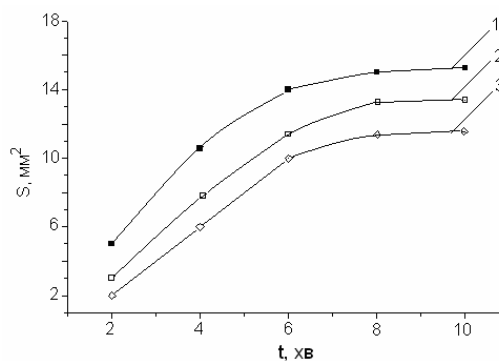


Рис.3. Залежність повноти вилучення Диметоату від часу екстракції. Проявник 0,5 % р-н Бромфенолового синього +2%-на Цитратна кислота. Рухома фаза Толуен : Етанол : Ацетатна кислота = 7 : 1 : 0,1 (об. + об. + об.). Екстрагент – Хлороформ; рН 7. 1- однократна екстракція, 2 – двократна, 3 – трикратна екстракція ДМ.

Методика визначення Диметоату у стічних водах методом тонкошарової хроматографії.

В ділительну воронку місткістю 2л поміщають 1000 мл проби води, додають 100 мл хлороформу. Суміш струшують на протязі 8 хв. Після розділення шарів нижній шар відокремлюють, а водну фазу струшують ще два рази, екстрагуючи по 100 мл хлороформом. 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 досуха. Сухий залишок розчиняють в ацетоні і наносять на хроматографічну пластинку "Сорбфіл". На цю ж пластинку наносять від 0,4 до 12 мкг ДМ у вигляді розчину в ацетоні і проводять хроматографування в рухомій фазі: Толуен : Етанол : Ацетатна кислота = 7 : 1 : 0,1 (об. + об. + об.). Після віддалення лінії фронту елюента від лінії старту на 10 см, пластинку виймають, висушують при кімнатній температурі у витяжній шафі до повного видалення слідів розчинників. Для виявлення ДМ пластинку обробляють 0,5 % розчином Бромфенолового синього +2%-на Цитратної кислоти.

Висновки

Досліджено умови визначення Диметоату методом тонкошарової хроматографії. Серед вивчених елюентів для практичних цілей найбільш придатний елюент, що є сумішшю органічних розчинників Толуен : Етанол : Ацетатна кислота = 7 : 1 : 0,1 (об. + об. + об.). Максимальне вилучення ДМ спостерігається в межах рН 5 – 8 хлороформом. Розроблена методика визначення ДМ в стічних водах.

Література

1. Федоренко В.П., Ретьман С.В. Актуальні питання захисту посівів. Як підвищити рівень захисту сільськогосподарських культур від шкідників і хвороб. // Карантин і захист рослин. – 2009, № 3. С. 1 – 5.
2. Федоренко В.П., Чайка В.М., Неверовська Т.М., Бакланова О.В., Кравченко О.М. Фітосанітарний стан агроценозів в Україні у 2008 році та прогноз розвитку шкідливих організмів на 2009 рік // Карантин і захист рослин – 2009, № 4. С. 1 – 4.
3. Прогноз фітосанітарного стану агроценозів України та рекомендації щодо захисту рослин у 2009 році / за ред. Довгань С.В., Сядриста О.Б. – К.: Головдержзахист. – 2009. 208 с.
4. Довідник із захисту рослин/ Бублик Л.І., Васечко Г.І., Васильєв В.П. та ін./ За ред. Лісового М.П. – К.: Урожай, 1999. – 744 с.
5. Шестопап З.А., Файфер Д.Г., Шестопап Г.О. Довідник з інтегрованого захисту плодово-ягідних культур від шкідників і хвороб. - 1999. Львів: 240 с.
6. Сычев С.Н., Гаврилина В.А., Музалевская А.С. Высокоэффективная жидкостная хроматография как метод определения фальсификации и

- безопасности продукции. М.: ДеЛи принт. – 2005. – 148 с.
7. Шевчук О.В. Враховуємо екологічний ризик. Прийняття рішення про застосування пестицидів за інтегрованого захисту посівів. // карантин і захист рослин. – 2009, № 3 С. 5 – 7.
 8. Лунев М.И. Пестициды и охрана агрофитоценозов. – М.: Колос. 1992, 269с.
 9. Гуманов А.А. Биоаналитика и экомониторинг // Журн. аналит. химии – 2005, Т. 60. - С. 1236 – 1238.
 10. Перелік пестицидів та агрохімікатів дозволених до використання в Україні. Офіційне видання. К.: Юніверс Медіа. 2010 - 544 с.
 11. Рева Н.І., Задорожних Т.А., Павленко І.П. Методичні вказівки з визначення Диметоату в яблучному соку методами газорідної та тонкошарової хроматографії./ Методичні вказівки з визначення мікрокількостей пестицидів в харчових продуктах, кормах та навколишньому середовищі. Збірник № 50. Офіційне видання. К.: Юніверс Медіа. – 2007. – С. 24 – 48.
 12. Бельтюкова С.В., Малинка Е.В., Бойченко В.Д., Теслюк О.И., Ливенцова О.Е. Определение норфлоксацина в мясных и рыбных продуктах методом тонкослойной хроматографии. // Журнал хроматографического товариства. – 2005, Т. 5. № 1. – С. 14 – 20.
 13. Пашко В.В., Улогов В.О. Определение аминокислот с помощью метода высокоэффективной тонкослойной хроматографии. // Журн. хроматографического товариства. – 2006, Т. 6. № 2. – С. 20 – 26.
 14. Sherma J. Determination of pesticides by thin-layer chromatography // J. journal planar chromatography-modern TLC. – 1994. - V. 7. P. 265 – 272.

STUDY OF CONDITIONS FOR DETERMINATION OF DIMETHOATE BY THE METHOD OF THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY

Maga I.M., Sharga B.M

The conditions for Dimethoate determination by thin layer chromatography were studied. The maximum extraction of Dimethoate I was observed in chloroform at pH 5-8. The Toluene/Ethanol/Acetic acid mixture (7/1/0,1, v/v/v) was best for the development of the thin layer chromatography plates. The method of Dimethoate determination into sewage waters was developed in this study.