

УДК 543.06:543.89

## ДОСЛІДЖЕННЯ УМОВ ВИЗНАЧЕННЯ ТРИАДЕМЕФОНУ МЕТОДОМ ТОНКОШАРОВОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

Мага І.М.<sup>1,2</sup>, Шарга Б.М.<sup>2,1</sup>, Гайду В.Ю.<sup>1</sup>

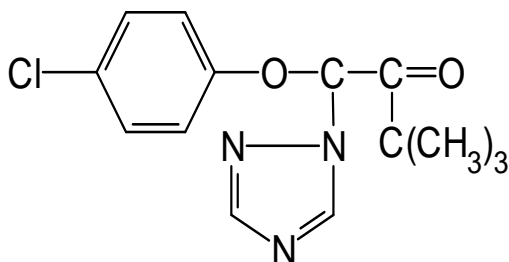
<sup>1</sup>Ужгородська прикордонна державна контрольно-токсикологічна лабораторія, 88000,  
м. Ужгород, вул. Станційна, 56

<sup>2</sup>ДВНЗ “Ужгородський національний університет”, 88000, м. Ужгород,  
вул. Підгірна, 46

Для підвищення ефективності сільського господарства широко використовують засоби захисту рослин [1 - 3], важливе місце серед яких посідають фунгіциди. Разом з тим, вони є високотоксичні сполуки для людей та теплокровних тварин [4, 5]. Тобто широке застосування гербіцидів і їх висока токсичність потребують всебічного контролю їх у об'єктах навколишнього середовища [6, 7].

В роботі досліджувались умови визначення Триадимефону (ТФ), хімічна назва 3,3-диметил-1-(1Н-1,2,4-триазоліл-1)-(4хлорофенокси)бутанон-2, діючої речовини фунгіцидного препарату “Байлетон”, розробленого німецькою фірмою “Bayer CropScience” (Лeverкузен, Німеччина). Препарат застосовується для обробки озимої пшениці [8].

Хімічна формула ТФ має вигляд:



Для визначення препарату розроблено методику за допомогою ГРХ [9]. Однак вказаний метод є досить дорогим, потребує відповідного апаратурного оформлення. Тому розробка нових доступних методів, що дозволяють проводити визначення з необхідною точністю є актуальною. До таких методів відноситься, зокрема, тонкошарова хроматографія, що має широке застосування та постійно розвивається [10 - 15].

В роботі досліджувалася умови визначення ТФ методом тонкошарової хроматографії.

### Експериментальна частина

Стандартний розчин ТФ з концентрацією 100 мкг/мл готували розчиненням в ацетоні точної наважки аналітичного стандарту Триадимефону “Bayer Crop-Science” (Німеччина). Розчин зберігали в холодильнику до 1 місяця. Робочі стандартні розчини ТФ меншої концентрації готували з основного стандартного розчину відповідним поступовим розведенням ацетоном в день використання.

0,5 % розчин Бромфенолового синього готували розчиненням відповідної наважки реактиву в ацетоні.

0,05 % розчин  $\text{AgNO}_3$ - готували розчиненням відповідної наважки реактиву у водно-ацетоновому розчині та амоніаку.

1,5 % - ний розчин Калій перманганату 2 % Лимонної к-ти та 1 % Крохмалю готували розчиненням відповідної наважки реактиву в дистильованій воді.

Всі використані реактиви були кваліфікації х.ч. або о.с.ч.

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

Розрахунок площ плям виконували скануванням хроматографічної пластинки та комп'ютерною обробкою даних за допомогою програми “ТШХ-менеджер”.

### Результати та їх обговорення

Для підбору ефективного елюента досліджувались одно-, дво- та

трикомпонентні суміші органічних розчинників, в якості яких брали: Гексан, Тoluен, Дихлорметан, Хлороформ, Етанол, Ацетон, Етилацетат. Використані органічні розчинники відносяться до різних класів сполук, це зокрема насичені, ароматичні вуглеводні, їх галогенопохідні, спирти, кетони, естери. В результаті експериментальних досліджень встановлено (табл. 1), що елюенти 1-4, які є

двохкомпонентною сумішшю Гексан-Хлороформ в різних співвідношеннях, а також елюенти 9, 10 (табл.1), які є трикомпонентною сумішшю Гексан-Хлороформ-Етанол в певних співвідношеннях, та елюент 18, що є трикомпонентна суміш Тoluен-Дихлорметан-Етанол не зрушили нанесеної плями з лінії старту.

Таблиця 1

Підбір рухомої фази

№	Компоненти рухомої фази			Об'ємні співвідношення компонентів			R <sub>f</sub>
	А	Б	В	А	Б	В	
1	Гексан	Ацетон	-	4	1	-	-
2	Гексан	Ацетон	-	2	1	-	-
3	Гексан	Ацетон	-	1	1	-	-
4	Гексан	Ацетон	-	1	2	-	-
5	Гексан	Ацетон	Хлороформ	4	1	1	-
6	Гексан	Ацетон	Хлороформ	4	2	1	0,07
7	Гексан	Ацетон	Хлороформ	4	1	4	0,11
8	Гексан	Ацетон	Хлороформ	2	1	1	0,08
9	Гексан	Хлороформ	Етанол	4	1	1	-
10	Гексан	Хлороформ	Етанол	2	4	1	-
11	Гексан	Хлороформ	Етанол	1	1	4	0,21
12	Гексан	Хлороформ	Етанол	2	2	1	0,15
13	Тoluен	Хлороформ	Етилацетат	1	1	5	0,96
14	Тoluен	Хлороформ	Етилацетат	1	3	5	0,94
15	Тoluен	Хлороформ	Етилацетат	1	5	5	0,89
16	Тoluен	Хлороформ	Етилацетат	1	3	3	0,88
17	Тoluен	Хлороформ	Етилацетат	5	3	1	0,71
18	Тoluен	Дихлорметан	Етанол	4	1	1	-
19	Тoluен	Дихлорметан	Етанол	2	1	1	0,14
20	Тoluен	Дихлорметан	Етанол	2	2	1	0,16

Рухомі фази 6, 7, 8, що складаються з сумішей органічних розчинників Гексан-Ацетон-Хлороформ і рухомі фази 11, 12 що складаються з сумішей органічних розчинників Гексан-Хлороформ-Етанол та рухомі фази 19, 20, що є сумішами органічних розчинників Толуен-Дихлорметан-Етанол, в незначній мірі відносять пляму ТФ від лінії старту, тобто створюють низькі значення  $R_f$ .

Рухомі фази 13 - 16, що є трикомпонентними сумішами Толуен-Хлороформ-Етилацетат у вказаних (табл. 1.) співвідношеннях, навпаки, надзвичайно

активні і відносить пляму майже на лінію фінішу.

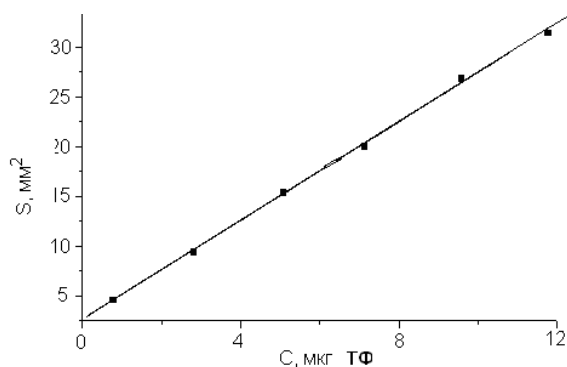
На основі експериментальних досліджень встановлено, що найефективнішим елюентом виявилась трикомпонентна суміш Толуен-Хлороформ-Етилацетат у об'ємних співвідношеннях 5 : 3 : 1;  $R_f$  становить 0,71.

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 та 0,5 % розчин бромфенолового синього + лимонна кислота (табл.2).

Таблиця 2

Підбір проявника				
№ 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	11-23
3	Аміачний р-н $AgNO_3$ + УФ-світло	Сині плями на сірому фоні	Стійкі 2 – 3 години	0,6 -12
4	0,5 % р-н Бромфенолового синього +2% на Лимонна кислота	Темні плями на лимонно-жовтому фоні	Стійкі 1 добу	0,7 - 6

При використанні в якості проявника розчину Калій перманганату не спостерігається візуального ефекту проявлення. Використання парів йоду та розчину крохмалю дає невисоку стійкість плями та невисоку чутливість (табл. 2). Проявник 0,5 %-ний розчин Бромфенолового синього + 2% Лимонної кислоти проявляє ТФ у вигляді синіх плям на сірому фоні. Лінійна залежність площі плями від концентрації спостерігається в межах 0,7 - 6 мкг (табл. 2). Серед досліджених проявників найефективнішим виявився аміачний розчин нітрату аргентуму + УФ-світло При цьому ТФ проявляється у вигляді темних плям на лимонно-жовтому фоні. Діапазон визначення складає 0,6-12 мкг (рис.1), плями стійкі на протязі 1 доби.

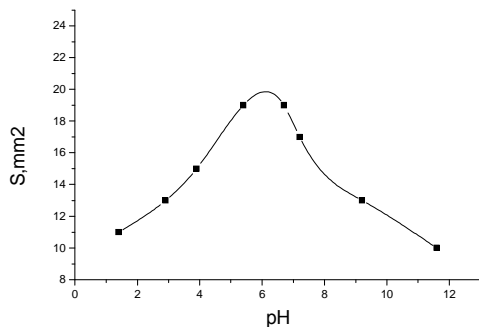


**Рис.1.** Залежність площі плями від концентрації Триадимефону. Проявник аміачний розчин  $AgNO_3$  + УФ-світло. Рухома фаза: Толуен-Хлороформ-Етилацетат = 5 : 3 : 1.

Досліджено умови вилучення ТФ з водних розчинів фунгіциду "Байлетон". В якості екстрагентів використовували Гексан, Дихлоретан, Хлороформ, Тетрахлоркарбон,

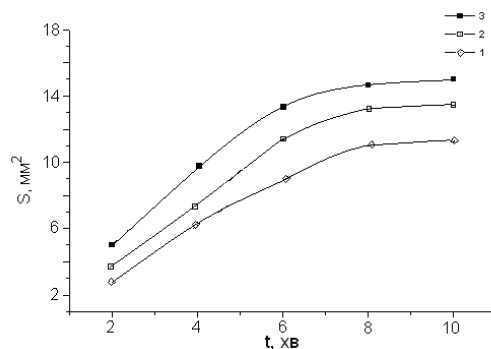
Етилацетат та Бутилацетат. Встановлено, що вилучення ТФ в органічну фазу максимальне при використанні в якості екстрагента Хлороформу.

Одним з найважливіших факторів, що визначають рівновагу переведення ТФ в органічну фазу є концентрація гідроген-іонів. Найбільш повне вилучення ТФ спостерігається в середовищах, близьких до нейтрального в межах рН 6-8 (рис.2).



**Рис.2.** Залежність повноти вилучення Триадимефону від рН середовища. Проявник аміачний розчин  $\text{AgNO}_3 + \text{УФ}$ -світло. Рухома фаза: Толуен-Хлороформ-Етилацетат = 5 : 3 : 1.

Вивчено повноту вилучення ТФ від часу екстракції. Встановлено, що максимальна повнота вилучення ТФ спостерігається при струшуванні водної та органічної фази на протязі 7 хвилин. Найбільш повна екстракція спостерігається при здійсненні трикратної екстракції хлороформом порціями по 100 мл. (рис.3).



**Рис.3.** Залежність повноти вилучення Триадимефону від часу екстракції:

1 - однократна екстракція, 2 – двохкратна екстракція, 3 – трьохкратна екстракція. Проявник аміачний розчин  $\text{AgNO}_3 + \text{УФ}$ -світло. Рухома фаза: Толуен-Хлороформ-Етилацетат = 5 : 3 : 1. рН 7.

### Методика визначення Триадимефону в стічних водах методом тонкошарової хроматографії.

В ділительну воронку місткістю 2 л поміщають 1000 мл проби води, додають 100 мл Хлороформу. Суміш струшують на протязі 7 хв. Після розділення 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" і 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 ТФ у вигляді розчину в Ацетоні і проводять хроматографування в рухомій фазі: Толуен : Хлороформ-Етилацетат = 5 : 3 : 1. Після віддалення лінії фронту елюента від лінії старту пластинки на 10 см пластинку виймають, висушують у витяжній шафі при кімнатній температурі та ідентифікують.

### Висновки

Досліджено умови визначення Триадимефону методом тонкошарової хроматографії.

В якості елюента вивчено 20 рухомих фаз, що є дво- та трикомпонентними сумішами органічних розчинників. Підібрано проявник. Встановлено межі визначення ТФ методом ТШХ. Розроблено нову методику визначення ТФ методом ТШХ.

### Література

1. Сельское хозяйство. БЭС. – М.: Большая российская энциклопедия. – 1998. - 656 с.
2. Лісовий М.П., Трибель С.О. Інтегрований захист основа сучасних технологій // Захист рослин. – 1998, № 5. – С. 4 – 5.
3. Секун М.. Комплексне застосування пестицидів. //Пропозиція. – 2001, № 8 – 9. – С. 66 – 68.
4. Roinedest K.S., Lois J.B., Rosen J. D. Determination of pesticides in indoor air and dust // Jornal of AOAC international. 1993. N 5 P. 1121 – 1126
5. Шкаруба М.Г. Гігієна застосування пестицидів //Захист рослин. 1998, № 9. – С. 22 – 23.
6. Довідник із захисту рослин /Бублик Л.І., Васечко Г.Й., Васильєв В.П. та ін. За ред. акад. УААН Лісового М.П. – К.: Урожай. -1999.- 744 с.

7. Пономаренко С.П. За менших доз пестицидів. //Захист рослин. – 2001, № 11. – С. 5 – 6.
8. Перелік пестицидів та агрохімікатів дозволених до використання в Україні. Дніпропетровськ: Арт-прес. - 2010 - 544 с.
9. Методы определения микроколичеств пестицидов продуктах питания, кормах и внешней среде. Справочник. Клисенко М.А., Калинина А.А., Новиков К.Ф., Хохолькова Г.А. В 2-х т. - Т. 2. С. 163 – 167
10. Гейсс Ф. Основы тонкослойной хроматографии. Пер с англ. В 2-х Т.- Т. 1. – М.: Мир. – 1999. 348 с.
11. Кирхнер Ю. Тонкослойная хроматография. Пер. с англ. В 2 – х Т. – Т. 1. М.: Мир. – 616 с.
12. Березкин В.Г. К вопросу об определении современной хроматографии // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2003. – Т. 69. № 5. – С. 25 – 28.
13. Яшин Я.И., Яшин А.Я. Современное состояние хроматографического приборостроения. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2003. – Т. 69. № 3. – С. 19 – 31
14. Ambrus A., Hargitai E., Karoly G., Fulop A., Langtos J. General-metod for determination of pesticide-residues in samples of plant-origin, soil, and water. 2. Then-layer cromatographic determination. // Journal of the association of official analitical chemists. - 1981. – V. 64. – P. 743 – 748.
15. Ratore Hs., Begum. T. Thin-laer chromatographic metods for use in pesticide-residue analysis. // Journal of Chromatografie. – 1993. – V. 643. – P. 271 – 290.

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

**Maga I.M., Sharga B.M., Haydu V.Yu.**

The conditions for Triadimefone determination by thin layer chromatography were studied. The maximum extraction of Triadimefone was observed in chloroform at pH 6-8. The toluene/chloroform/ethylacetate ester (5/3/1, v/v/v) was best for the development of the thin layer chromatography plates. The method for Triadimefone determination into sewage waters was developed in this study.