



МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ МЕФЕНТРИФЛУКОНАЗОЛА В ЗЕРНЕ ХЛЕБНЫХ ЗЛАКОВ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Станишевская П.А., Турко М.С., Крымская Т.П.

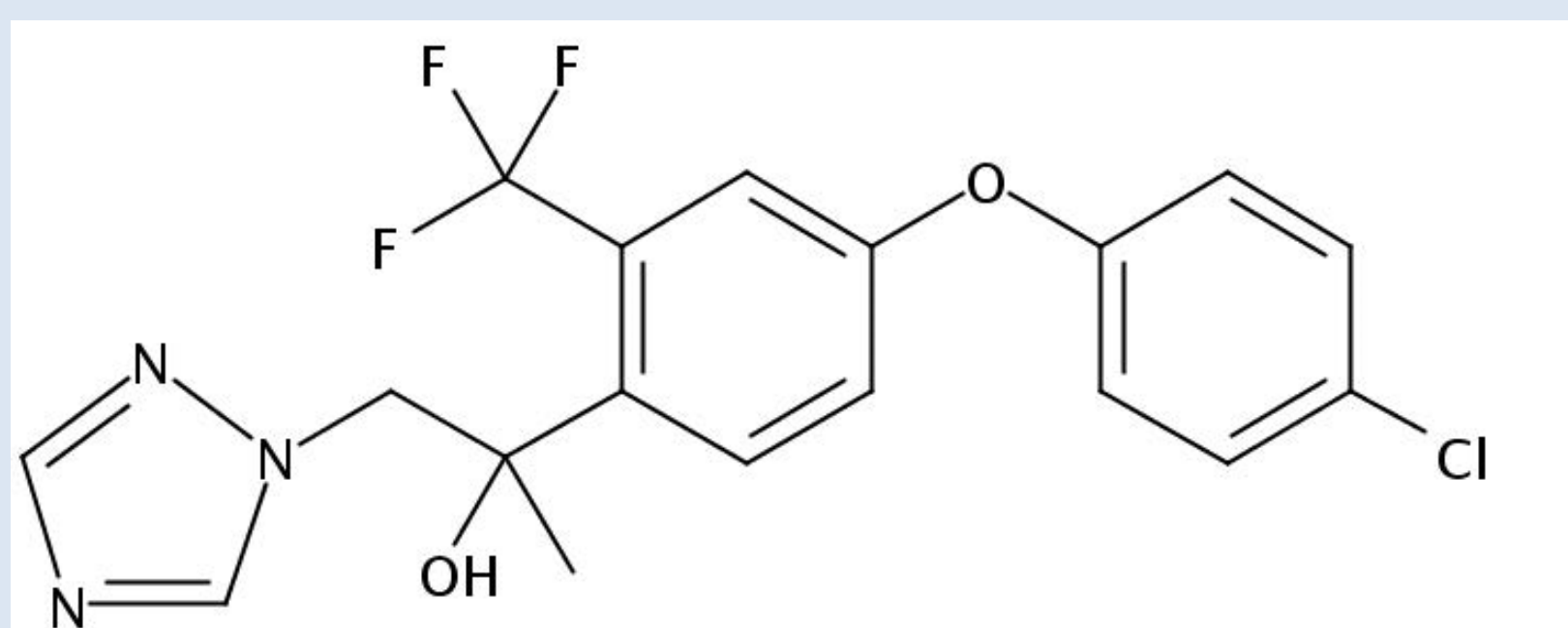
Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены»

Введение

Мефентрифлуконазол — фунгицид, используемый для борьбы с болезнями зерновых.



Мефентрифлуконазол – белый порошок без запаха. Температура разложения 300°C. Давление паров (при 20°C) — $3,2 \cdot 10^{-3}$ мПа.



Растворимость в органических растворителях (г/л при 20°C): ацетоне 93200; этилацетате 116200; ксилоле 8500; 1,2-дихлорэтано 55300.

Растворимость в воде (г/л при 20 °C): 0,81.

Мефентрифлуконазол имеет низкую токсичность для млекопитающих, однако, даже в малых дозах, оказывает негативное воздействие на организм.

В соответствии с ГН, утв. постановлением Министерства здравоохранения РБ от 27 сентября 2012 г. №149, **ПДК для мефентрифлуконазола следующие:**

- в воде водоемов 0,03 мг/дм³;
- в воздухе рабочей зоны 0,8 мг/м³;
- в атмосферном воздухе 0,02 мг/м³;
- в зерне хлебных злаков – 0,6 мг/кг.

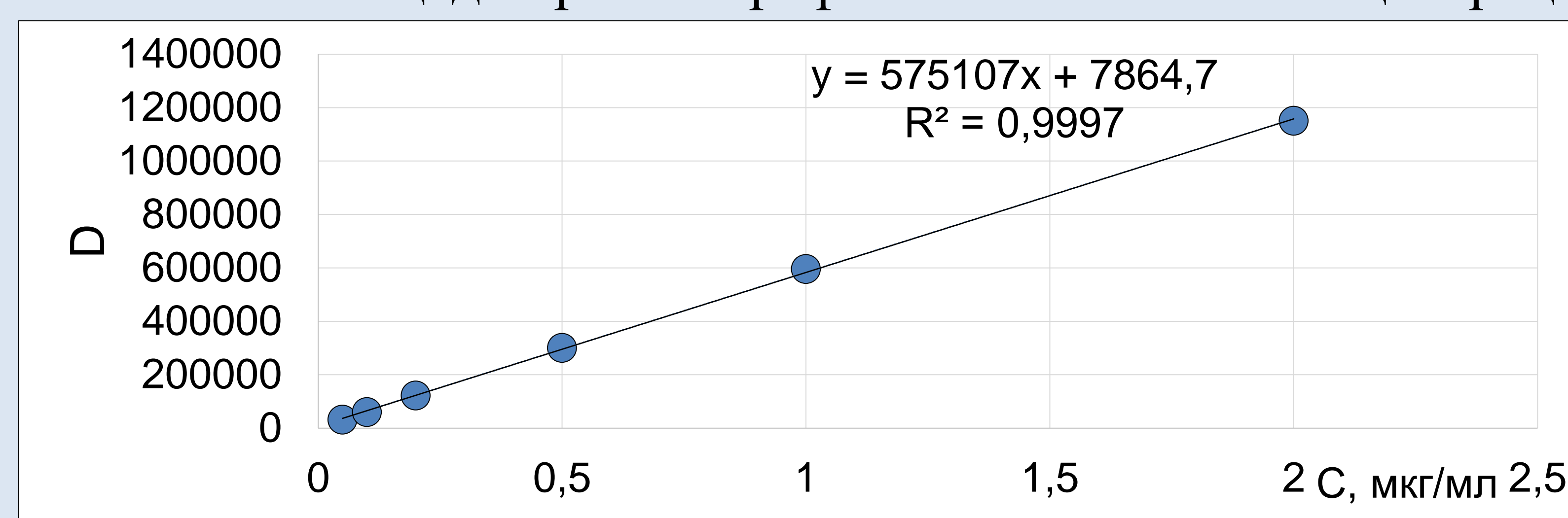
Результаты и их обсуждение

Были установлены оптимальные условия хроматографирования:

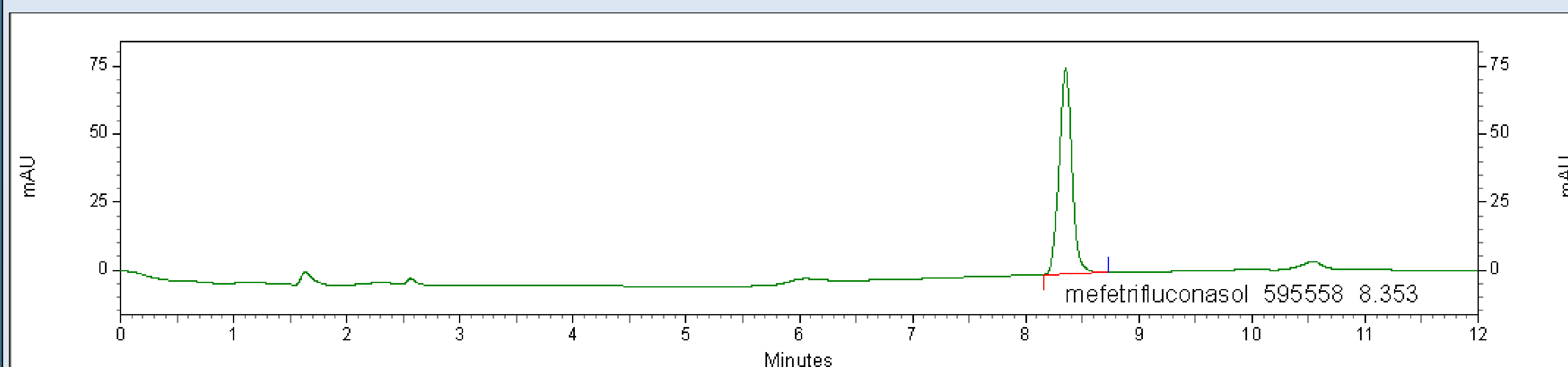
Параметр	Описание			
Хроматограф	Surveur Plus (Thermo Scientific) с ДМД			
Колонка	NUCLEODUR C18 Pyramid, 250м × 3,0 мм × 5 мкм			
Состав подвижной фазы	Ацетонитрил (А) : вода деионизованная (В)			
Режим элюирования	Градиентный			
	Время, мин	А	В	Скорость, мл/мин
	0,01	50	50	0,4
	3	90	10	0,4
	8	90	10	0,4
9	50	50	0,4	
12	50	50	0,4	
Температура колонки	30 °C			
Объем вводимой пробы	25 мм ³			
Скорость подачи подвижной фазы	0,4 см ³ /мин			
Длина волны	230 нм			
Время анализа	12 мин (8,3 ± 0,3 мин - t _R)			

Градуировочный график

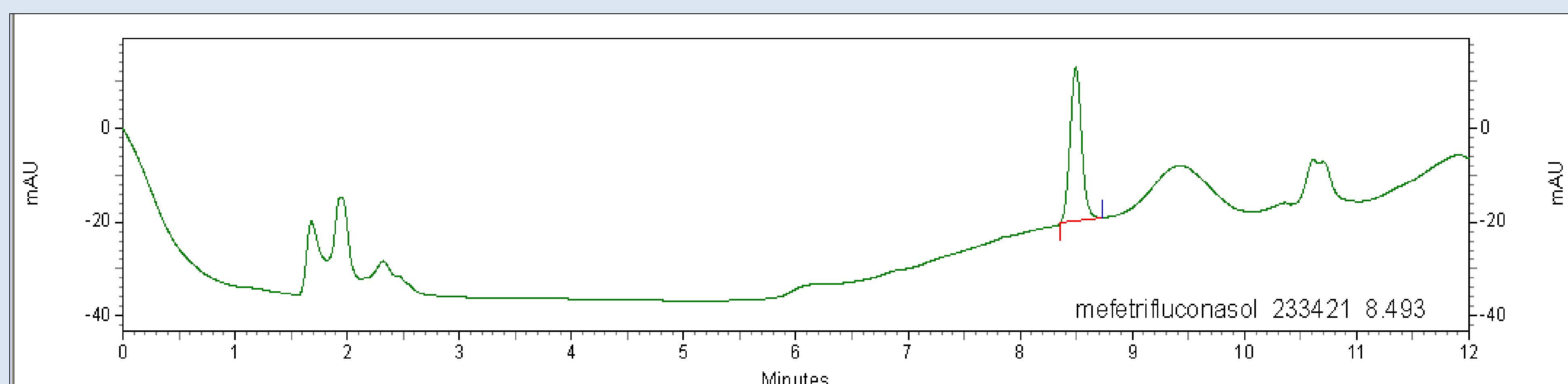
Зависимость площади хроматографического пика от концентрации



Стандартный раствор мефентрифлуконазола в ацетонитриле, 1 мкг/см³



Хроматограмма пробы зерна хлебных злаков с добавкой мефентрифлуконазола 0,5 мкг/см³



Выводы

Диапазон определяемых концентрация 0,2-1,2 мг/м³. Степень извлечения мефентрифлуконазола из растительного материала составляет 65 %.

Пробоподготовка

Измельчение зерна, отбор пробы массой 5 г

Экстракция мефентрифлуконазола смесью ацетонитрил–вода (15:5, по объему) 2 раза на аппарате для встряхивания 60 мин

Разделение ацетонитрила и воды путем внесения 2-3 г NaCl

Упаривание ацетонитрильного экстракта до объема 0,5 см³

Очистка на картриджах Bond Elut C18 (нанесение 0,5 см³ экстракта на картридж, последовательная промывка 2 см³ дистиллированной воды и 2 см³ гексаном, смывают 3 см³ ацетонитрила)

Упаривание ацетонитрильного экстракта досуха, растворение в 1 см³ ацетонитрила и хроматографический анализ.