

APP NOTE-15/2016LC



Аналитические возможности жидкостного хроматографа Маэстро ВЭЖХ с детектором на диодной матрице на примере определения некоторых пестицидов, применяемых для протравливания семян

Яшин А. Я. к. х. н., ведущий инженер отдела исследований и разработок, ООО Интерлаб, Россия, Москва

Ключевые слова

Жидкостная хроматография, пестициды, протравливание семян, детектор на диодной матрице

Резюме

Показаны аналитические возможности МаэстроВЭЖХ на примере определения некоторых пестицидов, применяемых для протравливания семян. Рассчитаны СКО по высотам и площадям определяемых компонентов. Определено содержание пестицидов после протравливания некоторых семян.

Введение

Протравливание семян (обработка семян пестицидами) – одно из целенаправленных, экономичных и экологических мероприятий по защите растений от болезней и вредителей. Протравливание семян - специальный способ применения препаратов для обезвреживания возбудителей грибных и бактериальных болезней, которые распространяются через семена, посадочный материал и почву. Протравливание осуществляют специальными препаратами, которые называют протравителями. Пестициды, применяемые для обработки семян, относятся к фунгицидам и инсектицидам. Протравливания посевного и посадочного материала является обязательным технологическим мероприятием при выращивании сельскохозяйственных культур. В процессе протравливания на семена наносят пестициды для уничтожения не только наружных, но и внутренних инфекций растительного происхождения, защиты и семян, и проростков в поле от почвообитающих фитопатогенов и различных вредителей.

Норма расхода пестицидов при протравливании семян составляет от 0,5 до 4,8 кг действующего вещества на тонну, в зависимости от вида растения и марки пестицида. Качество обработки семян пестицидами оценивают по полноте протравливания, которую рассчитывают как отношение фактического содержания препарата в семенах к рекомендуемой норме расхода и выражают в процентах. Общепринятым требованием по полноте протравливания (100 ± 20 %). Количественное определение действующих веществ осуществляют методом ВЭЖХ. В данном случае осуществлялось протравливание семян (подсолнечника и кукурузы) смесью из четырех пестицидов:

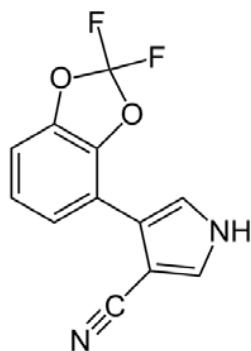
Флудиоксонил – фунгицид широкого спектра действия, ингибирует рост мицелия.

Мефеноксам – системный фунгицид искореняющего и защитного действия. Вещество ингибирует образование белков в грибах, подавляет синтез рибосомальной РНК.

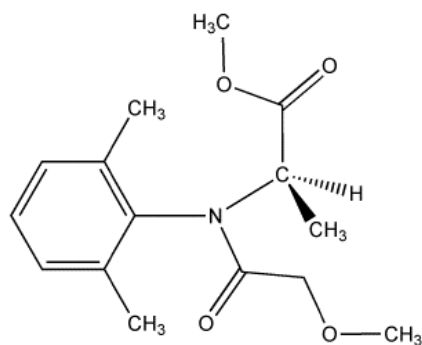
Тефлутрин – инсектицид контактного и кишечного действия из группы синтетических пиретроидов эффективно подавляющий развитие почвенных вредителей.

Тиаметоксам – инсектицид, применяемый против вредителей пшеницы, ячменя, картофеля и многих других овощных, плодовых и цветочных культур.

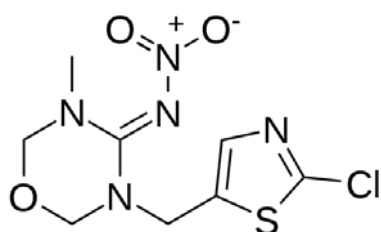
Флудиоксонил



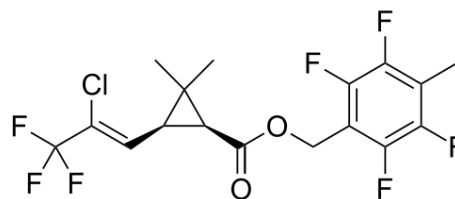
Мефеноксам



Тиаметоксам



Тефлутрин



Экспериментальная часть

Для анализа использовали чистые вещества фирмы Fluka:

Флудиоксонил (стандарт, не менее 99%);

Мефеноксам (стандарт, не менее 99%);

Тефлутрин (стандарт, не менее 99%);

Тиаметоксам (стандарт, не менее 99%);

Ортофосфорная кислота, ч.д.а.;

Ацетонитрил для ВЭЖХ;

Инструменты:

Жидкостный хроматограф «МаэстроВЭЖХ» с детектором на диодной матрице

Колонка Phenomenex Luna C18(2) 5 мкм 150 x 4.6 мм

Скорость потока 1 мл/мин

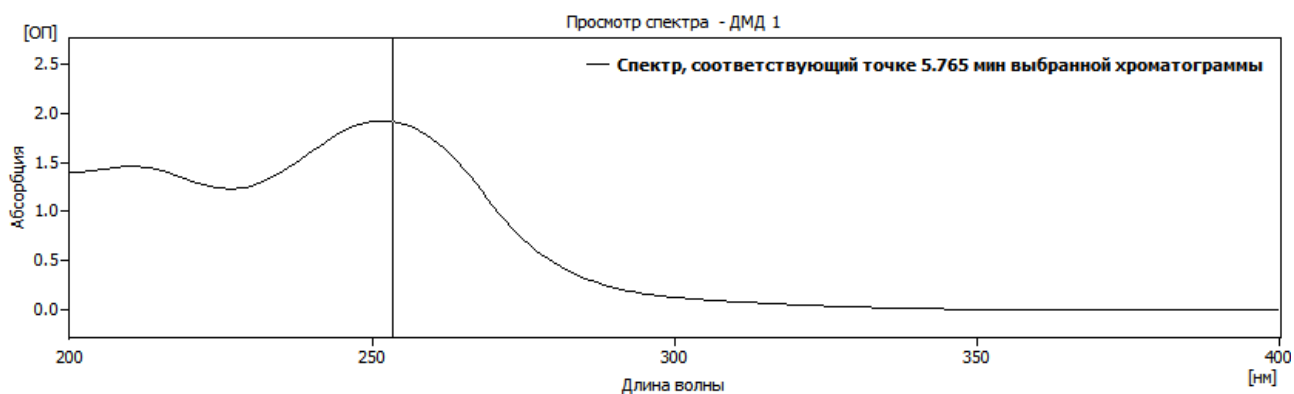
Длина волны 270 нм

Подвижная фаза: А – Ацетонитрил : В - H₃PO₄ pH 3, градиент:

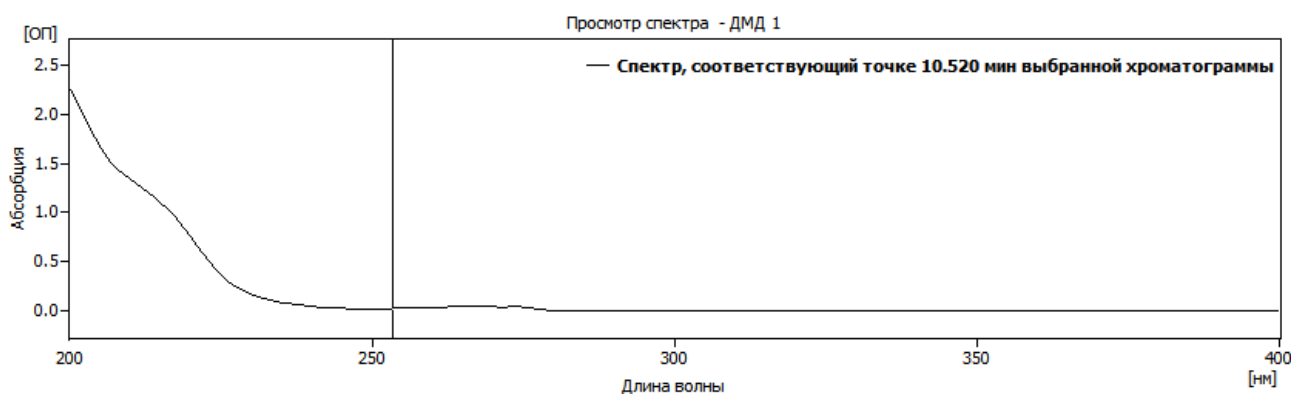
Время, мин	А, %	В, %
Исходный	5	95
2	30	70
15	80	20
16	95	5
19	95	5
20	5	95
23	5	95

Результаты и обсуждения

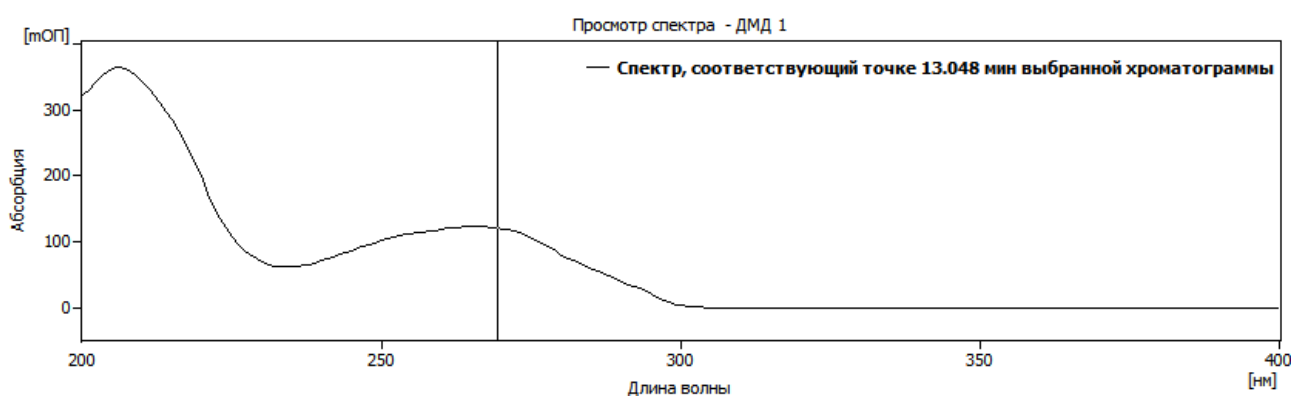
С использованием детектора на диодной матрице был снят спектр определяемых пестицидов для выбора оптимальной длины волны



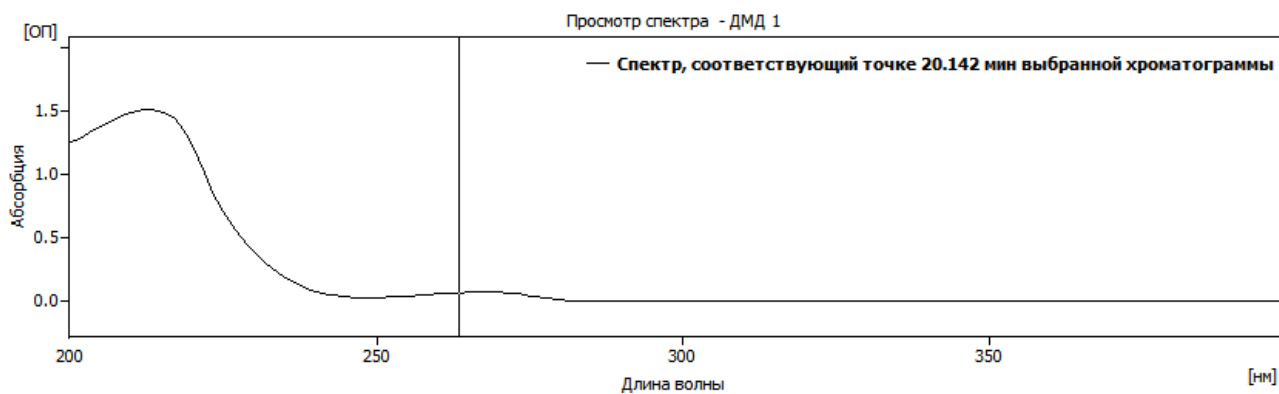
Тиаметоксам



Мефеноксам



Флудиоксонил



Тефлутрин

Для определения пестицидов выбрана длина волны 270 нм, несмотря на то, что при длине ниже 220 нм чувствительность к некоторым пестицидам выше, однако при этой длине

волны будут определяться другие примеси, присутствующие в пробе, что может помешать определению основных компонентов.

Типичная хроматограмма смеси пестицидов с использованием детектора на диодной матрице

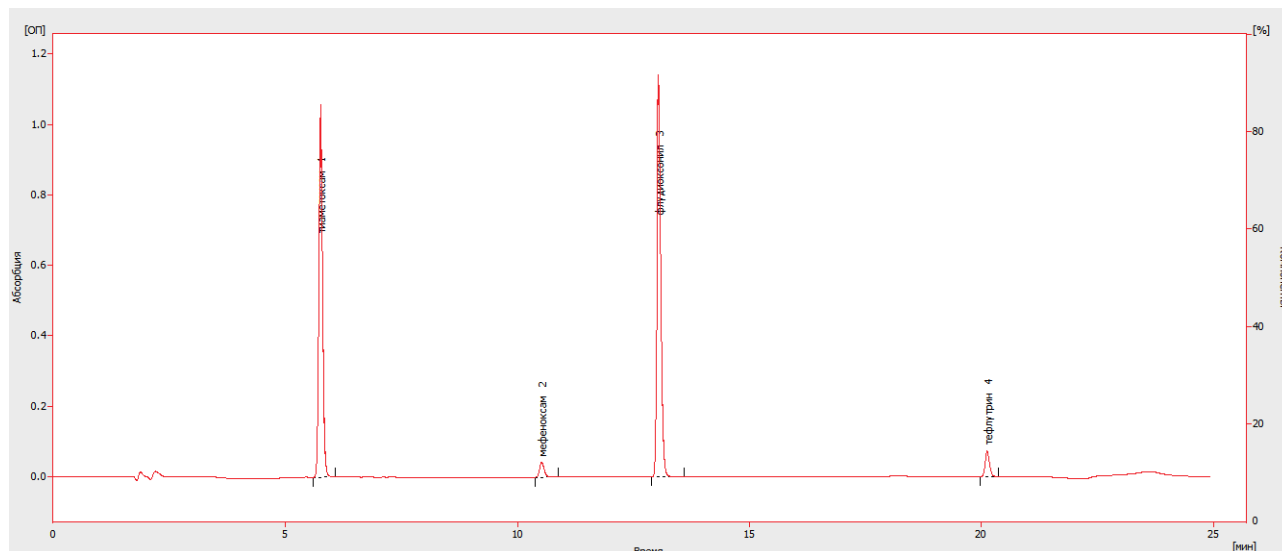


Таблица параметров для проверки стабильности системы (для компонента – тиаметоксам), детектор на диодной матрице

Хроматограмма	Время удерживания [мин]	Площадь [мОП.сек]	Высота [мОП]
Среднее значение	5.755	5489.535	1055.102
СКО %	0.06	0.06	0.73
1	5.753	5486.83	1048.369
2	5.753	5486.473	1051.572
3	5.753	5491.56	1054.467
4	5.76	5493.277	1066.002

Таблица параметров для проверки стабильности системы (для компонента – мефеноксам), детектор на диодной матрице

Хроматограмма	Время удерживания [мин]	Площадь [мОП.сек]	Высота [мОП]
Среднее значение	10.525	282.398	43.959
СКО %	0.03	0.32	0.61
1	10.527	282.85	43.92
2	10.52	281.903	43.732
3	10.527	281.427	43.842
4	10.527	283.41	44.341

Таблица параметров для проверки стабильности системы (для компонента – флудиоксонил), детектор на диодной матрице

Хроматограмма	Время удерживания [мин]	Площадь [mОП.сек]	Высота [mОП]
Среднее значение	13.05	7043.183	1140.95
СКО %	0.03	0.2	0.14
1	13.047	7023.907	1142.25
2	13.047	7054.079	1139.004
3	13.053	7041.56	1140.158
4	13.053	7053.184	1142.388

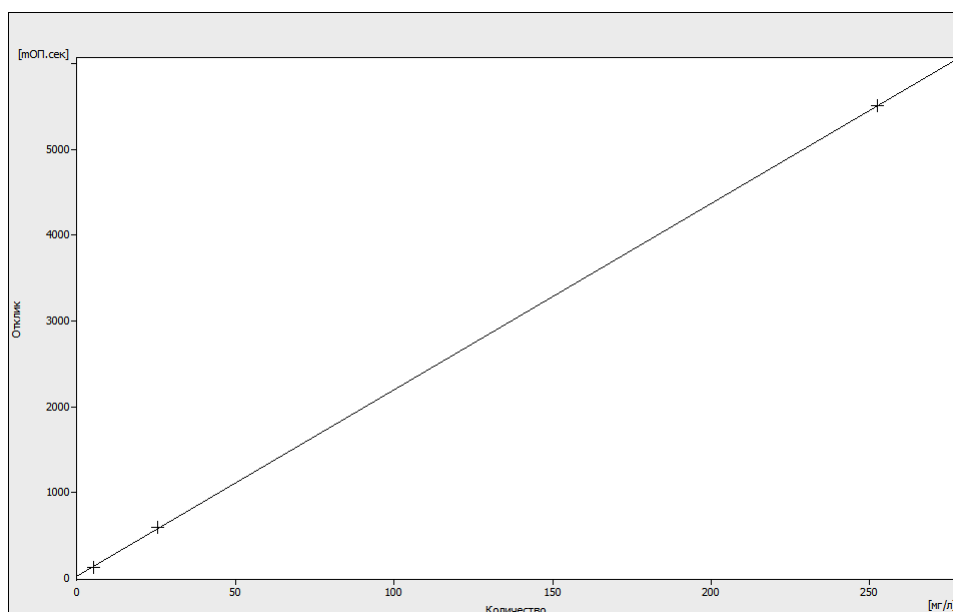
Таблица параметров для проверки стабильности системы (для компонента – тефлутрин), детектор на диодной матрице

Хроматограмма	Время удерживания [мин]	Площадь [mОП.сек]	Высота [mОП]
Среднее значение	20.137	467.459	74.827
СКО %	0.03	0.29	1.24
1	20.14	465.733	75.513
2	20.127	467.856	75.214
3	20.14	467.281	75.118
4	20.14	468.965	73.462

Для определения пестицидов построены градуировочные графики для каждого пестицида

Тиаметоксам

Отклик	Количество
132.40	5.1
590.05	25.3
5505.38	252.5



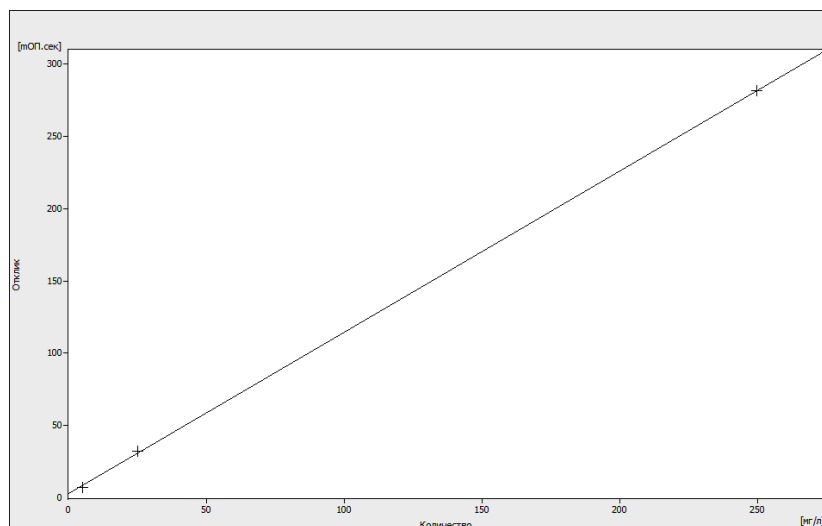
Уравнение градуировочного графика $Y = 21.68314 \cdot X + 31.22592$

Коэфф. корреляции 0.9999945

Расчетный предел детектирования (ПД) по тиаметоксаму составил $8,2 \cdot 10^{-10}$ г/мл

Мефеноксам

Отклик	Количество
7.14	5.0
32.5	25.0
281.4	249.8



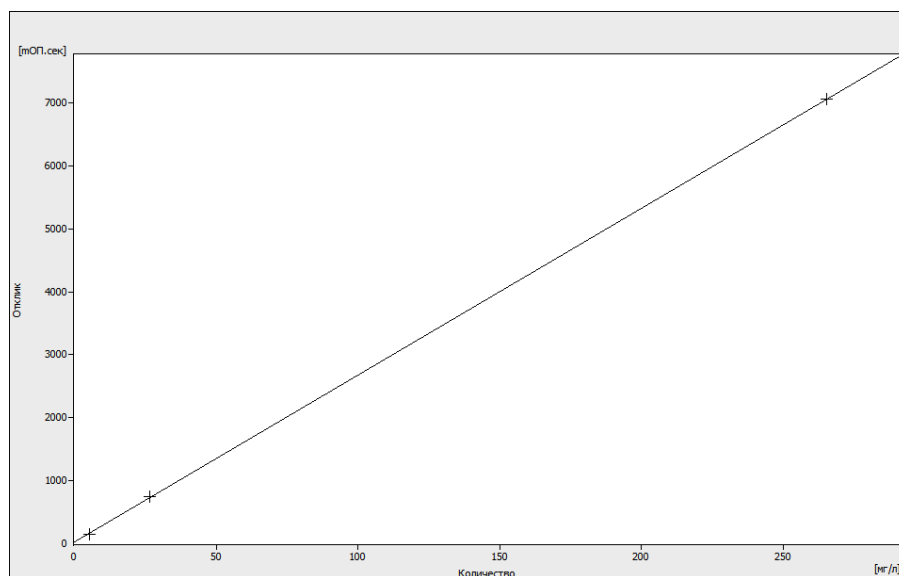
Уравнение градуировочного графика $Y = 1.11496 \cdot X + 3.03162$

Коэфф. корреляции 0.9999487

Расчетный предел детектирования (ПД) по мефеноксаму составил $1,5 \cdot 10^{-8}$ г/мл

Флудиоксонил

Отклик	Количество
153.8	5.3
745.1	26.5
7057.1	265.3



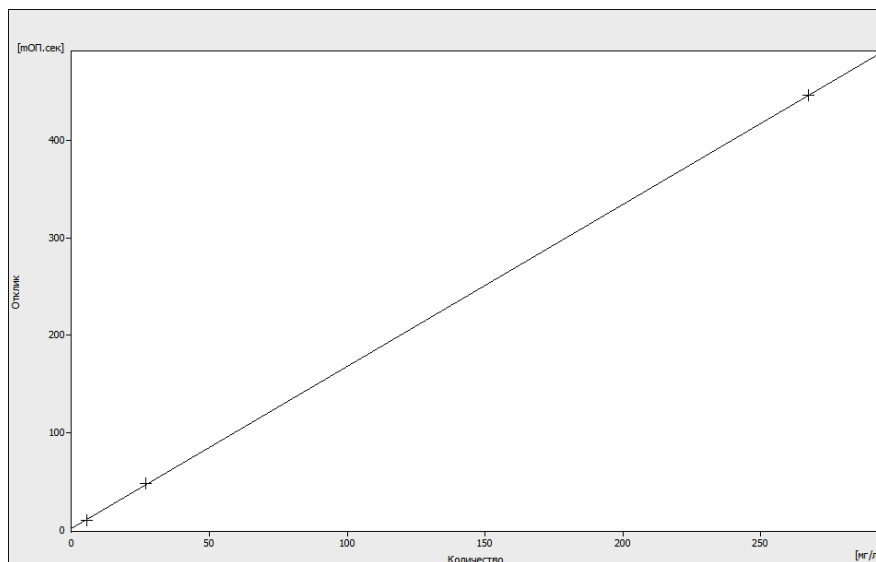
Уравнение градуировочного графика $Y = 26.50169 \cdot X + 27.46721$

Коэфф. корреляции 0.9999925

Расчетный предел детектирования (ПД) по флудиоксонилу составил $7,3 \cdot 10^{-10}$ г/мл

Тефлутрин

Отклик	Количество
10.0	5.3
48.0	26.7
446.0	267.3

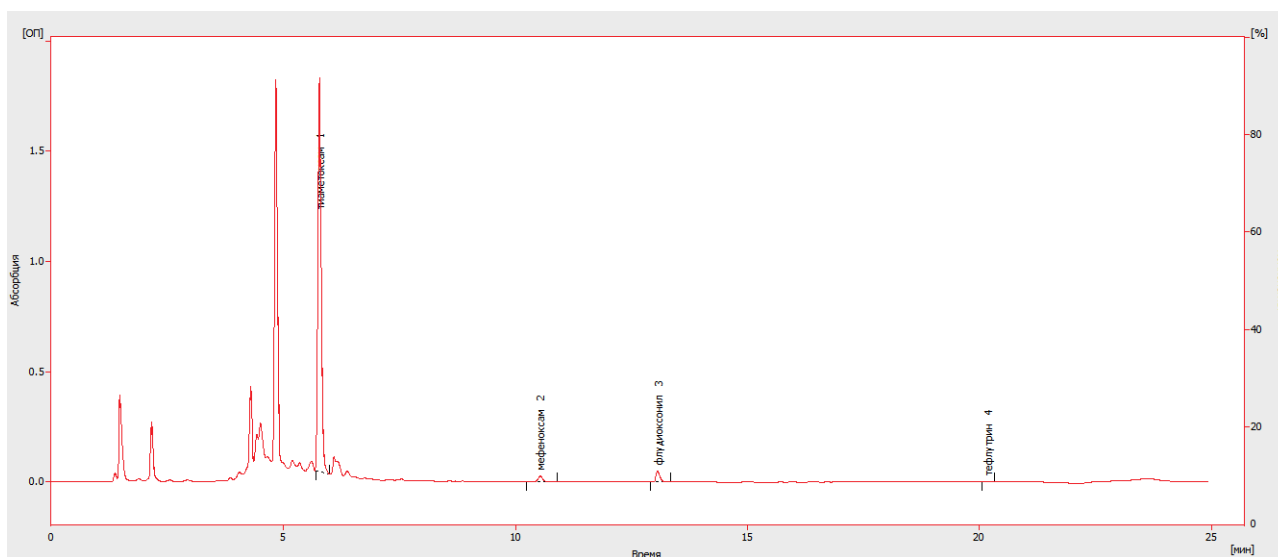


Уравнение градуировочного графика $Y = 1.65985 \cdot X + 2.43732$

Коэфф. корреляции 0.9999863

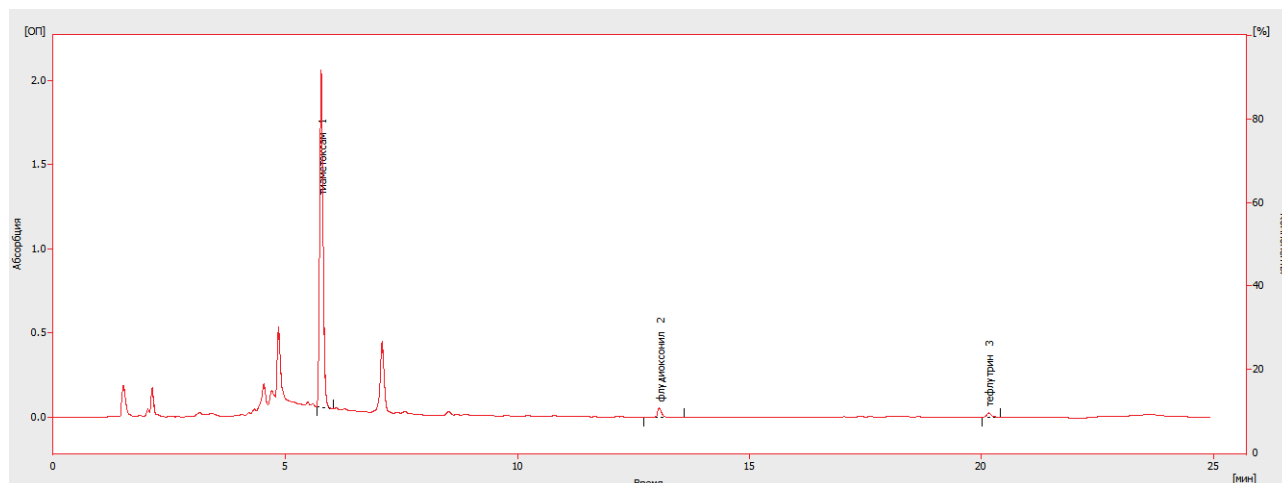
Расчетный предел детектирования (ПД) по тефлутрину составил $1,1 \cdot 10^{-8}$ г/мл

Хроматограмма вытяжки семян подсолнечника после протравливания пестицидами



	Время уд. [мин]	Площадь [мОП.сек]	Высота [мОП]	Количество [мг/л]	Название вещества
1	5.78	8433.124	1787.018	1162.456	тиаметоксам
2	10.533	179.659	26.463	475.247	мефеноксам
3	13.08	301.762	49.082	31.05	флудиоксонил
4	20.173	7.243	1.164	8.685	тефлутрин

Хроматограмма вытяжки семян кукурузы после протравливания пестицидами



	Время уд. [мин]	Площадь [mОП.сек]	Высота [mОП]	Количество [мг/л]	Название вещества
1	5.773	9609.829	2005.405	441.753	тиаметоксам
2	13.067	336.956	54.175	11.678	флудиоксонил
3	20.167	152.11	24.134	90.172	тефлутрин

Выводы

В большинстве полученных результатов СКО по площадям пиков определяемых пестицидов составляет менее 0,5%.

Жидкостный хроматограф «МаэстроВЭЖХ» с детектором на диодной матрице можно рекомендовать испытательным лабораториям ФГБУ «Центр оценки качества зерна» и другим контролирующим организациям для определения полноты протравливания семян пестицидами.



ТЕЛ.МОБ.: +375 (29) 132-55-65
ТЕЛ./ФАКС: +375 (17) 360-55-65

АДРЕС: 220068, г. Минск, ул. Гая, д.6
MAIL: felonby@mail.ru
WEB: www.felon.by