



УКРАЇНА

(19) UA (11) 64195 (13) U  
(51) МПК (2011.01)  
G01N 33/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ФУНГІЦИДІВ КЛАСУ ТРІАЗОЛІВ У ВОДІ

1

(21) u201106564

(22) 25.05.2011

(24) 25.10.2011

(46) 25.10.2011, Бюл.№ 20, 2011 р.

(72) БАРДОВ ВАСИЛЬ ГАВРИЛОВИЧ, МАРУЖЕНКО ГАЛИНА ІВАНІВНА, ОМЕЛЬЧУК СЕРГІЙ ТИХОНОВИЧ, ВАВРІНЕВИЧ ОЛЕНА ПЕТРІВНА

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ О.О. БОГОМОЛЬЦЯ

(57) Спосіб визначення фунгіцидів класу триазолів у воді, що включає підготовку проб води до екст-

2

ракції, проведення екстракції, концентрування та власне хроматографування, який **відрізняється** тим, що хроматографування суміші триазолів проводять в тонкому шарі силіказолу на пластинках "Сорбфіл", імпрегнованих вазеліновим маслом, в системі рухомої фази ацетон+вода (1:1) з наступним детектуванням компонентів реагентом бром-феноловий синій, речовини, що аналізуються, проявляються у вигляді плям насичено-блакитного кольору на блідо-жовтому фоні.

Корисна модель належить до медицини, а саме до виробничої токсикології, і може бути використана для одночасного визначення залишкових кількостей фунгіцидів класу триазолів у одній пробі води агрохімічними, екологічними, санітарно-епідеміологічними службами для контролю за вмістом дифеноконазолу та паклобутразолу у воді.

Діючі речовини, що досліджуються, належать до групи триазолів та близькі за своїми хімічними властивостями [1]. Досить часто в умовах тонкошарової хроматографії неможливо розділити ці суміші, адже вони мають близькі параметри утримування в шарі сорбенту.

Серед фунгіцидів класу триазолів (табл. 1) на території України з'явився новий препарат Сетар 375 SC, к.с. на основі діючих речовин дифеноконазол та паклобутразолу (дифеноконазол - 125 г/л, паклобутразол - 250 г/л).

Для контролю за дотриманням гігієнічних нормативів дифеноконазолу та паклобутразолу у воді раніше були розроблені аналітичні способи визначення кожної речовини окремо методом газорідинної хроматографії [2, 3]. Відомі способи визначення діючих речовин у воді шляхом газорідинної хроматографії [2, 3] передбачають визначення тільки по одному фунгіциду даного класу, що є досить витратним (як з позиції часу, так і коштів).

Відомий спосіб визначення форамсульфурону у воді (4), обраний як прототип, в якому визначення проводять шляхом підготовки проб води до екстракції, проведення екстракції та концентру-

вання. Наявність речовин визначають за їх залишковими кількостями у воді.

Однак, такий підхід не дозволяє одночасно визначити кожну діючу речовину в суміші в одній пробі.

Саме тому актуальною є розробка способу, який дозволить одночасно визначати декілька речовин класу триазолів в одній пробі. Така методика дозволить значно прискорити швидкість одного визначення та зменшить витрати на його проведення. Такий спосіб має не лише економічне, а й біоетичне значення. До того ж цей спосіб може ефективно використовуватись для моніторингових досліджень навколишнього середовища.

Задачею корисної моделі є одночасне визначення залишкових кількостей фунгіцидів класу триазолів (дифеноконазолу та паклобутразолу) в одній пробі води, що дозволить прискорити час аналізу та знизить вартість виконання досліджень.

Технічний результат, отриманий в результаті вирішення задачі, полягає у визначенні цис, транс-4-[4-метил-2-(1H-1,2,4-триазол-1-ілметил)-1,3-діоксолан-2-іл]-3-хлорфеніл-4-хлорфеновий ефіру (співвідношення ізомерів цис-транс 45:55) та (2RS, 3RS)-1-(4-хлорофеніл)-4,4-диметил-2-(1H-1,2,4-триазол-1-іл)пентан-3-олу в одній пробі води, шляхом зниження трудомісткості і вартості реактивів, часу виконання вимірювань і зменшення витрат на проведення аналізу.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі, який включає підготовку проб води до екстракції, проведення екстракції, концент-

(19) UA (11) 64195 (13) U

рування та власне хроматографування, згідно з корисною моделлю, хроматографування суміші триазолів проводять в тонкому шарі силіказолу на пластинках "Сорбфіл", імпрегнованих вазеліновим маслом, в системі рухомої фази ацетон+вода (1:1) з наступним детектуванням компонентів реагентом бромфеноловий синій. Речовини, що аналізуються, проявляються у вигляді плям насичено-блакитного кольору на блідо-жовтому фоні.

Спосіб ґрунтується на екстракції дифеноконазолу та паклобутразолу із проб води хлороформом та визначенні методом оберненої тонкошарової хроматографії.

Спосіб здійснюється наступним чином:

Підготовка проби: 250 мл води поміщають у ділильну лійку місткістю 500 мл. До проби додають тричі порціями по 30 мл хлороформ, екстрагують дифеноконазол та паклобутразол протягом 1-2 хвилин, і після розділення фаз збирають нижній шар (хлороформ) в конічну колбу місткістю 250 мл. Об'єднаний екстракт сушать настоюванням над безводним сульфатом натрію (20-25 г) протягом 30 хвилин. Екстракт переносять у грушоподібну колбу для відгону розчинників місткістю 250 мл і концентрують на ротаційному випарнику при температурі водяної бані не вище за 45°C до об'єму ~0,5 мл. Залишок розчинника випаровують на повітрі.

Після підготовки проби до вимірювання сухий залишок екстракту переносять в градуйовану пробірку за допомогою ацетону (загальний об'єм 1 мл).

Наступним етапом є визначення вмісту дифеноконазолу та паклобутразолу методом оберненої тонкошарової хроматографії.

В оберненій тонкошаровій хроматографії нерухомою фазою є шар сорбенту, оброблений неполярною рідиною [5]. В данному випадку нерухо-

мою фазою є шар силіказолу, імпрегнований вазеліновим маслом. Як рухома фаза при хроматографуванні використовувалась суміш ацетон+вода.

Для підбору оптимальних умов розділення дифеноконазолу та паклобутразолу, а також враховуючи те, що розділення досліджуваних речовин та коекстрактивних речовин в значній мірі залежить від рухомої фази, була вивчена ефективність цього процесу із застосуванням різних співвідношень ацетону та води в рухомій фазі (табл. 2). У всіх випадках використовували детектуючий реагент бромфеноловий синій.

Із табл. 2 видно, що при застосуванні рухомої фази ацетон+вода (1:3), рухомість досліджуваних речовин досить низька (дифеноконазол залишився на старті, значення  $R_f$  для паклобутразолу - 0,2). При використанні рухомої фази ацетон+вода (2:3) рухомість паклобутразолу зросла, але значення  $R_f$  для дифеноконазолу залишилося досить низьким (0,2). Найкраще розділення досліджуваних речовин досягається при застосуванні рухомої фази ацетон+вода у співвідношенні 1:1.

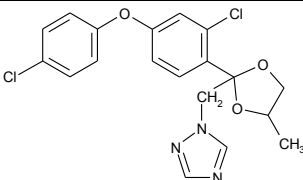
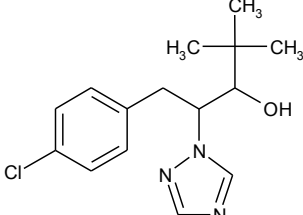
Отже встановлено (табл. 2), що для розділення дифеноконазолу та паклобутразолу найбільш ефективно використовувати імпрегновану вазеліновим маслом пластинку "Сорбфіл" з сумішшю ацетон+вода (1:1) як рухомої фази.

Найменша концентрація дифеноконазолу та паклобутразолу, яка детектується за допомогою методу тонкошарової хроматографії, складає 1 мкг. Кількісне визначення проводили візуально, порівнюючи площі та інтенсивність забарвлення плям.

Розробка і апробація способу одночасного визначення дифеноконазолу та паклобутразолу у пробі води проводилась в Інституті гігієни та екології Національного медичного університету імені О.О. Богомольця.

Таблиця 1

Характеристика дифеноконазолу та паклобутразолу

Діюча речовина	Хімічна назва за IUPAC	Хімічна формула	Емпірична формула	Молекулярна маса
Дифеноконазол	цис, транс-4-[4-метил-2-(1H-1,2,4-триазол-1-ілметил)-1,3-діоксолан-2-іл]-3-хлорфеніл-4-хлорфеніловий ефір, співвідношення ізомерів цис-транс 45:55		$C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$	406,27
Паклобутразол	(2RS, 3RS)-1-(4-хлорофеніл)-4,4-диметил-2-(1H-1,2,4-триазол-1-іл)пентан-3-ол		$C_{15}H_{20}ClN_3O$	293,8

Таблиця 2

Рухомість дифеноконазолу та паклобутразолу ( $R_f$ ) в різних умовах хроматографування

Система рухомих розчинників (об'ємні співвідношення)	Значення $R_f$ в рухомій фазі	
	Дифеноконазол	Паклобутразол
Ацетон+Вода (1:1)	0,3	0,65
Ацетон+Вода (1:3)	старт	0,2
Ацетон+Вода (2:3)	0,2	0,5

Примітка: відносна похибка визначення  $R_f$  -  $\pm 0,05$ .

Джерела інформації:

1. Перелік пестицидів і агрохімікатів, дозволених до використання в Україні. - Київ, Юнівест Медіа.-2010.-543 с.

2. Методические указания по газохроматографическому определению дифеноконазола (скора) в растительном материале, почве, воде. Методические указания по определению микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде. Сб. № 22, част 1. - Киев, 1995. - С. 59-64.

3. Методичні вказівки з визначення паклобутразолу у воді методом газорідинної хроматографії: МВ № 967-2009 (подано до друку).

4. Клисенко М.А., Александрова Л.Г. Определение остаточных количеств пестицидов. Под ред. акад. АН УССР, чл.-кор. АМН СССР Ю.И. Кундиева. - Киев, "Здоров'я".-1983.-247 с.

5. Клисенко М.А., Александрова Л.Г., Демченко В.Ф., Макарчук Т.Л. Аналітична хімія залишкових кількостей пестицидів. Навч. посібник. Інститут екології та токсикології ім... Л.І. Медведя. - Київ.-1999.-238 с.