



УКРАЇНА

(19) UA (11) 64196 (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 ПОВІТРІ

1

2

(21) u201106565

(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 повітрі, що включає підготовку проб повітря до

екстракції, проведення екстракції, концентрування та власне хроматографування, який **відрізняється** тим, що хроматографування проводять на пластинках "Сорбфіл", імпрегнованих вазеліновим маслом, в системі рухомої фази ацетон+вода (1:1) з наступним детектуванням компонентів реакгентом бромфеноловий синій, після чого візуально визначають наявність або відсутність плям насичено-блакитного кольору на блідо-жовтому фоні.

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

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 - 125г/л, паклобутразол - 250 г/л).

Для контролю за дотриманням гігієнічних нормативів дифеноконазолу та паклобутразолу у повітрі раніше були розроблені аналітичні методи 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 метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-ілоксиметил)-3-метоксіакрилату методом газорідинної хромато-

графії з мас-спектрометричним детектором, вибраний як прототип, передбачає вилучення речовини з матриці шляхом прямої іммерсійної твердофазної мікроекстракції та кількісне визначення речовини з використанням мас-спектрометричного детектору (4).

Недоліком способу-прототипу є необхідність високотехнологічного обладнання та спеціальних реактивів для проведення аналізів, потребує більше часу для проведення аналізу, трудомісткість здійснення виконання вимірювань, що визначає в кінцевому результаті високу вартість виконання досліджень.

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 розробка способу, який дозволить одночасно визначати залишкові кількості фунгіцидів класу триазолів (дифеноконазолу та паклобутразолу) в одній пробі повітря, 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-(1Н-1,2,4-триазол-1-ілметил)-1,3-діоксолан-2-іл]-3-хлорфеніл-4-хлорфеніловий ефі-

(19) UA (11) 64196 (13) U

ру (співвідношення ізомерів цис-транс 45:55) та (2 RS, 3 K8)-1-(4-хлорофеніл)-4,4-диметил-2-(1H-1,2,4-триазол-1-іл)пентан-3-олу в одній пробі повітря, шляхом зниження трудомісткості і вартості реактивів, часу виконання вимірювань і зменшеня витрат на проведення аналізу.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі, який включає підготовку проб повітря до екстракції, проведення екстракції, концентрування та хроматографування, згідно з корисною моделлю хроматографування проводять на пластинках "Сорбфіл", імпрегнованих вазеліновим маслом, в системі рухомої фази ацетон+вода (1:1) з наступним детектуванням компонентів реагентом бромфеноловий синій, після чого візуально визначають наявність або відсутність плям насичено-блакитного кольору на блідо-жовтому фоні.

Спосіб ґрунтується на екстракції дифеноконазолу та паклобутразолу із проб повітря ацетоном та визначенні методом тонкошарової хроматографії.

Спосіб здійснюється наступним чином. Попередньо, за допомогою аспіраційного пристрою, повітря протягують через паперовий фільтр "синя стрічка", закріплений у фільтроутримувачі зі швидкістю 1,0 л/хв. протягом 20 хвилин.

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 даному випадку нерухомою фазою є шар силіказолу, імпрегнований вазеліновим маслом. Як рухома фаза при хрома-

тографуванні 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<sub>f</sub> для паклобутразолу - 0,2). При використанні рухомої фази ацетон+вода (2:3) рухомість паклобутразолу зросла, але значення R<sub>f</sub> для дифеноконазолу залишилося досить низьким (0,2). Найкраще розділення досліджуваних речовин досягається при застосування 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 способу 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 повітря 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 <sub>19</sub> H <sub>17</sub> Cl <sub>2</sub> N <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	406,27
Паклобутразол	(2RS, 3RS)-1-(4-хлорофеніл)-4,4-диметил-2-(1H-1,2,4-триазол-1-іл)пентан-3-ол		C <sub>15</sub> H <sub>20</sub> ClN <sub>3</sub> O	293,8

Таблиця 2

Рухомість дифеноконазолу та паклобутразолу (Rf) в різних умовах хроматографування

Система рухомих розчинників (об'ємні співвідношення)	Значення Rf 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 Rf -  $\pm 0,05$ .

Джерела інформації:

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

2. Методичні вказівки з виконання вимірювань дифеноконазолу у повітрі робочої зони та атмосферному повітрі № 294-2001. Методичні вказівки з визначення мікрокількостей пестицидів в продуктах харчування, кормах та навколишньому середовищі. Зб. № 37. - Київ.-2004. - С. 117-121.

3. Методичні вказівки з визначення паклобутразолу в повітрі робочої зони та атмосферному

повітрі методом газорідинної хроматографії: МВ № 966-2009 (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.