

Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены»

*Научная сессия БГМУ2024
Секция «Медико-биологические науки №3»*

Способ совместного определения мефентрифлуконазола, пираклостробина и флуксапироксада методом ВЭЖХ

Авторы: Снапкова И.М., Крымская Т.П., Табелева Н.Н.

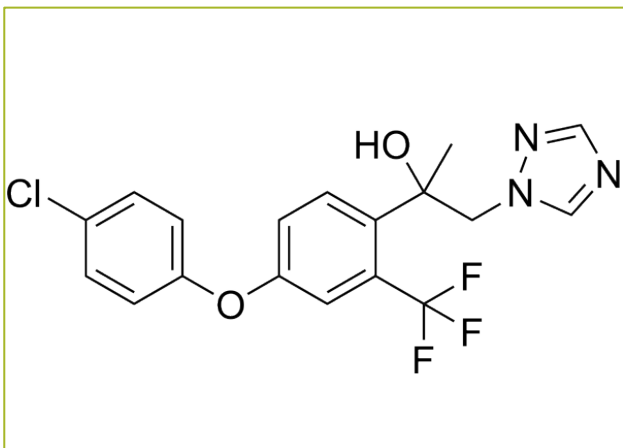
www.certificate.by

www.rspch.by

chromatographic@rspch.by

Физико-химические свойства

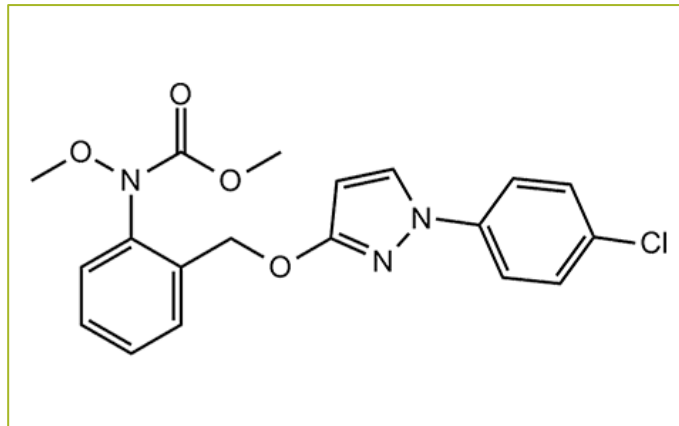
Мефентрифлуконазол



Mr = 397,8

- Температура разложения 300°C
- Растворимость в органических растворителях (г/л при 20°C):
ацетоне – 93200;
этилацетате – 116200;
ксилоле – 8500;
1,2-дихлорэтаноле – 55300.
- Растворимость в воде (при 20°C): 0,81 г/л.

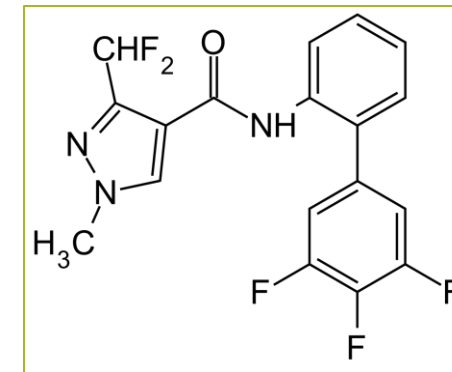
Пираклостробин



Mr = 387,8

- Температура плавления 63,7–65,2 °C
- Растворимость в органических растворителях (г/л при 20°C):
н-гептан – 3,7;
толуол и дихлорметан – более 570;
метанол – 100;
ацетон и этилацетат – более 650.
- Растворимость в воде (мг/л при 20°C):
2,4 (рН 4); 1,9 (рН 7); 1,9 (рН 9).

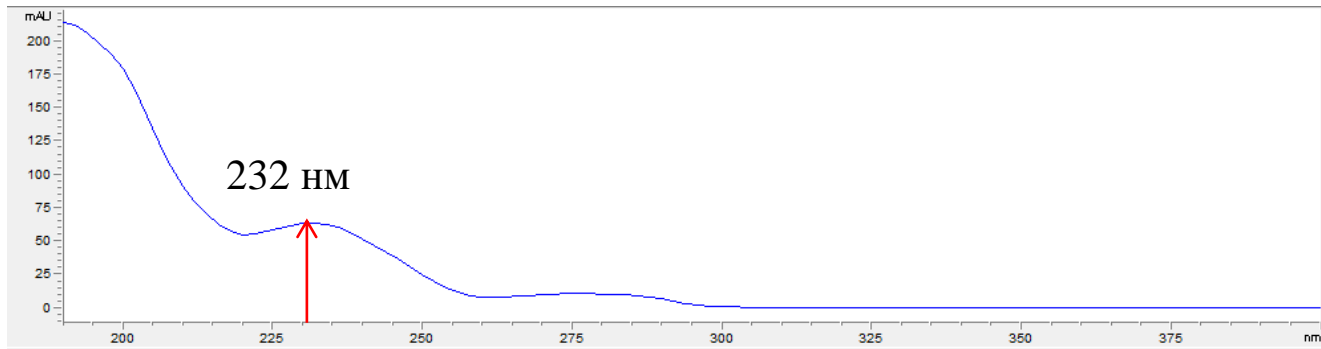
Флуксапироксад



Mr = 381,3

- Температура плавления 204,8 °C
- Растворимость в органических растворителях (г/л при 20°C):
ацетон – 250;
ацетонитрил и дихлорметан – более 100;
метанол – 53,4;
толуол – 20,0;
этилацетат – 123,3.
- Растворимость в воде (при 20°C): 3,8 мг/л.

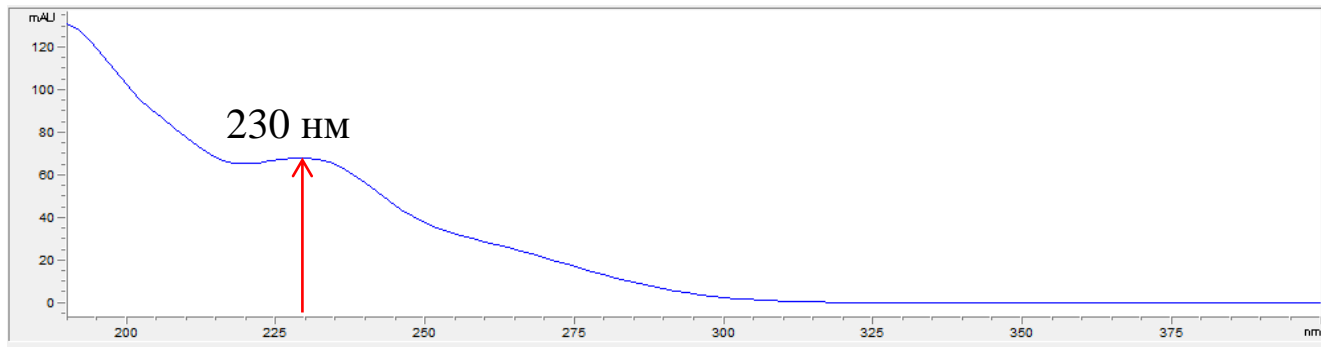
Выбор длины волны детектирования



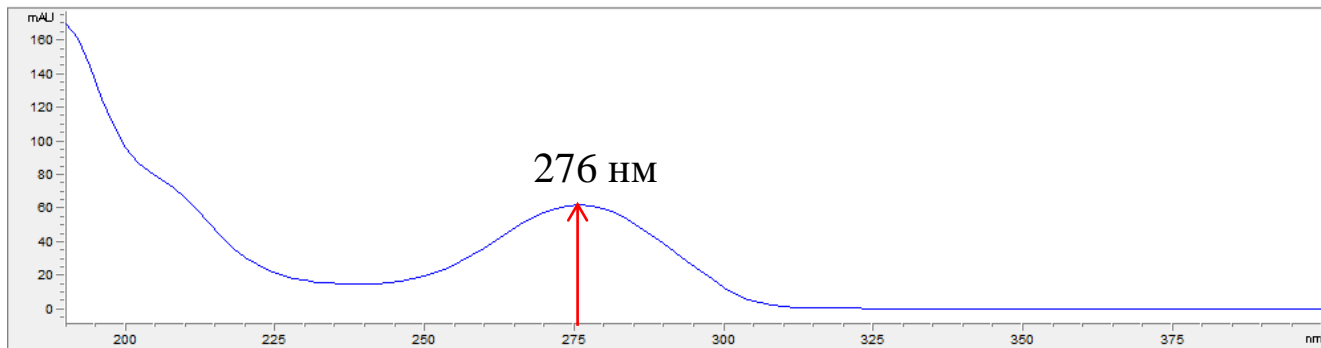
Мефентрифлуконазол



230 нм



Флуксапироксад



Пиракlostробин

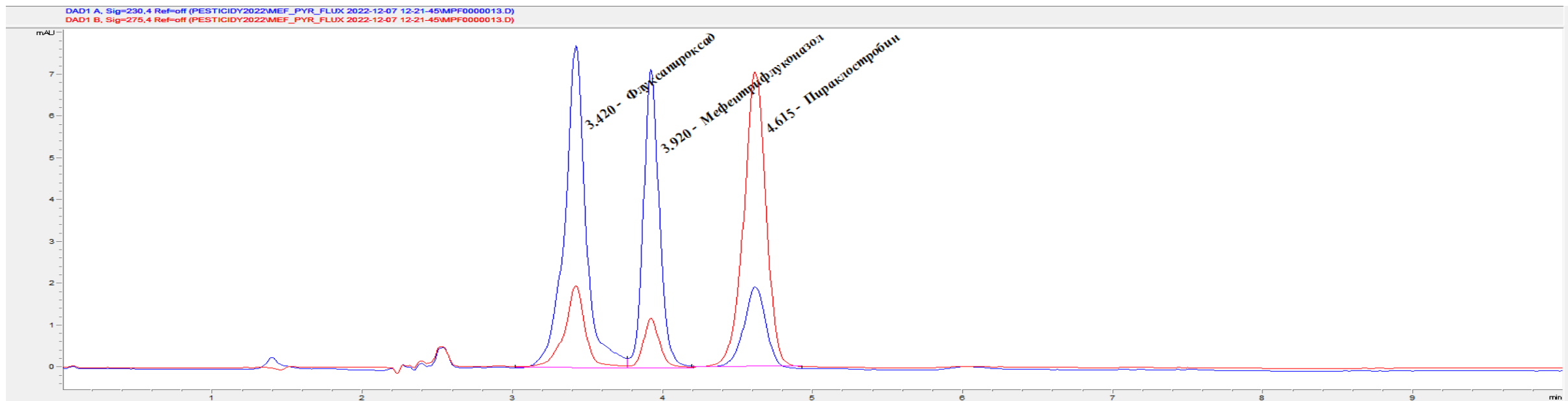


275 нм

Хроматографические параметры

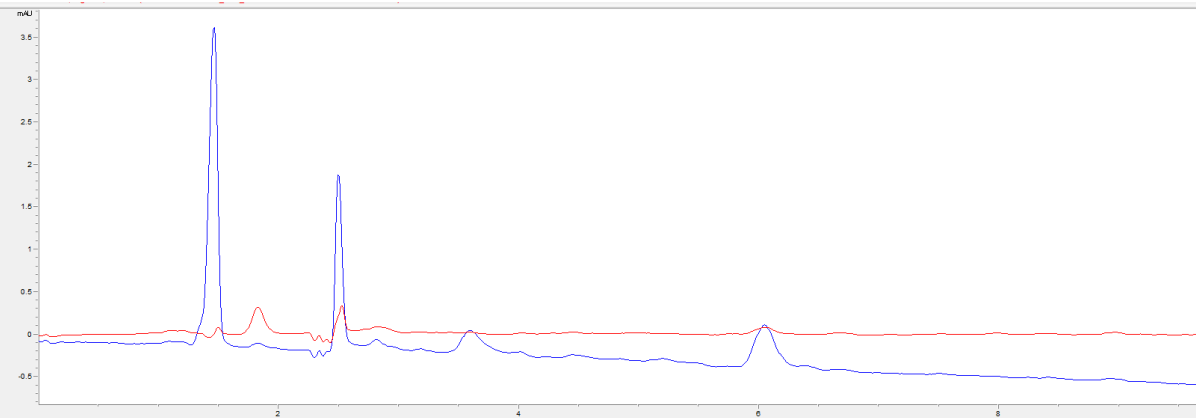


Хроматограф	Высокоэффективный жидкостной хроматограф с диодно-матричным детектором Agilent 1260 Infinity
Хроматографическая колонка	Hypersil BDS C18 , длина 150 мм, внутренний диаметр 4,6 мм, зернение 3 мкм.
Температура колонки	25 °С
Рабочая длина волны	230 нм 275 нм
Подвижная фаза	80% ацетонитрил, 20% вода
Скорость потока	0,6 см ³ /мин
Объем вводимой пробы	20 мкл

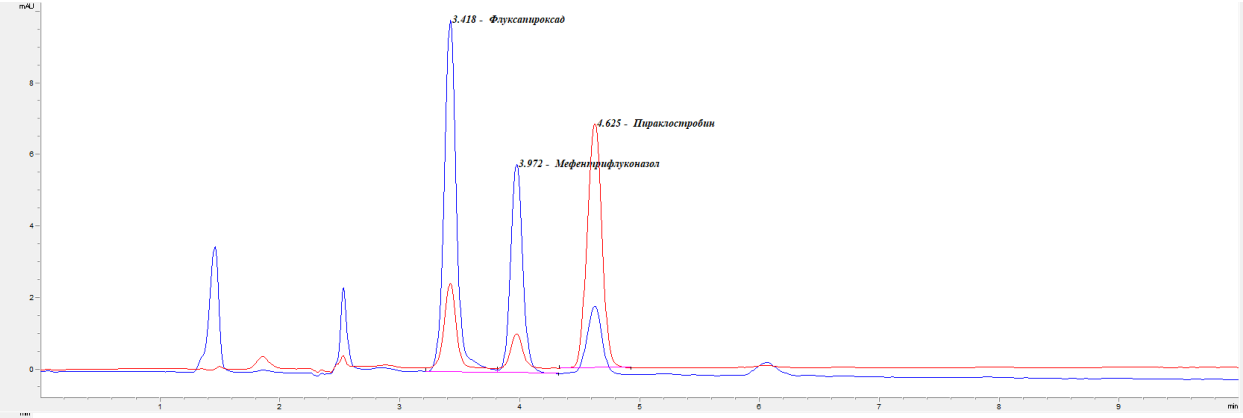


Объекты исследования

Объект	Подготовка к анализу				
Воздух рабочей зоны		→  +10 см ³ ацетонитрила	→  Ультразвук 20 мин	→ 	→ 
Воздух атмосферы	Фильтр с отобранной пробой	+10 см ³ ацетонитрила	Ультразвук 20 мин	Фильтр из регенерированной целлюлозы	
Сносы на почву		→  +2,5 см ³ ацетонитрила	→ 	Фильтр из регенерированной целлюлозы	
Смывы с кожных покровов		→  +5 см ³ ацетонитрила	→  Вортекс 20 мин	→ 	→ 



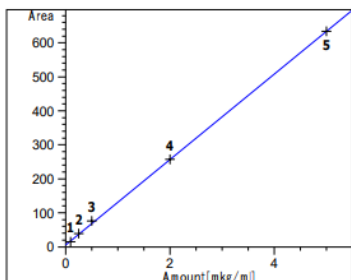
Хроматограмма образца воздуха рабочей зоны



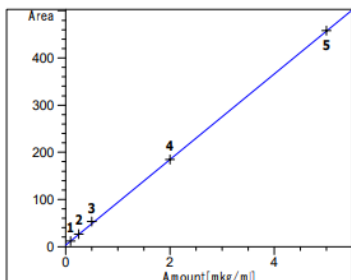
Хроматограмма образца воздуха рабочей зоны с внесенной добавкой

Характеристики метода

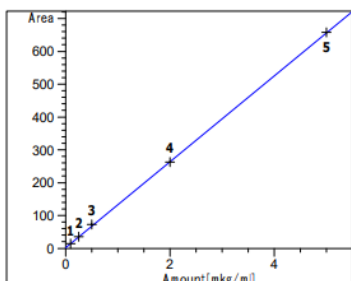
Калибровочные графики



Флуksапироксад at exp. RT: 3.422
 DAD1 A, Sig=230,4 Ref=off
 Correlation: 0.99984
 Residual Std. Dev.: 4.90189
 Formula: $y = mx + b$
 m: 125.95051
 b: 5.54260
 x: Amount
 y: Area



Мeфентрифлуksоназол at exp. RT: 3.939
 DAD1 A, Sig=230,4 Ref=off
 Correlation: 0.99991
 Residual Std. Dev.: 2.70551
 Formula: $y = mx + b$
 m: 90.94830
 b: 3.21180
 x: Amount
 y: Area



Пираклоcтробин at exp. RT: 4.622
 DAD1 B, Sig=275,4 Ref=off
 Correlation: 0.99995
 Residual Std. Dev.: 2.88682
 Formula: $y = mx + b$
 m: 131.03296
 b: 2.31875
 x: Amount
 y: Area

Анализируемый объект	Предел количественного определения	Диапазон определяемых концентраций	Средняя степень извлечения, Rec_{cp} , %
Мeфентрифлуksоназол			
Воздух рабочей зоны	*0,02 мг/дм ³	*0,02-1,00 мг/дм ³	83,8
Воздух атмосферы	**0,005 мг/дм ³	**0,005-0,250 мг/дм ³	83,8
Сносы на почву	0,03 мг/м ²	0,03-1,84 мг/м ²	96,0
Смывы с кожных покровов	$5 \cdot 10^{-6}$ мг/см ²	$5,0 \cdot 10^{-6}$ - $2,5 \cdot 10^{-4}$ мг/см ²	80,2
Пираклоcтробин			
Воздух рабочей зоны	*0,02 мг/дм ³	*0,02-1,00 мг/дм ³	86,0
Воздух атмосферы	**0,005 мг/дм ³	**0,005-0,250 мг/дм ³	86,0
Сносы на почву	0,03 мг/м ²	0,03-1,84 мг/м ²	92,7
Смывы с кожных покровов	$5 \cdot 10^{-6}$ мг/см ²	$5,0 \cdot 10^{-6}$ - $2,5 \cdot 10^{-4}$ мг/см ²	80,9
Флуksапироксад			
Воздух рабочей зоны	*0,02 мг/дм ³	*0,02-1,00 мг/дм ³	91,5
Воздух атмосферы	**0,005 мг/дм ³	**0,005-0,250 мг/дм ³	91,5
Сносы на почву	0,03 мг/м ²	0,03-1,84 мг/м ²	97,3
Смывы с кожных покровов	$5 \cdot 10^{-6}$ мг/см ²	$5,0 \cdot 10^{-6}$ - $2,5 \cdot 10^{-4}$ мг/см ²	86,6

* – при отборе 50 дм³ воздуха

** – при отборе 50 дм³ воздуха