

12. Sherma J., Sleckman B.P., Armstrong D.W. // J. Liquid Chromatogr. 1983. V. 6. № 1. P. 95.
13. Lepri L., Desideri P.G., Heimler D. // J. Chromatogr. 1981. V. 209. № 2. P. 312.
14. Tesarova E., Snopek J., Smolkova-Keulemansova E. // J. High Resolut. Chromatogr. and Chromatogr. Commun. 1987. V. 10. № 7. P. 404.
15. Pandey P., Maheshwari N., Dave A. // J. Liquid Chromatogr. 1991. V. 14. № 18. P. 3311.
16. Акимова Т.Г., Сянава Е.М., Саввин С.Б. // Журн. аналит. химии. 1982. Т. 37. № 6. С. 999.
17. Беляков В.Н., Солтвский Н.М., Стражеско Д.Н., Стрелко В.В. // Укр. хим. журн. 1974. Т. 40. № 3. С. 236.
18. Руководство по современной тонкослойной хроматографии / Под ред. О.Г.Ларионова. М., 1994. 311 с.
19. Perdih A. // Vestn. Slov. Kem. Drus. 1990. V. 37. № 4. P. 423.
20. Мчедлов-Петросян Н.О., Миндрина В.Ф., Никишина Л.Е. // Докл. АН СССР. 1985. Т. 283. № 3. С. 670.

Л.Н.ШАРИФЬЯНОВА, Л.Н.КОЛОМИЕЦ, О.Г.ТАТАУРОВА
Институт физической химии РАН, г.Москва,
*Э.В.АМИРОВА**
НИТИГ, г.Уфа

АНАЛИЗ ТЕХНИЧЕСКОГО 4-АМИНО-5-ХЛОР-ФЕНИЛПИРИДАЗОНА И ГЕРБИЦИДНЫХ ПРЕПАРАТОВ НА ЕГО ОСНОВЕ МЕТОДАМИ ВЭЖХ И ГЖХ

Феназон (4-амино-5-хлор-1-фенилпиридазон-6) применяется в качестве гербицида для борьбы с однолетними двудольными сорняками в посевах свеклы.

С целью расширения ассортимента и спектра действия феназона предложены смесевые препараты:

- 1) феназон + ленацил (3-циклогексил-5,6-триметилаурацил) 4:1;
- 2) феназон + эптам (N,N-дипропил-S-этилтиокарбамат) 2:3;
- 3) феназон + триаллат (N,N-диизопропил-S-2,3,3-трихлораллилтиокарбамат) 3:1.

Известно газохроматографическое определение феназона по ТУ 113-04-297-88 и [1], триаллата по ТУ 113-04-222-86. Ленацил определяют химическим методом по ГОСТ 26372-84.

* © Шарифьянова Л.Н., Амирова Э.В., Коломиец Л.Н., Татаурова О.Г., 1999

В последнее время при анализе гербицидов большее применение находит метод высокоэффективной жидкостной хроматографии. Описано определение триаллата [2], ленацила и феназона [3].

Цель настоящей работы – разработка методик определения действующего начала в указанных выше смесевых препаратах методами газожидкостной (ГЖХ) и высокоэффективной жидкостной (ВЭЖХ) хроматографии. А также разработка методики анализа технического феназона и установление качественного и количественного состава примесей методом ВЭЖХ.

Газохроматографические анализы проводили на хроматографе «Цвет-165» с пламенно-ионизационным детектором. Стеклянная колонка (100x0,3 см) заполнена хроматоном N-AW-DMCS (с размерами зерен 0,125-0,160 мм) с 5% силикона OV-17. В табл. 1 приведены условия анализа и внутренний стандарт:

Таблица 1

Условия газохроматографического анализа

Сорбат	T, °C	Внутренний стандарт
Феназон	220	Диоктилфталат
Ленацил	220	Дигексилсебацинат
Эптам	130	Диэтилфталат
Триаллат	190	Дибutilфталат

Температура испарителя 260°C, скорость газа-носителя азота – 60 мл/мин. В качестве примера на рис. 1 и 2 приведены хроматограммы разделения. Условия анализа унифицированы, на одной колонке из разных навесок возможно определение действующего начала во всех препаратах. При определении эптама и триаллата необходимо после каждого запуска пробы колонку продувать при 200°C (рис. 2). Феназон во всех препаратах определяют по ТУ, а в смеси с ленацилом его можно определить из одной навески (рис. 1.)

ВЭЖХ исследования проводили на жидкостном хроматографе модели 330 фирмы «Бекман» с использованием аналитической колонки (250x4.6 мм), заполненной сорбентом «Ультрасфер-ОДС» с размерами частиц 5 мкм. Для защиты аналитической колонки от загрязнений использовали предварительную колонку (45x4.6 мм), заполненную тем же сорбентом. Устанавливается между дозатором и аналитической колонкой. УФ-детектор фирмы «Хитачи» с переменной длиной волны в диапазоне 190-600 нм. Анализируемую смесь дозировали через петлевой дозатор модели 210 с объемом петли 20 мкл. Оптимальный состав подвижной фазы выбирали с учетом разделения наиболее близких по удерживанию соединений. Растворители: ацетонитрил по ТУ 6-09-5449-89 для жидкостной хроматографии использовали без дополнительной очистки; метанол выдерживали 24 часа над перманганатом калия и перегоняли; бидистиллированную воду пропускали че-

рез систему Мили-Кью фирмы «Waters». Приготовленную подвижную фазу фильтровали с помощью насоса Миллипор (фильтры 0.45 мкм). При этом одновременно происходит дегазация элюента.

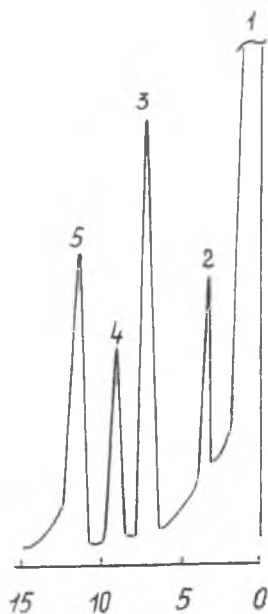


Рис. 1. Хроматограмма разделения смесового препарата (феназон+ленацил) газохроматографическим методом: 1 – растворитель, 2 – дихлорпиридазон; 3 – дигексилловый эфир себациновой кислоты (внутренний стандарт); 4 – ленацил; 5 – феназол

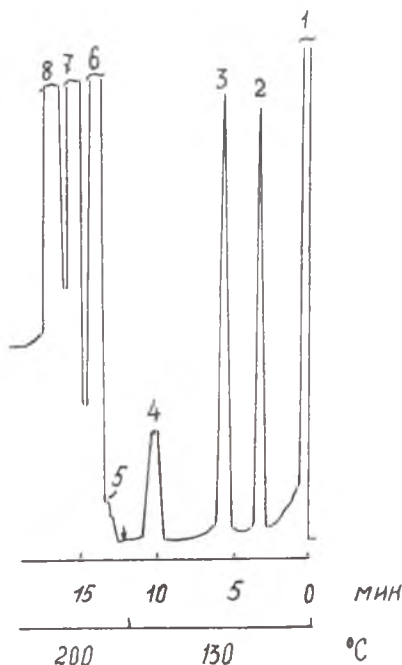


Рис. 2. Хроматограмма разделения смесового препарата (феназон+триаллат) газохроматографическим методом: 1 – растворитель; 2 – дибутилфталат (внутренний стандарт); 3 – триаллат; 4 – дитиокарбамат; 5-8 – пики соединений, проявляющиеся на хроматограмме после нагрева колонки до 200°C

При анализе технического феназона и 60-процентного препарата в качестве элюента использовали смесь ацетонитрила и воды в объемном соотношении 55:45 с добавлением 2 капель ортофосфорной кислоты на 1 л элюента. Скорость элюента 0,5 мл/мин, длина волны 254 нм, чувствительность детектора 0,16 опт. ед. Хроматограмма разделения приведена на рис. 3, а.

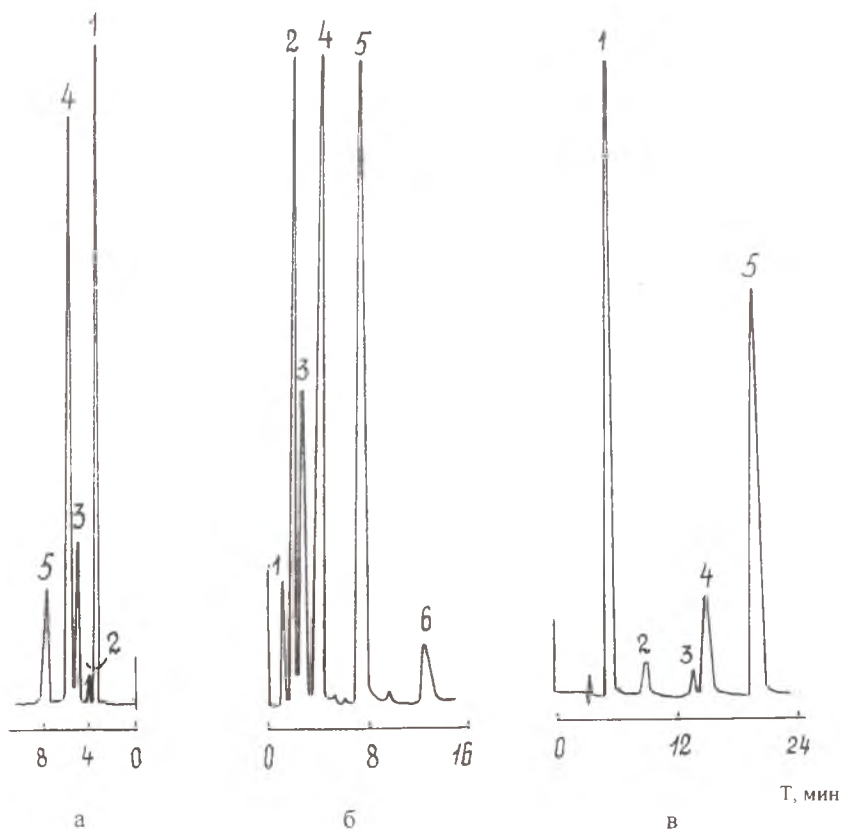


Рис. 3. Хроматограммы разделения методом жидкостной хроматографии:
 а – технического феназона (1 – феназон; 2 – неидентифицированная примесь; 3 – изофеназон; 4 – внутренний стандарт (N-3,4-дихлорфенил)ацетаниlid; 5 – дихлорпиридазон);

б – феназона и эптама (1 – пик элюента; 2 – феназон; 3 – изофеназон; 4 – внутренний стандарт (пропанид); 5 – эптам; 6 – неидентифицированная примесь);

в – феназона и ленацила (1 – феназон; 2 – изофеназон; 3 – дихлорпиридазон; 4 – ленацил; 5 – внутренний стандарт (этиловый эфир бензойной кислоты))

Разделение смеси феназона и эптама проводили смесью ацетонитрила и воды (70:30) с добавлением 2 капель орто-фосфорной кислоты на 1 л элюента. Длина волны 220 нм, скорость подвижной фазы 0,5 мл/мин. Внутренний стандарт N-(3,4-дихлорфенил)пропиоаниlid (рис. 3б).

Использование ион-парной хроматографии позволило провести анализ препарата на основе феназона и ленацила. Использовали смесь метанола и воды (60:40) с добавлением в качестве ион-парного агента тетрабутиламмонийфосфата (0.001М) и уксусной кислоты (1,2% от объема элюента). Скорость подвижной фазы 0,7 мл/мин, давление 100 бар, длина волны 254 нм, чувствительность 0,32 опт.ед. Внутренний стандарт – этиловый эфир бензойной кислоты (рис. 3 в).

Рассмотрение приведенных рисунков показывает, что достигнуто селективное разделение сопутствующих примесей феназона (дихлорпиридазона и изофеназона) от анализируемых соединений и позволяет надежно контролировать качество выпускаемых препаратов. Составляющие компоненты препарата не мешают определению. После растворения все препараты перед анализом необходимо фильтровать.

В табл. 2 приведены данные статистической обработки результатов анализа препаратов методами ГЖХ и ВЭЖХ (n=10, P=0,95):

Таблица 2

Статистическая обработка результатов анализа

Сорбат	ГЖХ			ВЭЖХ			
	X	S _i	t _n	X	Δx	S _i	t _α
Феназон (техн.)	83.9	1.33	2.5	84.2	0.3	0.10	0.32
Феназон	38.8	0.29	0.9	36.9	1.9	0.31	0.94
Ленацил	7.2	0.30	0.9	8.6	1.4	0.10	0.21
Эптам	33.2	0.30	0.9	33.6	0.4	0.25	0.77
Триаллат	11.1	0.29	0.9	–	–	–	–

Как следует из приведенных данных, воспроизводимость определения действующего начала в смесевых препаратах обоих методов достаточно высока и расхождение между двумя параллельными определениями (Δx) не превышает 2%, что свидетельствует о высокой достоверности получаемых результатов анализа. При анализе технического феназона точность метода ГЖХ составляет 2.5%, в то время как метод ВЭЖХ позволяет проводить анализ с точностью не более 0.5%.

Библиографический список

1. Cellerino, G. // J.AOAC. 1978. V. 61. № 1. P. 161.
2. Sparacino, C.M. // J.Chromatogr.Sci. 1976. V. 14. P. 549.
3. Byast, H.T. // J.Chromatogr. 1977. V. 134. P. 216.