

УДК 543.51:547.621

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОЛЯРНЫХ ПЕСТИЦИДОВ В ВОДЕ, ОВОЩАХ И ФРУКТАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

В.Г. Амелин^{1,2}, Д.К. Лаврухин^{1,2}, А.В. Третьяков², А.А. Ефремова^{1,2}

(¹Владимирский государственный университет им. Н.Г. и А.Г. Столетовых; e-mail: amelinvg@mail.ru; ²Федеральный центр охраны здоровья животных)

Разработаны методики определения 25 действующих веществ комбинированных пестицидов (неоникотиноиды, производные имидазола, производные мочевины, сим-триазины, триазолы, карбаматы, фосфорорганические соединения, пиретроиды) в воде, овощах и фруктах в диапазоне концентраций 0,005–10 мг/л (мг/кг) методом ВЭЖХ с детектированием с помощью диодной матрицы при 220 нм. Определение пестицидов в воде проведено без пробоподготовки и концентрирования. При анализе овощей и фруктов пробоподготовка (извлечение пестицидов и очистка экстракта) проведена по методу QuEChERS. Продолжительность анализа составляет 0,5–1,0 ч, относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,05.

Ключевые слова: высокоэффективная жидкостная хроматография, комбинированные пестициды, метод QuEChERS, поверхностные, грунтовые и питьевые воды, овощи, фрукты.

Комбинированные пестициды позволяют одновременно уничтожить сорняки, вредителей и болезни, поэтому являются важным резервом повышения биологической и экономической эффективности применения химических средств защиты растений. С помощью комбинированных пестицидов можно не только замедлить адаптацию вредных организмов к применяемым препаратам, но и уменьшить пестицидную нагрузку на обрабатываемую площадь, повысить производительность труда. Применение комбинации небольших доз двух или более пестицидов может обеспечить такую же биологическую эффективность и длительность действия, как и обработка большой дозой более токсичного препарата [1, 2]. Остаточные количества пестицидов определяют методами хромато-масс-спектрометрии [3–5], высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) [6–9], полярографии [10], иммуно-ферментного анализа [11, 12], капиллярного электрофореза [13–17] и газовой хроматографии [18, 19]. В указанных работах предложены методики определения единичных пестицидов, однако взаимное влияние пестицидов на разделение и определение при их совместном применении не изучено.

Цель данной работы состояла в разработке методики определения действующих веществ комбинированных пестицидов в воде, овощах и фруктах методом обращенно-фазовой хроматографии и ВЭЖХ.

Экспериментальная часть

Аппаратура. В работе использовали жидкостной хроматограф с диодноматричным детектором «Flexar DAD» («Perkin-Elmer», США). Разделение проводили на колонке (150×3,9 мм) «XTerra™ RP₁₈» (3 мкм) («Waters», США) в режиме градиентного элюирования подвижной фазы вода–ацетонитрил (об.%): 20 (0 мин), 40 (10–15 мин), 80 (26–34 мин) и 20 (34–32 мин). Расход подвижной фазы 1,2 мл/мин, длина волны детектора 220 нм, объем вводимой пробы 10 мкл.

Реактивы

Использовали стандартные образцы пестицидов (чистота >98,5%): тиаметоксам (№ С 17453000, Dr Ehrenstorfer), циперметрин (ГСО 7736-99, ВНИИХСЗР), λ-цигалотрин (ГСО 7732-99), атразин (ГСО 7645-99), линурон (ГСО 7712-99), пропиконазол (ГСО 7717-99), тебуконазол (ГСО 7669-99), ципроконазол, (ГСО 7677-99), триадимефон (ГСО 7511-98), карбофуран (ГСО 7710-99), карбарил (ГСО 7709-99), симазин (ГСО 7719-99), диурон (ГСО 7703-99), хлорпирифос (ГСО 7418-99), имидаклоприд (СОП 28-06, НПК «Блок-1»), β-цифлутрин (СОП 29-05), хлорбромурон (СОП 24-05), имазалил (СОП 40-06), феноксикарб (СОП 22-05), луфенурон (СОП 61-06), тербутилазин (СОП 20-05), метоксурон (СОП 16-05), ацетамиприд (СОП 29-05), прохлораз (ГСО 7720-99), хлоридазон (IPO 113), перметрин (ГСО 7715-99), про-

пазин (ГСО 7716-99), хлортолурун (ГСО 7731-99), флуометурон (ГСО 7727-99), пенконазол (ГСО 7664-99), эсфенвалерат (ГСО 7739-99), α -циперметрин (ГСО 7735-99), эпоксиконазол (ГСО 8630-2004), диниконазол (ГСО 7654-99), клопиралид (СОП 56-06), бифентрин (СОП 95-08), винклозалин (СОП 95-05), флувалинат (СОП 43-06), тритиконазол (СОП 67-06). Стандартные растворы с концентрацией 10 мг/л готовили в ацетонитриле. Использовали ацетонитрил для хроматографии («Merck», Германия), сульфат магния («х.ч.»), хлорид натрия («х.ч.»), натрий лимоннокислый тризамещенный двойной гидрат («х.ч.»), натрий лимоннокислый двузамещенный полуторный гидрат («х.ч.»), сорбент «Bondesil-PSA» («Varian», США).

Пробоподготовка овощей и фруктов

Пробоподготовку осуществляли по методу «QuEChERS» [20]. Исследуемые овощи и фрукты измельчали с помощью миксера. В центрифужную пробирку вместимостью 50 мл вносили навеску измельченного образца массой 10,0 г, добавляли 10 мл ацетонитрила, закрывали пробирку и энергично взбалтывали в течение одной минуты. Затем вносили следующие соли: 4,0 г безводного сульфата магния, 1,0 г хлорида натрия, 1,0 г натрия лимоннокислого тризамещенного двойного гидрата и 0,5 г натрия лимоннокислого двузамещенного полуторного гидрата. Затем смесь взбалтывали в течение одной минуты (во избежание образования комков) и центрифугировали в течение 5 мин при 3000 об/мин, отбирали 4 мл верхней части экстракта и переносили в центрифужную пробирку (15 мл), которая содержала смесь сорбента Bondesil-PSA (0,5 г) и сульфата магния (0,5 г). Пробирку энергично встряхивали в течение 30 с и центрифугировали в течение 5 мин при 3000 об/мин, затем отбирали экстракт и хроматографировали.

Результаты и их обсуждение

Колонка

Для проведения анализа выбрана колонка «XTerra® RP₁₈» фирмы «Waters», объединяющая лучшие свойства как силикагелевых, так и полимерных колонок: механическую суперпрочность и высокую эффективность. Оптимальная скорость потока элюента для колонки «XTerra® RP₁₈» (150×3,9 мм) составляет 1,2 мл/мин.

Оптимальная температура термостата колонки

Для выбора оптимальной температуры термостата колонки проведен анализ стандартного раствора

смеси пестицидов при следующих значениях температуры: 30, 35 и 40°C. Лучший результат получен при температуре колонки 30°C: пики узкие, симметричные (по сравнению с пиками, полученными при более высоких температурах). Кроме того, при 30°C компоненты смеси разделяются лучше.

Детектируемая длина волны

Исследуемые пестициды поглощают свет в УФ-области спектра. Каждому пестициду соответствует определенная длина волны, детектирование на которой наиболее чувствительно. Для проведения анализа выбрана средняя длина волны (220 нм), при которой обеспечивается приемлемая чувствительность для каждого компонента смеси.

Режим элюирования

В зависимости от строения и полярности пестициды в разной степени удерживаются на гидрофобизированных силикагелях. Для элюирования неполярных веществ подвижная фаза должна обладать достаточно большой элюирующей силой и, следовательно, содержание сильно полярного органического растворителя (ацетонитрила) должно быть также достаточно высоким. Полярные соединения элюируются уже при небольшом содержании ацетонитрила (20–30%) в подвижной фазе, более гидрофобные – при большем содержании ацетонитрила (до 80%), поэтому для разделения смесей использовали градиентный режим элюирования. В данных условиях порядок выхода пестицидов из колонки следующий (по классам соединений): неоникотиноиды, карбаматы, производные имидазола, производные мочевины, сим-триазины, триазолы, фосфорорганические соединения, пиретроиды (рис. 1). При совместном присутствии в пробе не разделяются пиретроиды. Однако вероятность одновременного присутствия нескольких пиретроидов в одной пробе мала, так как чаще всего этот класс инсектицидов комбинируют с неоникотиноидами и фосфорорганическими пестицидами. На хроматограммах всех пиретроидов присутствует несколько пиков. Это связано с тем, что в состав препарата входят несколько оптических изомеров с преобладанием наиболее активного. Не разделяются следующие смеси: атразин, карбарил и хлортолурун (пик 9); тербутилазин и тритиконазол (пик 14); хлорбромурон и триадимефон (пик 16); прохлораз и диниконазол (пик 21), дифлубензурон и феноксикарб (пик 22). В литературе нет данных о возможности совместного применения этих пестицидов, и вероятность их одновременного присутствия в пробе мала. Для некоторых пар нераз-

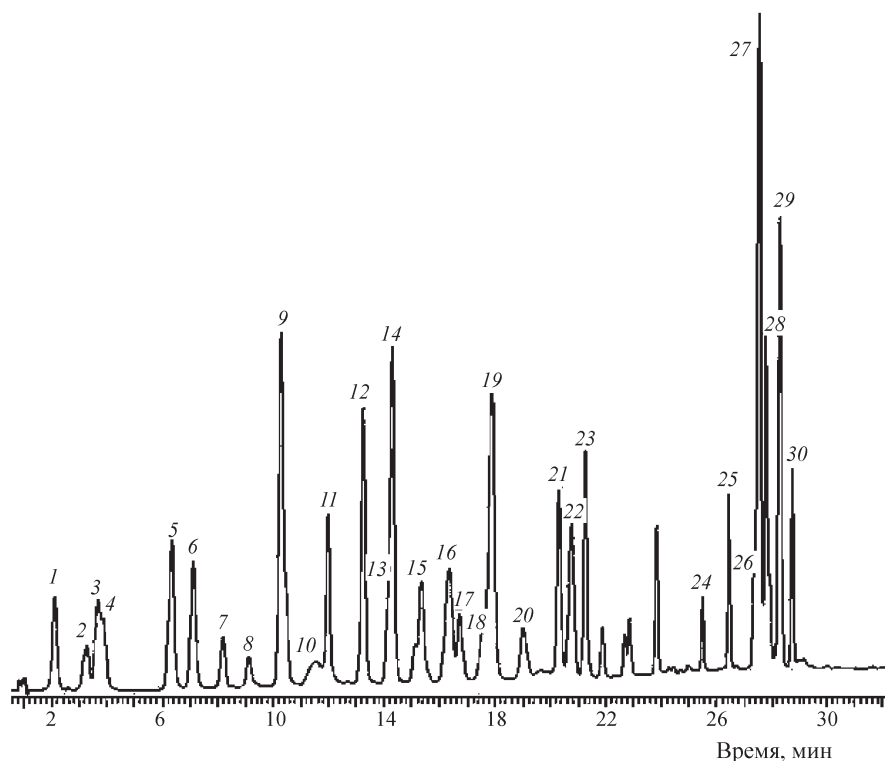


Рис. 1. Хроматограмма смеси пестицидов (по 10 мг/л) неоникотиноидов, *сим*-триазинов, производных мочевины, производных имидазола, триазолов, карбаматов, фосфорорганических соединений и пиретроидов: 1 – тиаметоксам; 2 – имидаклоприд; 3 – хлоридазон; 4 – ацетамиприд; 5 – метоксурон; 6 – симазин; 7 – карбофуран; 8 – флуометурон; 9 – атразин + карбарил + хлортолурон; 10 – имазалил; 11 – диурон; 12 – пропазин; 13 – ципроконазол; 14 – тербутилазин + тритриконазол; 15 – линурон; 16 – хлорбромурон + триадимефон; 17 – эпоксикиназол; 18 – пенконазол; 19 – тебуконазол; 20 – пропиконазол; 21 – прохлораз + диниконазол; 22 – дифлубензурон + феноксикарб; 23 – винклозалин; 24 – хлорпирифос; 25 – луфенурон; 26 – β -цифлутрин; 27 – циперметрин + α -циперметрин + β -циперметрин + λ -цигалотрин + эсфенвалерат; 28 – дельтаметрин + карбосульфат; 29 – перметрин + флувалинат + клопиралид; 30 – бифентрин.

делившихся пестицидов можно увеличить селективность, меняя температуру термостата колонки (например, для карбарила и атразина при 30°C $t_R = 10,3$ мин, а при 40°C – 9,40 и 9,75 мин соответственно), но при этом хуже разделяются остальные аналиты.

Определение комбинированных пестицидов в воде, овощах и фруктах

В данной работе исследовали возможность определения комбинированных пестицидов, часто используемых в настоящее время в сельском хозяйстве (табл. 1). Указанные пестициды имеют хорошие параметры селективности и разрешения при разделении их на колонке «*XTerra*[®] *RP*₁₈». Предел обнаружения пестицидов (соотношение сигнал/шум = 3) варьировал от 0,001 до 0,01 мг/л, а диапазон определяемых содержаний – от 0,005 (0,01) до 10 мг/л (табл. 2). Как видно из табл. 1, 2, время удерживания пестицидов при их определении как в смеси, так и по отдельности может меняться, поэтому при анализе реальных объектов при возникновении трудностей в иденти-

фикации пиков следует использовать метод добавок. Чувствительность определения пестицидов в воде по разработанной методике позволяет определять пестициды без пробоподготовки и концентрирования. В исследуемых пробах минеральной воды опасных загрязнителей не обнаружено. В образце водопроводной воды обнаружены атразин и тиаметоксам (рис. 2, 3). Содержание пестицидов в этих пробах не превышает предельно допустимую концентрацию (ПДК), которая для тиаметоксама в воде санитарно-бытового назначения составляет 0,1 мг/л, а для атразина – 0,5 мг/л. В пробе грунтовой воды содержание тиаметоксама превышает ПДК в 2,5 раза (табл. 3).

Проанализировано 25 видов сельскохозяйственных продуктов. Пробоподготовку (извлечение и очистку экстракта) проводили по методу QuEChERS. Степень извлечения пестицидов составила 73–89%. Остатки пестицидов (хлорпирифос, тиаметоксам, имидаклоприд, имазалил и феноксикарб) обнаружены в следующих продуктах: бананы, капуста, апельсины, лимоны, виноград, картофель,

Т а б л и ц а 1

Комбинированные пестициды и время удерживания действующих веществ

Название	Действующие вещества	Время удерживания, мин
Эфория	λ-цигалотрин	27,32
	тиаметоксам	1,78
Борей	λ-цигалотрин	27,28
	имидаклоприд	2,84
Чинук	β-цифлутрин	27,20; 28,98
	имидаклоприд	2,76
Супер ФАС	β-циперметрин	27,63
	тиаметоксам	1,78
Нурелл Д	циперметрин	27,63
	хлорпирифос	25,60
Протразин	атразин	10,16
	прометрин	15,77
Кампарол	симазин	7,14
	прометрин	15,85
Дозамикс	симазин	6,81
	метоксурон	5,96
Доспех 3	тебуконазол	17,46
	имазалил	8,41
Суми-8 универсал	диниконазол	20,21
	имазалил	8,46
Альто	ципроконазол	14,06
	пропиконазол	18,86
Титул дуо	тебуконазол	17,29
	пропиконазол	18,78
Фоликур ВТ	тебуконазол	17,24
	триадимефон	15,84
Люфокс	луфенурон	26,44
	феноксикарб	20,46
Производные мочевины и сим-триазины	линурон	15,27
	атразин	10,15
Производные мочевины и сим-триазины	линурон	15,21
	прометрин	15,73
Производные мочевины и сим-триазины	диурон	11,91
	симазин	7,08
Производные мочевины	линурон	15,02
	хлорбромурон	14,03
Неоникотиноиды и производные мочевины	тиаметоксам	1,74
	имидаклоприд	2,66
	ацетамиприд	3,17
	дифлубензурон	20,28

Продолжение табл. 1

Название	Действующие вещества	Время удерживания, мин
Неоникотиноиды и производные мочевины	тиаметоксам	2,03
	имidakлоприд	3,10
	ацетамиприд	3,69
	луфенурон	26,42
Неоникотиноиды и карбаматы	тиаметоксам	1,65
	имidakлоприд	2,55
	ацетамиприд	3,03
	феноксикарб	20,40

Таблица 2

Метрологические характеристики методики определения пестицидов

Пестицид	Время удерживания, мин	Предел обнаружения, мг/л, мг/кг	Диапазон значений определяемого содержания, мг/л	Уравнение градуировочного графика	Коэффициент корреляции
Тиаметоксам	2,09	0,005	0,05–10	$y = 37114,30x$	0,9990
Имidakлоприд	3,11	0,01	0,05–10	$y = 33754,21x$	0,9995
Ацетамиприд	3,46	0,005	0,05–10	$y = 51668,82x - 601,88$	0,9999
Метоксурон	5,52	0,005	0,05–10	$y = 83,41x$	0,9993
Симазин	6,58	0,001	0,005–10	$y = 54676,45x$	0,9988
Карбофуран	7,54	0,005	0,1–10	$y = 26885,67x$	0,9997
Карбарил	9,88	0,001	0,005–10	$y = 225220,39x$	0,9999
Атразин	10,05	0,001	0,005–10	$y = 90784,73x$	0,9989
Диурон	11,78	0,005	0,05–10	$y = 38884,56x$	0,9972
Имазалил	12,26	0,01	0,1–10	$y = 20527,48x$	0,9970
Ципроконазол	13,87	0,005	0,05–10	$y = 78095,76x$	0,9970
Тербутилазин	14,24	0,001	0,005–10	$y = 10860426x$	0,9990
Тербутрин	15,01	0,01	0,05–10	$y = 44733,66x$	0,9990
Линурон	15,66	0,01	0,05–10	$y = 122655,57x$	0,9992
Триадимефон	15,83	0,005	0,05–10	$y = 106734,45x$	0,9987
Прометрин	16,19	0,01	0,05–10	$y = 45717,59x$	0,9993
Хлорбромурон	16,61	0,005	0,05–10	$y = 93713,75x$	0,9996
Тебуконазол	17,37	0,01	0,05–10	$y = 23367,87x$	0,9999
Пропиконазол	19,01	0,005	0,05–10	$y = 37260,26x$	0,9999
Феноксикарб	20,26	0,001	0,005–10	$y = 51087,21x$	0,9999
Хлорпирифос	25,34	0,005	0,05–10	$y = 19225,10x$	0,9990
Луфенурон	26,34	0,005	0,05–10	$y = 53274,62x$	0,9989
β -Цифлутрин	27,37	0,001	0,005–10	$y = 46743,68x$	0,9996
Циперметрин	27,64	0,001	0,005–10	$y = 51355,86x$	0,9999
λ -Цигалотрин	27,66	0,001	0,005–10	$y = 52788,13x$	0,9999

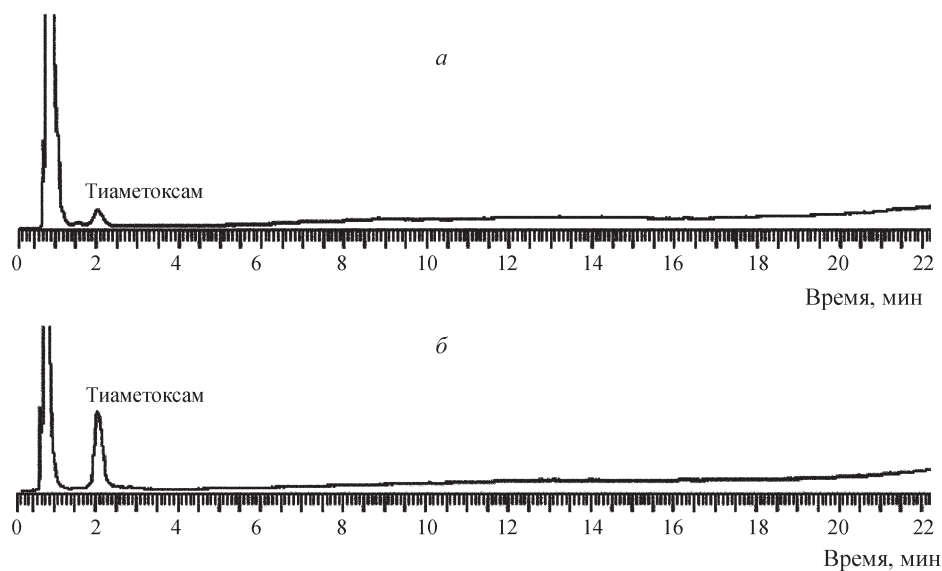


Рис. 2. Хроматограмма образца грунтовой воды без добавки (а) и с добавкой (б) тиаметоксама

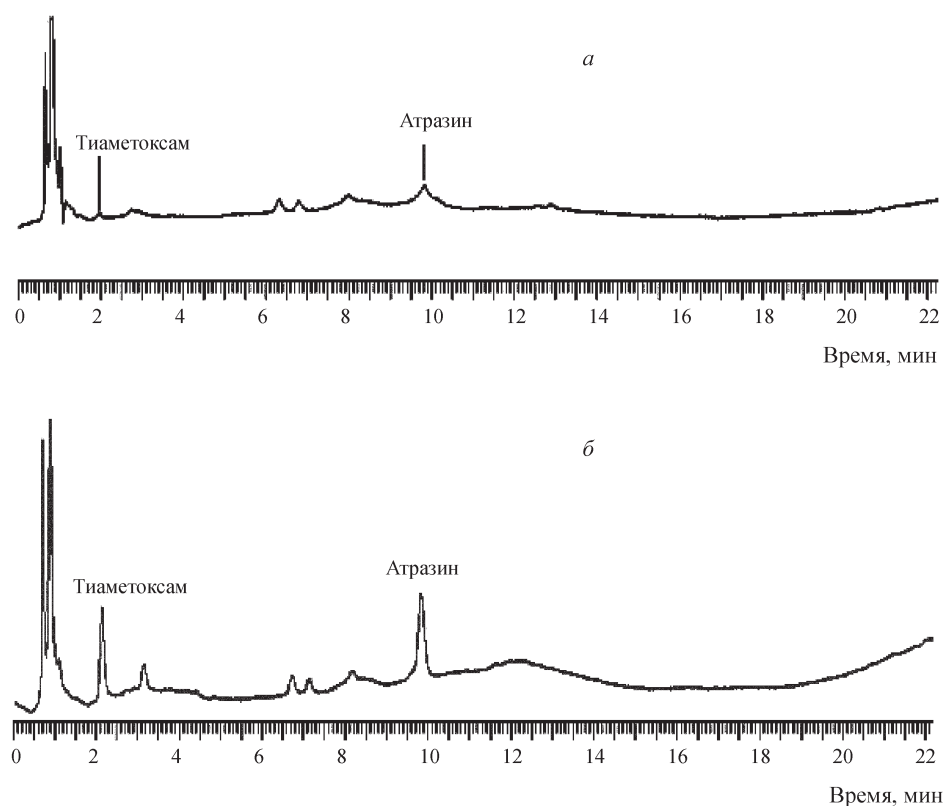


Рис. 3. Хроматограмма образца водопроводной воды без добавки (а) и с добавкой (б) тиаметоксама и атразина

персики, перец, клубника, томаты, мандарины, свекла, кабачки (табл. 4, рис. 3, 4). В загрязненных пестицидами овощах установлено превышение минимально допустимого уровня для тиаметоксама в 5–10 раз. Содержание имидаклоприда в продуктах не превышает МДУ (0,5–1,0 мг/кг), за исключени-

ем капусты. Не обнаружено рассматриваемых пестицидов в авокадо, киви, грушах, сливах, тыкве, яблоках, огурцах, салате, луке, моркови, вишне, кумквате. Продолжительность анализа составляет 0,5–1,0 ч, относительное стандартное отклонение результатов анализа не превышает 0,05.

Таблица 3

Результаты определения пестицидов в воде ($n=3, P=0,95$)

Проба	Обнаруженный пестицид	Найдено, мг/л	Введено, мг/л	Найдено, мг/л	$s_r, \%$
Водопроводная вода	тиаметоксам	$0,09 \pm 0,04$	1,00	$0,94 \pm 0,08$	3,5
	атразин	$0,56 \pm 0,04$	1,00	$1,47 \pm 0,08$	2,3
Грунтовая вода (дер. Бородино Камешковского р-на)	тиаметоксам	$2,5 \pm 0,2$	5,00	$7,6 \pm 0,4$	2,4

Таблица 4

Результаты определения пестицидов в овощах и фруктах ($n=3, P=0,95$)

Проба	Обнаруженный пестицид	Найдено, мг/кг	Введено, мг/кг	Найдено, мг/кг	$s_r, \%$	Степень извлечения, %
Банан	хлорпирифос	$0,9 \pm 0,1$	10,0	$8,8 \pm 0,8$	3,68	78 ± 7
	имазалил	$2,0 \pm 0,1$	10,0	$9,1 \pm 0,4$	1,90	73 ± 4
Капуста	имидаклоприд	$5,7 \pm 0,1$	5,0	$9,6 \pm 0,4$	1,64	78 ± 4
	феноксикарб	$0,20 \pm 0,05$	10,0	$9,1 \pm 0,7$	3,23	89 ± 7
	хлорпирифос	$0,9 \pm 0,1$	10,0	$8,8 \pm 0,4$	1,65	78 ± 3
Апельсин	тиаметоксам	$4,3 \pm 0,1$	10,0	12 ± 1	3,33	85 ± 7
	хлорпирифос	$0,6 \pm 0,1$	10,0	$9,4 \pm 0,9$	3,83	88 ± 8
Лимон	имидаклоприд	$1,50 \pm 0,05$	10,0	$9,8 \pm 0,4$	1,61	83 ± 3
Виноград	феноксикарб	$0,8 \pm 0,1$	10,0	$9,6 \pm 0,3$	1,07	88 ± 2
Картофель	имидаклоприд	$0,20 \pm 0,05$	10,0	$8,7 \pm 0,6$	3,04	85 ± 6
	хлорпирифос	$0,10 \pm 0,01$	10,0	$9,2 \pm 0,4$	1,67	88 ± 4
Персик	тиаметоксам	$3,7 \pm 0,1$	10,0	12 ± 1	3,28	82 ± 7
	ацетамиприд	$0,7 \pm 0,1$	10,0	$8,1 \pm 0,6$	3,17	74 ± 6
Перец	хлорпирифос	$0,10 \pm 0,01$	10,0	$8,2 \pm 0,6$	3,12	86 ± 6
Клубника	тиаметоксам	$4,7 \pm 0,1$	5,0	$8,9 \pm 0,3$	1,58	83 ± 4
	хлорпирифос	$0,8 \pm 0,1$	10,0	$8,6 \pm 0,2$	1,16	78 ± 2
	ацетамиприд	$0,9 \pm 0,1$	10,0	$8,3 \pm 0,6$	2,64	77 ± 6
Томат	хлорпирифос	$0,10 \pm 0,01$	10,0	$7,6 \pm 0,4$	2,00	75 ± 4
	имидаклоприд	$0,20 \pm 0,05$	10,0	$8,1 \pm 0,3$	2,43	79 ± 5
Мандарин	имазалил	$1,9 \pm 0,1$	10,0	9 ± 1	4,98	73 ± 9
	тиаметоксам	$5,1 \pm 0,1$	5,0	10 ± 1	4,14	87 ± 10
Свекла	имидаклоприд	$0,7 \pm 0,1$	10,0	$8,8 \pm 0,5$	1,47	81 ± 2
	хлорпирифос	$0,3 \pm 0,1$	10,0	$8,2 \pm 0,6$	3,05	79 ± 6
Кабачок	имидаклоприд	$0,8 \pm 0,1$	10,0	$9,2 \pm 0,5$	2,10	84 ± 4

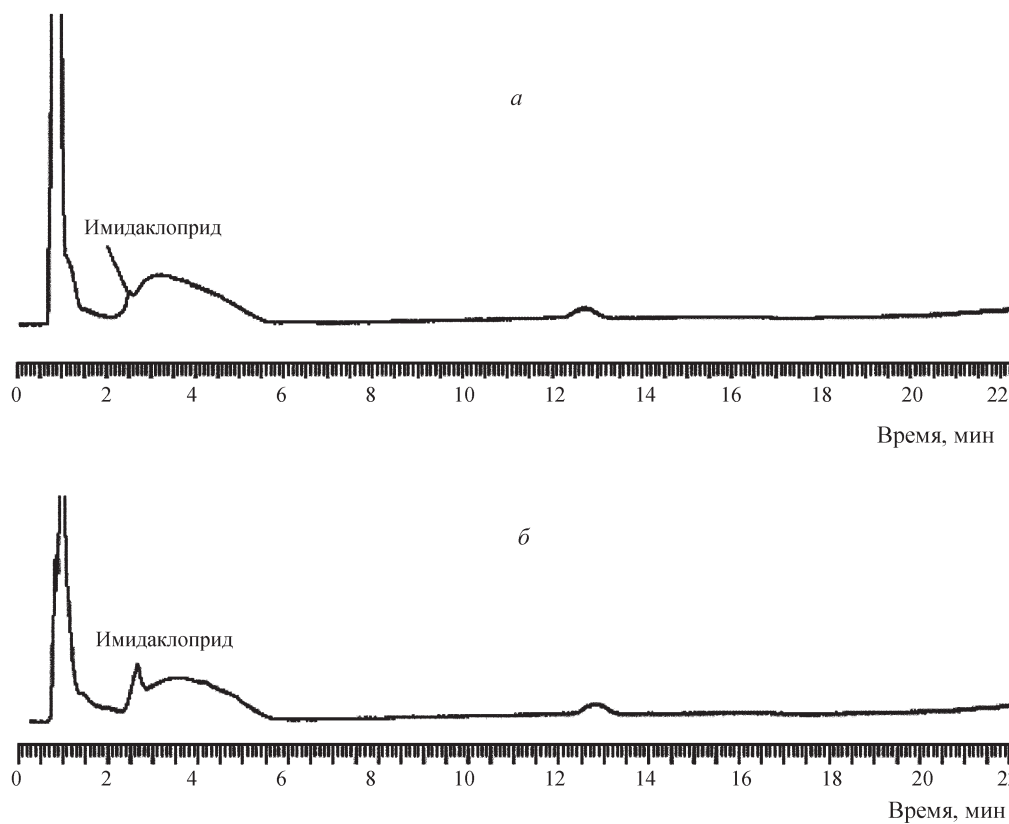


Рис. 4. Хроматограмма экстракта из кабачка без добавки (а) и с добавкой (б) имидаклоприда

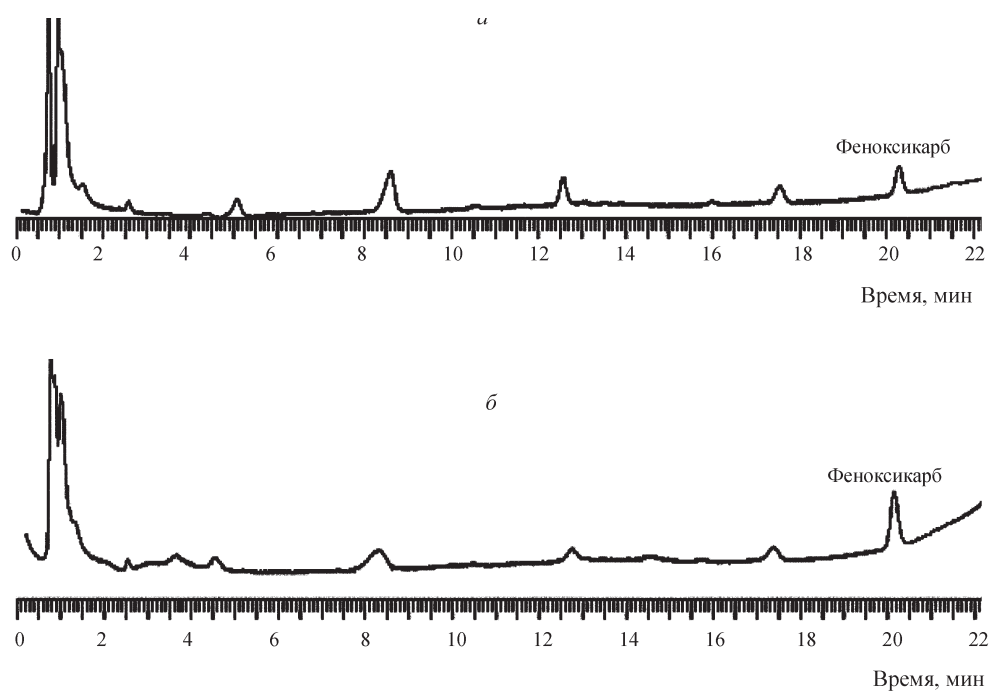


Рис. 5. Хроматограмма экстракта из винограда без добавки (а) и с добавкой (б) феноксикарба

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Мельников Н.Н., Новожиллов П.К., Белан С.Р., Пылова Т.Н. Справочник по пестицидам. М., 1985.
2. Мельников Н.Н. Пестициды. Химия, технология и применение. М., 1987.
3. Navalon A., Gonzalez-Casado A., El-Khattabi R., Vilchez J.L. // *Analyst*. 1997. **122**. P. 579.
4. Петрова Т.М., Смирнова И.М., Волгарев С.А // *Агрохимия*. 2006. № 4. С. 84.
5. Баринаева Е.С., Бродский Е.С., Коверзанова Е.В., Усачев С.В. // *Журн. аналит. химии*. 1995. **50**. № 3. С. 323.
6. Коверзанова Е.В., Баринаева Е.С., Бродский Е.С. // *Журн. аналит. химии*. 1996. **51**. № 4. С. 431.
7. Guand-Guo Y., Rai S. K. // *J. Environ. Sci. Health. B*. 2004. **39**. P. 737.
8. Мандич А.И., Лазич С.Д., Окреш Ш.Н., Гаал Ф.Ф. // *Журн. аналит. химии*. 2005. **60**. № 12. С. 1273.
9. Rancan M., Sabatini A.G., Achilli G., Galletti G.C. // *Anal. Chim. Acta*. 2006. **555**. P. 20.
10. Navalon A., El-Khattabi R., Gonzalez-Casado A. // *Microchim. Acta*. 1999. **130**. P. 261.
11. Wanatabe S., Ito S., Kamata Y., Omoda N., Yamazaki T., Munakata H., Kaneko T., Yuasa Y. // *Anal. Chim. Acta*. 2001. **427**. P. 211.
12. Eiki W., Heesoo E., Koji B., Tomohito A., Yasuo I., Shozo E., Masako U. // *Anal. Chim. Acta*. 2004. **521**. P. 45.
13. Segura Carretero A., Cruces-Blanco C., Perez Duran S., Fernandez Gutierrez A. // *J. Chromatogr. A*. 2003. **1003**. P.189.
14. Dinelli G., Bonetti A., Catizone P., Galletti G.C. // *J. Chromatogr. B*. 1994. **656**. P. 275.
15. Hinsman P., Arce L., Rios A., Valcarcel M. // *J. Chromatography A*. 2000. **866**. P. 137.
16. Bolygo E., Atreya N.C. // *Fresenius J. Anal. Chem*. 1991. **339**. P. 423.
17. Ibrahim W., Aini W., Monjurul Alam S.M., Sulaiman Azli. // *J. Teknologi*. 2003. **38**(C). P. 51.
18. Niewiadowska A., Kiljanek T., Semeniuk S., Zmudzki J. // *Bull. Vet. Inst. Pulawy*. 2010. **54**. P. 595.
19. You J., Weston D.P., Lydy M. J. // *Arch. Environ. Contam. Toxicol*. 2004. **47**. P. 141.
20. Anastasiades M., Stajnbaher D., Schenck F.J. // *J. AOAC Int*. 2003. **86**. № 2. P. 412.

Поступила в редакцию 25.05.12

DETERMINATION OF POLAR PESTICIDES IN WATER, VEGETABLES AND FRUITS BY HPLC METHOD

V.G. Amelin, D.K. Lavruhin, A.V. Tretiyakov, A.A. Efremova

(Vladimir state university; Federal center for animal health)

Methods for the determination of 25 combined pesticides operating substances (neonicotinoids, imidazole derivatives, urea derivatives, sim-triazines, triazoles, carbamates, phosphororganic compounds, piretroids) in water, vegetables and fruits have been developed. The range of concentrations is 0,005–10 mg/l (mg/kg) by HPLC with diode matrix detection in 220 nm. The determination of pesticides in water has been carried out devoid of the sample preparation and concentrating. Sample preparation in analysis of vegetables and fruits (pesticides extraction and extract purification) was held on QuEChERS method. The duration of the analysis is 0,5–1,0 hour, the relative standard deviation of results does not exceed 0,05.

Key words: HPLC, combined pesticides, QuEChERS method, surface and ground water, vegetables, fruits.

Сведения об авторах: Амелин Василий Григорьевич – профессор кафедры химии Владимирского государственного университета им. Н.Г. и А.Г. Столетовых, докт. хим. наук (amelinvg@mail.ru); Лаврухин Дмитрий Константинович – аспирант кафедры химии Владимирского государственного университета им. Н.Г. и А.Г. Столетовых; Третьяков Алексей Викторович – зав. лабораторией Федерального центра охраны здоровья животных, канд. хим. наук; Ефремова Анна Андреевна – аспирант кафедры химии Владимирского государственного университета им. Н.Г. и А.Г. Столетовых.