

Хроматографическое определение метаболитов пестицидов с использованием реакции азосочетания

Мага И.М.

*Ужгородская пограничная государственная контрольно-токсикологическая лаборатория, 88000, г. Ужгород, ул. Станционная, 56,
e-mail: updktl@mail.uzhgorod.ua*

Анализ литературы показывает, что в результате деструкции пестицидов образуются хлорамины, одноатомные фенолы, замещённые индолы и другие. Непосредственное определение этих соединений имеет ряд проблем.

В работе предлагается использовать ряд реакций дериватизации для улучшения метрологии анализа метаболитов. В качестве реагента использовали п-нитродиазофенил. При взаимодействии реагента с первичными аминами образуются триазены, с индолом и его производными реакция азосочетания проходит в положении 1 с образованием азосоединений. С фенолами и их производными также образуются азосоединения, причем присоединение проходит преимущественно в пара-положение к ОН-группе.

Исследования показывают, что если изменение концентрации водородных ионов в широком интервале (рН 6,5 ÷ 8,8) в незначительной степени влияет на выход азосоединений аминов, то природа органического растворителя производит значительное влияние на соотношение между п-аминофенилазосоединением, триазеном и продуктом его передиазотирования. Так в среде апротонных (ацетонитрил, диметилформамид) растворителей, равновесие сдвигается в сторону формы продукта передиазотирования триазена. В среде протонных растворителей (формамид, спирты) доминируют триазены аминов, а также незначительное количество п-аниминофенилазосоединения и продукты передиазотирования триазенов. Соотношение между последними зависит как от электродонорных свойств заместителя R в азосоставляющей, так и от положения R (в случае пара-замещённых аминов, п-аминофенилазосоединение и продукт передиазотирования триазенов отсутствуют). Исследована кинетика выхода продукта передиазотирования триазенов в присутствии избытка 4-нитрофенилдиазоний катиона; установлено, что наибольшая стабилизация триазена имеет место в случае этанола, а наименьшая в ацетонитриле. Эти результаты коррелируют с величинами акцепторных чисел по Гутману (этанол 37,1; ацетонитрил 18,9). Максимальная стабилизация триазена и минимальный выход продукта его взаимодействия с 4-нитрофенилдиазонием имеют место в случае формамида, что обусловлено высокими акцепторными свойствами растворителя, а также способностью поляризовать молекулу амина. Введение в фенильный радикал донорного заместителя стабилизирует систему. Однако наличие заместителя в о-положении резко ухудшает такую стабилизацию. Мешающее влияние сопутствующих компонентов устраняется на стадии подготовки проб образца к анализу.

Аналитические исследования проводили с помощью ВЭЖХ со спектрофотометрическим детектором в режиме изократического элюирования.

На основании полученных данных разработана методика определения некоторых метаболитов пестицидов в сточных водах и почвах.