

Определение глифосата в меде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

© Буркин*⁺ Константин Евгеньевич, Жилкин Михаил Евгеньевич,
Лихачева Алена Юрьевна, Балымова Мария Викторовна,
Рахметова Эльвира Равелевна, Мухамметшина Айгуль Габделнуровна
и Фицев Игорь Михайлович

Федеральный центр токсикологической, радиационной и биологической безопасности,
ул. Научный городок-2. г. Казань. 420075. Республика Татарстан. Россия.

E-mail: konstantinburkin@yandex.ru

*Ведущий направление; ⁺Поддерживающий переписку

Ключевые слова: глифосат, гербицид, мед, пробоподготовка, экстракция, дериватизация, 9-флуоренилметилоксикарбонилхлорид, высокоэффективная жидкостная хроматография, флуоресцентный детектор.

Аннотация

В статье представлены результаты разработанной высокочувствительной и легко реализуемой методики проведения пробоподготовки и определения содержания остаточных количеств глифосата – одного из наиболее широко используемых неселективных гербицидов системного действия для уничтожения сорной растительности, в образцах цветочного меда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с флуоресцентным детектором (ФД) в рамках обеспечения безопасности продукции пчеловодства.

Стадии ВЭЖХ с ФД предшествовала пробоподготовка, включавшая в себя следующие этапы: экстракция глифосата из искусственно контаминированного образца меда смесью вода/метанол (1:1) с последующим добавлением в полученный раствор четырехкратного избытка ацетонитрила для отделения сложной многокомпонентной матрицы меда посредством центрифугирования; фильтрование надосадочной жидкости и упаривание фильтрата на ротационном испарителе; растворение полученного остатка в боратном буферном растворе (рН 8.5-9.5); предколоночная дериватизация глифосата в щелочной среде ацетонитрильным раствором 9-флуоренилметилоксикарбонилхлорида в течение 30 минут с получением флуоресцентного деривата гербицида; добавление по окончании процесса дериватизации в реакционную смесь муравьиной кислоты с целью перехода от щелочных условий к кислым и стабилизации флуоресцентного производного глифосата; добавление дихлорметана для удаления не вступившего в реакцию избытка дериватирующего агента.

Последующий хроматографический анализ флуоресцентного производного глифосата осуществлялся на обращеннофазной насадочной колонке «Luna 100 C18-2,5 μ », характеризующейся универсальностью и стабильностью работы в интервале значений рН от 1.5 до 11.0, в изократическом режиме элюирования подвижной фазы состава ацетонитрил/водный буферный раствор фосфорнокислого калия со значением рН, равным 4.5-5.5 (30:70).

Разработанная методика была успешно апробирована на реальных образцах цветочного меда.