

## НОВАЯ МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ БУТЕНОЛИДНОГО ИНСЕКТИЦИДА ФЛУПИРАДИФУРОНА В ПОЧВЕ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С УФ-ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ

*А. А. Кузовкова\**, *Л. С. Ивашкевич*

Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены»,  
г. Минск, Республика Беларусь, \*e-mail: annalenets.kuzovkova@gmail.com

Поступила в редакцию 20.04.2017 г.

Разработана новая методика определения концентрации флупирадифурона в почве на основе высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектированием. В качестве стационарной фазы использована колонка Eclipse XDB-C18 (150 × 4,6 мм, зернение 5 мкм, температура термостата колонки 30°C). Мобильной фазой выступала смесь раствора А (метанол : 10 мМ водный раствор формиата аммония : муравьиная кислота = 100 : 900 : 0,12 (по объему)) и раствора Б (метанол : 10 мМ водный раствор формиата аммония : муравьиная кислота = 900 : 100 : 0,12 (по объему)). Использован градиентный режим элюирования при скорости потока 0,5 см<sup>3</sup>/мин. Идентификация вещества проводится по времени удерживания при длине волны 260 нм, а количественное определение – методом абсолютной калибровки. Экстракция флупирадифурона из почвы осуществляется деионизованной водой под действием ультразвука. Экстракт анализируется без дополнительной очистки. Открываемость флупирадифурона в почве составила 53,7% для диапазона концентраций 0,5–5 мг/кг. Предел количественного обнаружения находится на уровне 0,5 мг/кг.

*Ключевые слова:* флупирадифурон, почва, высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ), УФ-детектирование.

### ВВЕДЕНИЕ

В 2014 году под торговым названием «SIVANTO<sup>TM</sup>» на мировой рынок вышел новый инсектицид флупирадифурон (4-((6-хлоро-3-пиридилметил)(2,2-дифторэтил)амино)фуран-2(5H)-он), разработанный и синтезированный компанией «Bayer CropScience AG» (ФРГ) [1–3]. В 2015 году он получил регистрацию в США, Канаде, Мексике, Австралии, с 2016 года начата регистрация «SIVANTO<sup>TM</sup>» в европейских странах. Инсектицид флупирадифурон является членом нового класса бутенолидных инсектицидов. Бутенолидная последовательность, характерная для флупирадифурона, присутствует и у растительного алкалоида стемофолина, выделенного из растения *Stemona japonica*. Давно известны инсектицидные свойства стемофолина, однако только исследователи «Bayer CropScience» выяснили, что инсектицидность алкалоиду обеспечивает именно бутенолидная последовательность. Немецкие ученые скомбинировали данную последовательность с двумя химическими последовательностями для

повышения эффективности и селективности активного компонента: в дополнение к природной последовательности было присоединено хлорированное пиридиновое кольцо, которое, как было ранее установлено, эффективно против инсектицидов, а также новый активный ингредиент – короткая флуориновая углеродная цепь. В итоге был создан пестицид с отличным экологическим профилем – высокой селективностью по отношению к насекомым-вредителям, даже устойчивым к другим коммерческим инсектицидам (в частности, к таким сосущим насекомым, как белокрылка и тля), и толерантностью к большинству полезных насекомых (например, пчелам). К тому же данный инсектицид может использоваться во время цветения растений [1, 2, 4]. Пестицид разрешен к применению на большинстве зерновых, овощных и плодовых культур, орехах (кроме миндаля) и ягодниках [3].

Флупирадифурон – новый пестицид, и к настоящему времени его экотоксичность и вред здоровью человека определены лишь частично. Согласно базе данных Международного союза теоретической и прикладной химии (International Union of Pure and Applied chemistry, IUPAC) [5], пестицид характеризуется умеренной токсичностью по отношению к млекопитающим, птицам, рыбам, водным беспозвоночным, дождевым червям и низкой – по отношению к пчелам (ЛД<sub>50</sub> составляет 122,8 мкг/особь в тесте на острую токсичность при контакте в течение 48 ч), водным растениям и водорослям. Что касается почвенных микроорганизмов, то флупирадифурон в концентрации 3,34 мг/кг почвы оказывает на них незначительное отрицательное действие. В почве пестицид деградирует с образованием 6-хлорникотиновой и дифторуксусной кислот. Пестицид не является канцерогеном, мутагеном, нейротоксином, эндокринным дизраптором и кожным раздражителем для человека. До конца не исследовано его действие на репродуктивную систему человека и развитие плода. Совсем нет данных о влиянии флупирадифурона на дыхательную систему и зрительный аппарат человека. В целом, для него порог токсикологической угрозы (Threshold of Toxicological Concern, класс Крамера) определен как высокий (класс III). Данный показатель используют для характеристики токсичности вещества при наличии малого количества данных. В классификаторы WHO, CLP 2013, EC Risk, EC Safety, US EPA флупирадифурон не внесен [5].

На территории Республики Беларусь до 2017 года инсектициды на основе флупирадифурона не регистрировались, поэтому не было утвержденных методик идентификации и количественного определения флупирадифурона в объектах окружающей среды. В целом, существуют только методы, предложенные компанией «Bayer CropScience AG» и основанные на ВЭЖХ с тандемной масс-спектрометрией (МС/МС) [6–9], что делает их дорогими и ограничивает их широкое применение в аналитических лабораториях. Целью наших исследований стала разработка методики идентификации и количественного определения в почве флупирадифурона. Контроль за

содержанием инсектицида в почве приведет к минимизации его влияния на здоровье населения и окружающую среду.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

#### *Физико-химическая характеристика флупирадифурана*

Название согласно IUPAC:

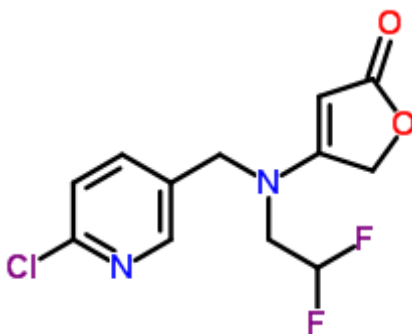
4-(((6-chloro-3-pyridylmethyl)(2,2-difluoroethyl)amino)furan-2(5H)-one (рис.1) [5].

Название согласно Chemical Abstracts Service (CAS):

4-(((6-chloro-3-pyridinyl)methyl)(2,2-difluoroethyl)amino)-2(5H)-furanone [5].

Название согласно Preferred Identification Name (PIN):

4-([(6-chloropyridin-3-yl)methyl](2,2-difluoroethyl)amino)furan-2(5H)-one [5].



**Рис. 1.** Структурная формула флупирадифурана.

Химическая формула:  $C_{12}H_{11}ClF_2N_2O_2$

Молекулярная масса: 288,68 г/моль.

Физико-химические свойства [5]:

- белый порошок со слабым нехарактерным запахом при чистоте вещества от 99,4%;
- температура плавления — 69°C;
- точка разложения — 270°C;
- растворимость в органических растворителях при 20°C (г/дм<sup>3</sup>): метаноле — 250,0; н-гептане — 0,00005, этилацетате — 250,0; толуоле — 3,7;
- растворимость в воде при 20°C (г/дм<sup>3</sup>) — 3,2;
- максимум УФ-поглощения (л × моль<sup>-1</sup> × см<sup>-1</sup>) — рН 7.0 : 213 нм = 9615; 259 нм = 25800; рН 2.0: 214 нм = 9389, 259 нм = 26577; рН 10.0 : 213 нм = 9996; 259 нм = 25955;
- стабильность в водной среде на свету при рН 7, DT50 (дни) — 0,35;
- коэффициент распределения н-октанол/вода при 20°C, рН 7 ( $K_{ow} \log P$ ) — 1,2;
- деградация в почве в аэробных лабораторных условиях при 20°C, DT50 (дни) — 57,1;
- деградация в почве в аэробных полевых условиях, DT50 (дни) — 130.

#### *Оборудование, реактивы, условия проведения анализа*

Методику разрабатывали на жидкостном хроматографе Finnigan Surveyor (Thermo Scientific) с матричным фотодиодным детектором PDA Plus,

оснащенном хроматографической колонкой Eclipse XDB-C18 (Agilent) (длина 150 мм, внутренний диаметр 4,6 мм, зернение 5 мкм). Хроматограф управлялся программой ChromQuest 5.0. В качестве стандартного вещества использовали флупирадифулон с содержанием 99,4 % (Bayer CropScience AG). Концентрация основного стандартного раствора флупирадифулона в ацетонитриле HPLC grade (Fisher Scientific) составляла 100 мкг/см<sup>3</sup>. Раствор можно хранить при температуре 2–4°C в течение 7 месяцев [6]. Рабочий стандартный раствор флупирадифулона в деионизованной воде (1,0 мкг/см<sup>3</sup>) и градуировочные растворы флупирадифулона не хранили. Градуировку проводили только с использованием водных растворов флупирадифулона. По сведениям из [6] флупирадифулон в водном растворе стабилен лишь в течение 3 дней при –18°C.

Для деионизации воды использовали прибор Varhstead Easy Pure II (Thermo Scientific). Для приготовления вариантов мобильной фазы использовали метанол HPLC grade (Panreac), аммоний формиат, 99% (Acros organics), муравьиную кислоту, 85% (ЗАО «Вектон»), ацетат натрия, 99% (Acros organics), уксусную кислоту, ледяную (ЗАО «Вектон»). Для фильтрования и дегазации компонентов мобильной фазы применяли вакуумную фильтровальную установку DURAN, оснащенную нейлоновым мембранным фильтром диаметром 47 мм с диаметром пор 0,45 мкм (Agilent Technologies) и подключенную к вакуумному насосу Rocker 300. Для фильтрации экстрактов использовали шприц объемом 3 см<sup>3</sup> и целлюлозные мембранные фильтры для шприцев Econofilter 25/0,2 мкм (Agilent Technologies, США).

Значение открываемости флупирадифулона в почве устанавливали методом «введено-найденно». В модельных экспериментах использовали почвогрунт «Грунтович» (состав: биогумус, торф переходной, земля дерновая, земля листовая, мытый речной песок, древесные опилки, дренаж керамзитовый, микро- и макроэлементы), купленный в магазине.

Значение открываемости ( $R$ , %) в почве находили как отношение концентрации пестицида (мг/кг), экстрагируемой из почвы и обнаруженной с помощью разработанной методики, к концентрации пестицида, внесенной в почву, в пересчете на проценты.

Концентрацию флупирадифулона ( $X$ , мг/кг) рассчитывали, исходя из концентрации пестицида в хроматографируемом растворе, найденной по градуировочному графику, в пересчете на объем воды, используемый для экстракции (25 см<sup>3</sup>), и навеску пробы почвы, отобранной для анализа (0,005 кг).

Предел количественного определения (*limit of quantitative detection, LQD*) (мкг/см<sup>3</sup>) для водного стандарта пестицида был принят как равный его концентрации в минимальной точке градуировочного графика.

Диапазон определяемых концентраций (мг/кг) пестицида в почве рассчитывали, исходя из минимальной обнаруживаемой концентрации флупирадифулона и максимальной тестируемой концентрации.  $LQD$  флупирадифулона в почве (мг/кг) был принят как равный минимальной обнаруживаемой концентрации.

Статистический анализ результатов проводили, используя функции программы Microsoft Office Excel 2007 ( $p = 0.05$ ). Доверительный интервал ( $\Delta R_{cp}$ ) вычисляли по формуле, представленной в [10] для относительных методов, при  $n = 6$  и  $p = 0.05$ .

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Ученые из исследовательского центра компании «Bayer CropScience» в Монгейме-на-Рейне (Германия) разработали аналитический метод № 01074 для определения остатков флупирадифурана в почве на основе метода ВЭЖХ-МС/МС [8]. Хроматограф был оснащен колонкой Luna C18 Phenomenex (50×2 мм, зернение 2.5 мкм). Нами для разработки методики определения микроколичеств флупирадифурана в почве была выбрана колонка Eclipse XDB-C18 (Agilent) (150×4.6 мм, зернение 5 мкм), не уступающая по аналитическим характеристикам вышеуказанной колонке (как и в методе [8]), была использована обращенно-фазная хроматография, при которой в качестве неподвижной фазы выступала неполярная колонка, заполненная сорбентом на основе силикагеля с радикалом *n*-октадецилом (C18)). Температура термостата колонки в методе [8] была 60°C. В методике, предложенной нами, термостат колонки устанавливается на 30°C.

Определяя длину волны детектирования флупирадифурана, руководствовались вышепредставленными данными из [5], где указано, что максимум УФ-поглощения флупирадифурана при pH 2–10 находится на 259 нм. Используя возможности детектора PDA Plus, нами был получен спектр поглощения флупирадифурана в воде и установлено, что максимум УФ-поглощения флупирадифурана в воде находится на 260 нм. Данное значение и стало длиной волны детектирования флупирадифурана в нашей методике.

В методе [8] в качестве мобильной фазы использовали смесь растворов А (0,9 дм<sup>3</sup> воды, 0,1 дм<sup>3</sup> метанола, 0,12 см<sup>3</sup> муравьиной кислоты, 10 мМ формиата аммония) и Б (0,9 дм<sup>3</sup> метанола, 0,1 дм<sup>3</sup> воды, 0,12 см<sup>3</sup> муравьиной кислоты, 10 мМ формиата аммония). Режим элюирования флупирадифурана представлял собой 6-ти-ступенчатый градиент: 0,0 мин — 80% — раствор А, 20% — раствор Б; 2,0 мин — 40% — раствор А, 60% — раствор Б; 2,10 мин — 5% — раствор А, 95% — раствор Б; 4,0 мин — 5% — раствор А, 95% — раствор Б; 4,10 мин — 80% — раствор А, 20% — раствор Б; 7,5 мин — 80% — раствор А, 20% — раствор Б. Скорость потока мобильной фазы была 0,4 см<sup>3</sup>/мин. Время хроматографирования составляло 7,5 мин, время выхода флупирадифурана — около 2,0 мин.

В качестве мобильной фазы нами тестировались следующие варианты: 1) раствор А – метанол, раствор Б – 0.02 М Na-ацетатный буфер (pH 4.0) [11], 2) раствор А в соотношении «метанол : 10 мМ водный раствор формиата аммония : муравьиная кислота» = 100 : 900 : 0.12 (по объему), раствор Б в соотношении «метанол : 10 мМ водный раствор формиата аммония : муравьиная кислота» = 900 : 100 : 0.12 (по объему) [6, 8]; 3) раствор А – ацетонитрил, раствор Б – 0.02 М Na-ацетатный буфер (pH 4.0). В итоге, в качестве подвижной фазы была выбрана смесь метанола с NH<sub>4</sub>-формиатным буфером (вариант 2), поскольку

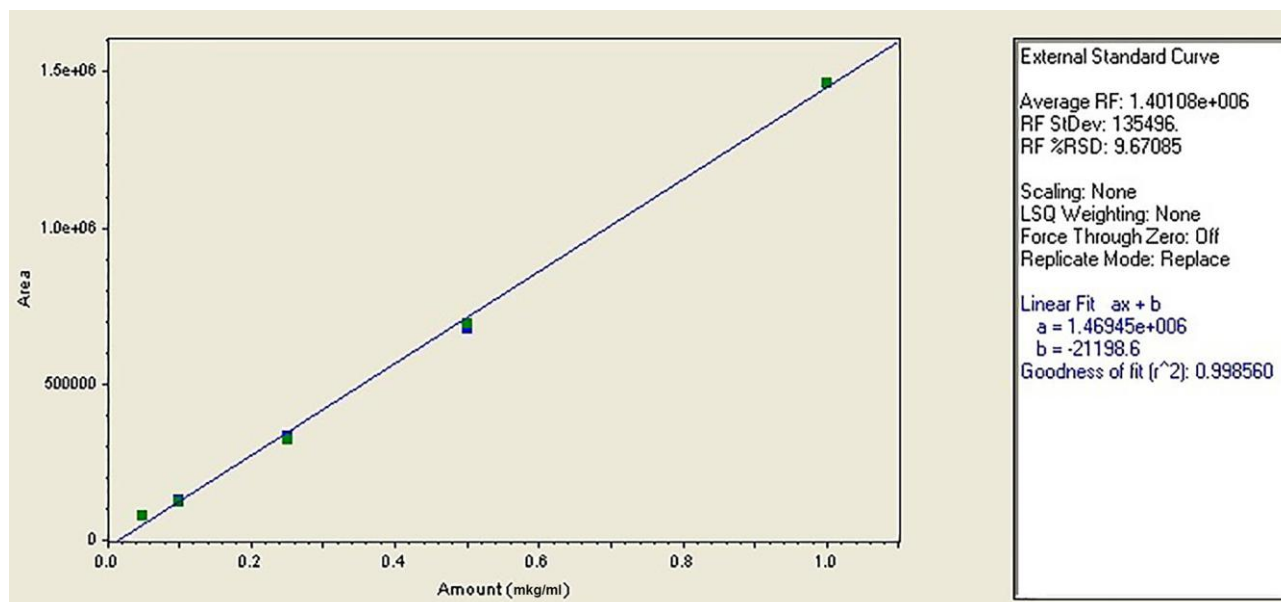
использование данного элюента на колонке Eclipse XDB-C18 (Agilent) (150×4.6 мм, зернение 5 мкм) позволило получить хроматографический пик флупирадифурана с наибольшей площадью и симметричной формой.

Также тестировались режимы элюирования – градиентный и изократический при одной и той же мобильной фазе (вариант 2 – смеси метанола с  $\text{NH}_4$ -формиатным буфером). Условия градиентного режима элюирования, использованные в методе [8], не показали себя как оптимальные на колонке Eclipse XDB-C18. В ходе исследования были установлены следующие условия: 4-х-ступенчатый градиент с начальными и конечными параметрами: 90% — раствор А, 10% – раствор Б, промежуточными параметрами: 33% – раствор А, 67% – раствор Б. Время хроматографирования составляло 22 мин (16 мин – разделение и 6 мин – кондиционирование колонки до исходных параметров градиента), время выхода флупирадифурана – около 9,8 мин. Скорость потока мобильной фазы была определена на уровне  $0,5 \text{ см}^3/\text{мин}$ .

В итоге, были установлены следующие условия хроматографирования, которые использовались при построении калибровочного графика, а также при анализе водных растворов и почвенных вытяжек флупирадифурана: колонка Eclipse XDB-C18 (150 × 4,6 мм, зернение 5 мкм), температура термостата колонки  $30 \text{ }^\circ\text{C}$ , подвижная фаза – смесь раствора А (метанол : 10 мМ водный раствор формиата аммония : муравьиная кислота = 100 : 900 : 0,12 (по объему)) и раствора Б (метанол : 10 мМ водный раствор формиата аммония : муравьиная кислота = 900 : 100 : 0,12 (по объему)), градиентный режим элюирования, скорость потока  $0,5 \text{ см}^3/\text{мин}$ , детектирование при 260 нм.

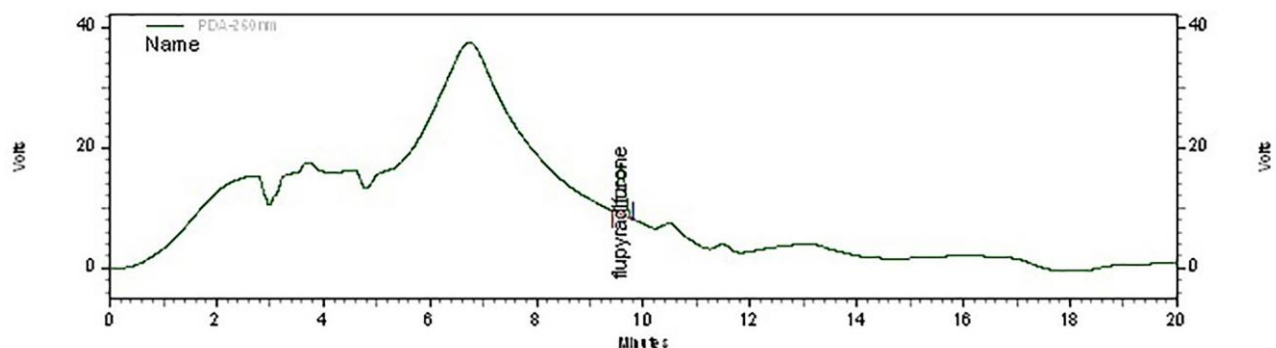
Линейность методики определяли на 5-ти уровнях концентраций флупирадифурана в воде (0,05; 0,1; 0,25; 0,5 и 1 мкг/см<sup>3</sup>). На рис. 2 представлена зависимость площади пика (А) от концентрации флупирадифурана (с)  $A = f(c)$  по  $\lambda = 260 \text{ нм}$ , соответствующая уравнению  $y = 1469450 \cdot x - 21198,6$ . Коэффициент корреляции составил 0,998560, что свидетельствует о линейности методики в выбранном диапазоне концентраций. *LQD* водных стандартов флупирадифурана составлял  $0,05 \text{ мкг}/\text{см}^3$ , линейный диапазон детектирования — 1,25 – 25 нг.

Использование изократического режима элюирования мобильной фазой в соотношении раствора А к раствору Б = 33 : 67 по объему при скорости потока  $0,4 \text{ см}^3/\text{мин}$  не позволило отделить хроматографический пик флупирадифурана от соседних, поэтому данный режим далее не использовался.



**Рис. 2.** Градуировочный график, отражающий зависимость среднего значения площади пика на хроматограммах от концентрации флупирадифурона в растворе ( $\text{мкг}/\text{см}^3$ ).

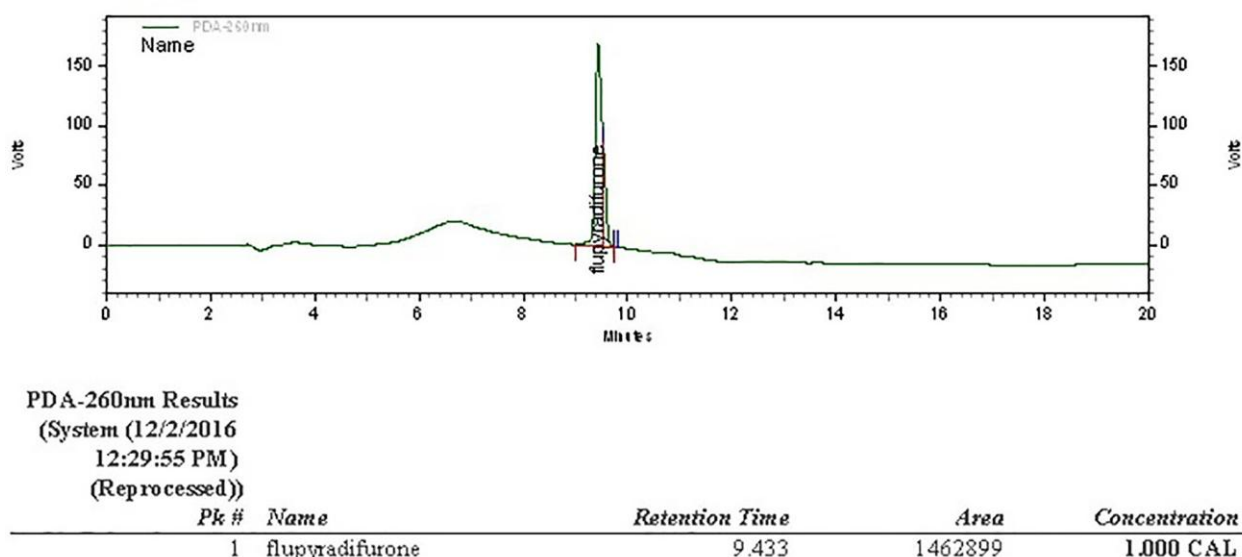
На рис. 3 представлена хроматограмма водного стандарта флупирадифурона в минимальной ( $0,05 \text{ мкг}/\text{см}^3$ ), на рис. 4 – максимальной ( $1 \text{ мкг}/\text{см}^3$ ) концентрации из градуировочного графика при градиентном режиме элюирования.



PDA-260nm Results  
 (System (12/2/2016  
 1:09:22 PM)  
 (Reprocessed))

Pk #	Name	Retention Time	Area	Concentration
1	flupyradifurone	9.573	79063	0.050 CAL

**Рис. 3.** Хроматограмма водного стандарта флупирадифурона в минимальной ( $0,05 \text{ мкг}/\text{см}^3$ ) концентрации из градуировочного графика.



**Рис. 4.** Хроматограмма водного стандарта флупирадифурана в максимальной ( $1 \text{ мкг/см}^3$ ) концентрации из градуировочного графика.

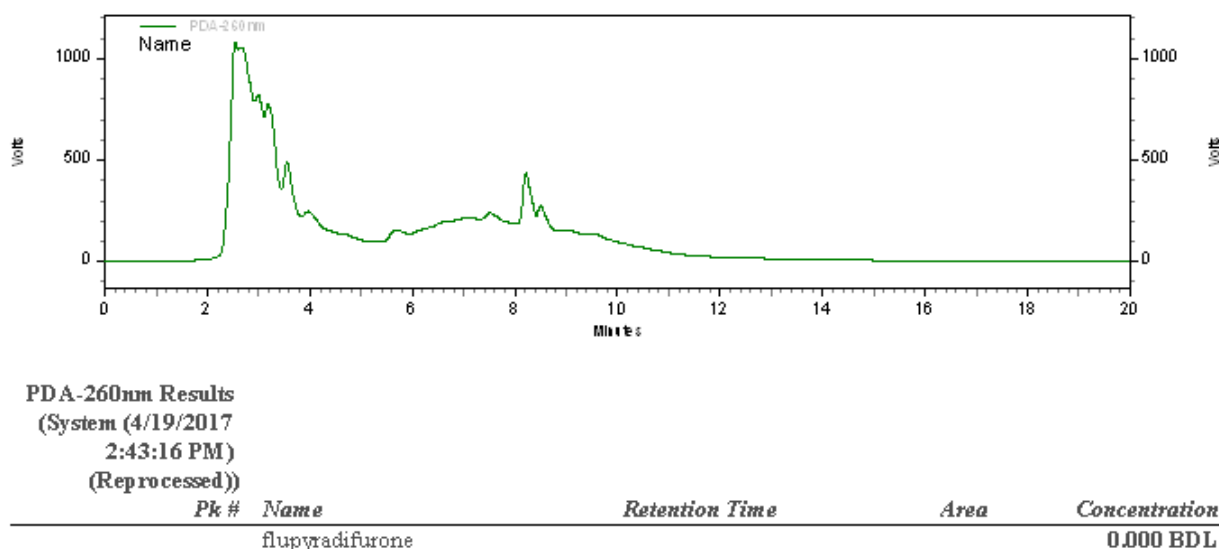
В методе [8] корреляция между введенным количеством образца и ответом детектора была линейной для стандартных растворов в диапазоне от 1 до  $100 \text{ мкг/дм}^3$  (коэффициент корреляции 0,9973).

Метод [8] предусматривает экстрагирование флупирадифурана из почвы (20 г) смесью воды с ацетонитрилом (4 : 1 по объему,  $40 \text{ см}^3$ ) в микроволновом экстракторе в течение 3 мин при 250 Вт. Перед вводом в хроматограф экстракт центрифугируют. В разработанной нами методике для анализа отбирают не менее 1 кг почвы. Образцы почвы подсушивают на воздухе в темноте, помещают в герметичную полиэтиленовую тару и хранят при температуре  $4\text{--}6^\circ\text{C}$  не более 4 недель. Для длительного хранения образцы почвы замораживают и хранят при температуре  $-18^\circ\text{C}$ . Перед анализом сухую почву просеивают через сито с отверстиями диаметром 1 мм. Флупирадифуран экстрагируют из почвы (навеска  $0,005 \text{ кг}$ )  $25 \text{ см}^3$  деионизованной воды под действием ультразвука в течение 5 мин. Степень извлечения вещества при однократной экстракции составляет в среднем 56%. Повторная экстракция  $25 \text{ см}^3$  деионизованной воды увеличивает степень извлечения лишь на 0,75%. Третья экстракция  $25 \text{ см}^3$  деионизованной воды не изменяет степень извлечения. Вследствие этого целесообразно использовать однократную экстракцию, поскольку повторная экстракция несущественно повышает степень извлечения, но увеличивает в 2 раза объем экстракционной смеси и, соответственно, в 2 раза уменьшает чувствительность методики. Аликвоту экстракта переносят в шприц объемом  $3 \text{ см}^3$ , фильтруют через целлюлозный мембранный фильтр в виалу для хроматографирования и анализируют при условиях хроматографирования, указанных выше.

Специфичность методики оценивали по времени удерживания пика флупирадифурана. Пик флупирадифурана, экстрагированного из почвы, имел то же время удерживания ( $9,6 \pm 0,05 \text{ мин}$ ), что и пик водных стандартов флупирадифурана ( $9,5 \pm 0,04 \text{ мин}$ ). Анализ хроматограммы «холостой» пробы



(водного экстракта из почвы) показал отсутствие аналитических сигналов на времени удерживания флупирадифурона (рис. 5).



**Рис. 5.** Хроматограмма «холостой» пробы (водного экстракта из почвы).

Коэффициент асимметрии пика флупирадифурона, характеризующий надежность определения границ пика, равен 0,9 (определено по пику флупирадифурона, экстрагируемого из почвы с концентрацией пестицида 1 мкг/см<sup>3</sup>; рекомендуемое значение от 0,8 до 1,5). Относительные стандартные отклонения (*RSD*) площадей пиков флупирадифурона для двух последовательных хроматограмм одного образца составляли не более 0,4%.

Минимальная концентрация флупирадифурона, которая может быть определена разработанной методикой в почве, составляет 0,5 мг/кг. В методике [8] *LQD* флупирадифурона был 5 мкг/кг.

Оценку повторяемости методики проводили в модельном эксперименте: в почву (навеска 0,005 кг) вносили флупирадифурон в концентрации 0,001; 0,01; 0,125; 0,5 и 5 мг/кг и далее экстрагировали 25 см<sup>3</sup> деионизованной воды и анализировали согласно вышеописанным условиям. *RSD* найденных концентраций не превышает 10,0%, что свидетельствует об удовлетворительной сходимости результатов на всех уровнях рассматриваемых концентраций (табл. 1).

**Таблица 1.** Оценка повторяемости (сходимости) методики определения содержания флупирадифурона в почве

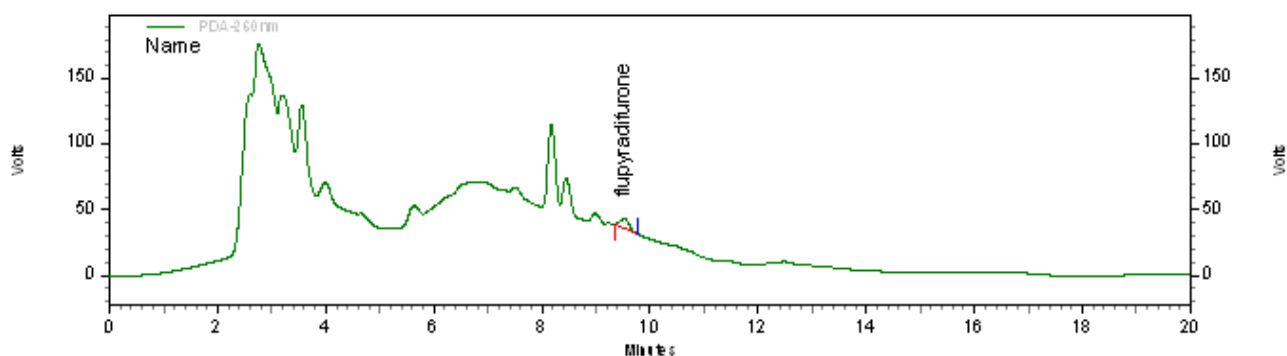
Введено флупирадифурона, мг/кг	Найдено флупирадифурона, мг/кг	Метрологические характеристики (P = 0,05; n = 3)		
		<i>X<sub>ср.</sub></i> , мг/кг	<i>SD</i> , мг/кг	<i>RSD</i> , %
0,001	не найдено	—	—	—
0,01	не найдено	—	—	—
0,125	не найдено	—	—	—
0,5	0,280; 0,305; 0,255	0,28	0,025	8,9
5	2,620; 2,550; 2,525	2,565	0,049	1,9

При определении правильности методики оценивали открываемость ( $R_{cp}$ ) (табл. 2) известного количества флупирадифурана, внесенного в почву (модельный эксперимент был проведен, как при оценке повторяемости методики). Среднее значение открываемости флупирадифурана в почве составило 53,7% для концентраций 0,5–5 мг/кг. Среднее значение открываемости флупирадифурана в методе [8] при внесении 50 мкг/кг было 93%.

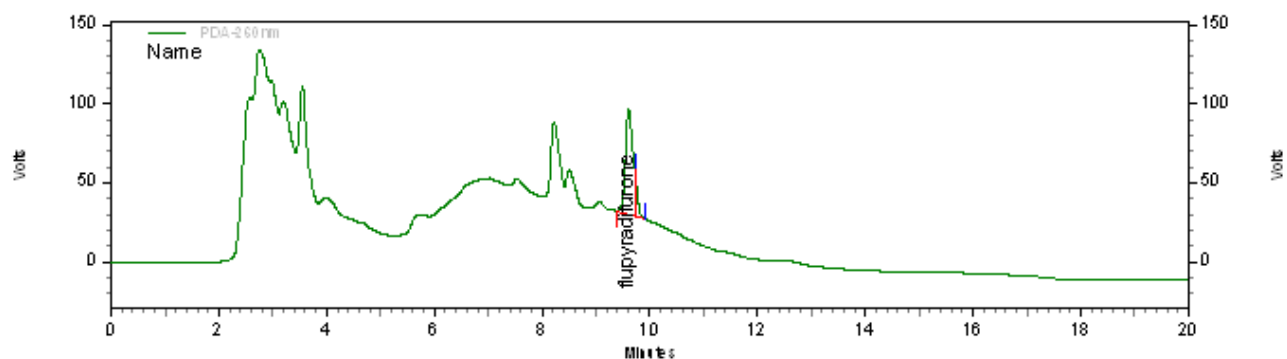
**Таблица 2.** Оценка правильности методики определения содержания флупирадифурана в почве ( $P = 0,05$ ,  $n = 6$  для диапазона определяемых концентраций)

Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	$R_{cp}$ , %	$SD$ , %	$RSD$ , %	$\pm \Delta R_{cp}$ , %
0,5–5	53,7	4,1	7,6	6,7

Типичная хроматограмма экстракта из почвы, содержащей флупирадифуран в минимальной обнаруживаемой концентрации 0,5 мг/кг, представлена на рис. 6, в максимально тестируемой концентрации 5 мг/кг – на рис. 7.



**Рис. 6.** Хроматограмма экстракта из почвы, содержащей флупирадифуран в минимальной обнаруживаемой концентрации 0,5 мг/кг.



**Рис. 7.** Хроматограмма экстракта из почвы, содержащей флупирадифуран в максимальной тестируемой концентрации 5 мг/кг.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, нами впервые разработана методика определения концентраций флупирадифурана в почве методом ВЭЖХ на обращенной фазе с УФ-детектированием. Идентификация вещества проводится по времени удерживания при длине волны 260 нм, а количественное определение – методом абсолютной калибровки. Из почвы флупирадифуран экстрагируется деионизованной водой под действием ультразвука с последующим прямым вводом в хроматографическую систему для анализа. Открываемость флупирадифурана почвы разработанной методикой составляет 53,7% для концентраций 0,5–5 мг/кг. Предел количественного обнаружения находится на уровне 0,5 мг/кг.

### Список литературы

1. Spotlight on sucking Insects // Bayer research 25. 2015. P. 86.
2. Nauen R., Jeschke P., Velten R., Beck M. E., Ebbinghaus-Kintscher U., Thielert W., Wolfel K., Haas M., Kunz K., Raupach G. // Pest. Manag. Sci. 2015. V. 71. P. 850.
3. www.presse.bayer.de/BayNews/Baynews.nsf/.../\$file/2015-0006E.rtf (дата обращения 10.11.2016).
4. Roffeni S., Arcangeli G., Boebel A., Gollo M., Risi C., Cantoni A. // ATTI Giornate Fitopatolog. 2014. V. 1. P. 3.
5. <http://sitem.herts.ac.uk/aeru/iupac/Reports/2620.htm> (дата обращения 15.11.2016).
6. Fargeix G., Rosati D. Analytical method № 01213 for the determination of residues of BYI 02960 in drinking and surface water by HPLC-MS/MS. Bayer CropScience BCS-D-HS-RA F-69009. Lyon, 2012. 50 p.
7. Heinz N. BYI 02960: analytical method for the determination in air. PTRL Europe ID P 2419 G BCS Study ID P605117520. Ulm, 2011. 35 p.
8. Brumhard B., Reineke A. Analytical method № 01074 for the determination of BYI 02960 in soil using LC/MS/MS. Bayer CropScience BCS-D-HS-RA D-40789. Monheim am Rhein, 2009. 45 p.
9. Rosati D. Analytical method № 01212 for the determination of residues of BYI 02960 and its metabolites BCS-AA56716 (DFA), AE F161089 (6CNA) и BCS-CC98193 (furanone) in/on plant material by HPLC-MS/MS. Bayer CropScience BCS-D-HS-RA F-69009. Lyon, 2012. 141 p.
10. Ommo M. Современные методы аналитической химии. М.: Техносфера, 2008. 544 с.
11. Loehndorf J.R., Sims C.A., Chandler C.K., Rouseff R. // Proc. Fla. State Hart. Soc. 2000. V. 13. P. 272.

# NEW PROCEDURE FOR DETERMINATION OF BUTENOLIDE INSECTICIDE FLUPYRADIFURONE IN SOIL BY MEANS OF HIGH-PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY WITH UV DETECTION

*A. A. Kuzovkova\* and L. S. Ivashkevich*

Republican Unitary Enterprise “Scientific and Practical Centre of Hygiene”,  
Minsk, Republic of Belarus, \*e-mail: annalenets.kuzovkova@gmail.com

Received April 20, 2017

**Abstract** – A new procedure for flupyradifurone determination in soil by high-performance liquid chromatography with UV detection was been developed. A 5-micron Eclipse XDB-C18 (Agilent) analytic column (250 x 4.6 mm i.d.) was used as a stationary phase. A mixture of solution A (methanol: 10 mmol aqueous ammonium formiate : formic acid = 100 : 900 : 0.12 (v : v : v)) and solution B (methanol : 10 mmol aqueous ammonium formiate : formic acid = 900 : 100 : 0.12 (v : v : v)) was used as a mobile phase. Gradient separation at a flow rate of 0.5 cm<sup>3</sup>/min was applied. The compound identification was carried out by using retention time value determened at 260 nm. Quantification was performed using absolute calibration method. Flupyradifurone extraction was conducted with deionized water under sonication. Extract was analyzed without further purification. The flupyradifurone recovery in soil amounted for 53.7% for the concentration range 0.5–5 mg/kg. The limit of quantitative detection was found to be 0.5 mg/kg.

*Keywords:* flupyradifurone, soil, high-performance liquid chromatography (HPLC), UV detection.