

DRUŠTVO ZA ZAŠTITU BILJA SRBIJE



X SAVETOVANJE O ZAŠTITI BILJA

***Zbornik rezimea radova***

Zlatibor, 29. novembar - 3. decembar 2010. godine

## **DRUŠTVO ZA ZAŠTITU BILJA SRBIJE**

Uz podršku

- **Ministarstva za nauku i tehnološki razvoj Republike Srbije**

organizuje nacionalni skup pod nazivom

**X SAVETOVANJE O ZAŠTITI BILJA**

***Zbornik rezimea radova***

**Zlatibor, 29. novembar - 3. decembar 2010.godine**

**Zbornik rezimea radova sa X Savetovanja o zaštiti bilja  
Zlatibor, 29. novembar - 3. decembar 2010.godine**

Izdavač:

Društvo za zaštitu bilja Srbije  
11080 Beograd 80, Nemanjina 6; p.fah 123  
E-mail: plantprs@eunet.rs  
Internet: www.plantprs.org.rs

Za Izdavača:

Doc.dr Bojan Stojnić, predsednik Društva

ISBN oznaka: ISBN 978-86-83017-19-5

Tiraž:

1000 primeraka

Realizacija: LEX GRAF, Beograd

**SADRŽAJ**

## 5.22. HPLC METODA ZA ODREĐIVANJE SULFONILUREA

**Grahovac Nada, Sekulić Petar, Zeremski Škorić Tijana**

Institut za ratarstvo i povrtarstvo, Novi Sad

nada.grahovac@ifvcns.ns.ac.rs

Herbicidi iz grupe sulfonilurea su snažni inhibitori acetolaktat sintetaze (ALS), ključnog enzima koji učestvuje u biosintezi aminokiselina sa razgranatim alifatičnim nizom (valin, leucin i izoleucin) u biljkama. Osim toga, sulfoniluree se koriste u suzbijanju korova zbog njihovog širokog spektra delovanja, male rezidualne aktivnosti, široke mogućnosti primene, male fitotoksičnosti.

Cilj ovog rada je postavljanje jednostavnog i brzog analitičkog postupka za njihovo određivanje u komercijalnim formulacijama sa oksasulfuronom, triasulfuronom i nikosulfuronom kao aktivnim supstancama.

Razrađena metoda je bazirana na reversno-faznoj visokoperformansnoj tečnoj hromatografiji (HPLC), uz korišćenje detektora sa nizom fotoosetljivih dioda (DAD). Uzorci su pripremani rastvaranjem i razblaživanjem u acetonitrilu do konačne koncentracije od 0,1 mg/ml. Nakon rastvaranja uzorci su centrifugirani ili filtrirani primenom 0,45 $\mu$ m membranskog filtera posle čega je merni rastvor hromatografisan na sobnoj temperaturi. Za hromatografisanje uzoraka komercijalnih formulacija pesticida i referentnih uzoraka primenjeni su uslovi gradijentne elucije sistema rastvarača acetonitril (A) i 0,1% sirćetna kiselina (B). Gradijentni uslovi uz primenjenu Zorbax Eclipse XDB-C<sub>18</sub> kolonu za vreme t = 0 min 55% B ; t =2-2,5min 47% B; t =2,5-4,5 min 40% B; a za vreme t = 4,5-5min 55% B sa konstantnim protokom od 1 ml/min, injektovana zapremina 2 $\mu$ l na koloni. Referentni rastvori sa oksasulfuronom, triasulfuronom i nikosulfuronom su pripremljeni u opsegu koncentracija od 0,05 mg/ml do 1,0 mg/ml i hromatografisani na opisani način. Hromatogrami su snimani na Agilent 1100 tečnom hromatografu sa softverskom podrškom "ChemStation".

Uzimajući u obzir veličinu analitičkog signala (površinu pika), reproduktivnost, linearnost i odziv analitičkog signala kao odgovarajuća talasna dužina ( $\lambda$ ) usvojena je talasna dužina od 230 nm. Kao rezultat ovih kalibracionih određivanja za oksasulfuronom je određena jednačina regresione prave  $y=6450,4x-32,725$  i korelacioni koeficijent  $R^2=0,9997$ , za triasulfuronom  $y=6361,9x-82,212$  uz koeficijent korelacije  $R^2=0,999$ , dok se za nikosulfuronom linearnost mogla opisati jednačinom regresione prave  $y=4778,7x-49,116$  i koeficijentom korelacije  $R^2=0,9992$ . Kvalitativna analiza je izvedena na osnovu retencionog vremena, a kvantitativna kombinacijom metode standarda i metode kalibracione

krive. Kalibracione krive su definisane za svaki herbicid pojedinačno na osnovu šest tačaka. Reproductivnost za 5 određivanja u istom uzorku izražena kao koeficijent varijacije kretala se od 0,54% do 2,78%. Tačnost metode potvrđena je testom povrata na tri nivoa koncentracije (0,3; 0,5 i 0,8 mg/ml), u tri ponavljanja, i iznosila je od 95,97 do 98,35%. Uz linearnost i preciznost za datu HPLC metodu ispitivana je i selektivnost, pri čemu je utvrđeno da mobilna faza i acetonitril (koji se koristi kao rastvarač u formulacijama sa oksasulfuronom, triasulfuronom i nikosulfuronom) ne apsorbuju na retencionim vremenima od interesa za predmetna određivanja. Rezultati pokazuju da se ova metoda može primeniti za određivanje sadržaja oksasulfuronom, triasulfuronom i nikosulfuronom u njihovim formulacijama.

poster

### **5.23. ODREĐIVANJE OSTATAKA NEKIH SULFONILUREA HERBICIDA U VODI**

**Lazić Sanja, Šunjka Dragana, Bursić Vojislava, Vuković Slavica**

Univerzitet u Novom Sadu, Poljoprivredni fakultet, Novi Sad

draganas@polj.uns.ac.rs

Sulfonilurea herbicidi su zahvaljujući niskim količinama primene (od 10 do 40 g/ha) i niskoj toksičnosti za sisare našli veliku primenu u kontroli širokog spektra korova. Polarnost ovih herbicida i njihova dobra rastvorljivost u vodi svrstavaju ih u potencijalne polutante vode. Zbog svoje srednje do viske mobilnosti i sve veće primene, detektovani su u površinskim vodama i podzemnim vodama. Preduslovi za pojavu sulfonilurea herbicida u podzemnim vodama su obilne padavine neposredno nakon primene, propustljivo zemljište i mali sadržaj organske materije.

U radu je ispitana mogućnost istovremenog određivanja ostataka nekih sulfonilurea herbicida u vodi primenom HPLC DAD. Analizirani su herbicidi amidosulfuron, jodosulfuronmetil-natrijum, nikosulfuron, prosulfuron i primisulfuron-metil. U cilju određivanja prinosa ekstrakcije u 500 ml dejonizovane vode dodat je 1 ml mešavine standarda ispitivanih herbicida (od 0,01 do 1,0 µg/ml). Voda je propuštena preko prethodno kondicioniranog C18 ENVI diska. Nakon sušenja diska, analiti su eluirani metanolom. Određivanje sadržaja herbicida izvedeno je tečnom hromatografijom sa DAD detektorom. Uslovi određivanja su: kolona Zorbax SB-C18 (250 x 4,6mm, 5mm), mobilna faza: A voda : B acetonitril, sa gradijentom 10% B tokom 5 min i 90% B tokom 30 min, protok 2 ml/min, talasna dužina 240 nm, injektovana zapremina 10 µl, temperature kolone 25°C.