

Entwicklung und Anwendung einer kinetisch-spektrophotometrischen Methode zur Analyse von Diflubenzuron in Bodenproben mittels SPE gefolgt von HPLC-Methode

Emilija Pecev-Marinković^{1*}, Ana Miletić¹, Aleksandra Pavlović¹, Vidoslav Dekić²

1- Universität in Niš, Fakultät für Naturwissenschaften und Mathematik, Lehrstuhl für Chemie, Višegradska 33, 18000 Niš, Republik Serbien

2- Universität in Priština, Fakultät für Naturwissenschaften und Mathematik, Lehrstuhl für Chemie, Ivo Lole Ribara 29, Kosovska Mitrovica, Republik Serbien

ABSTRACT

Ziel dieser Arbeit ist es, eine neue empfindliche und einfache kinetisch-spektrophotometrische Methode zur Bestimmung des Insektizids Diflubenzuron (DFB) vorzustellen. Die kinetische Methode basiert auf hemmender Wirkung von DFB auf die Oxidation von Sulfanilsäure (eng. SA) durch Kaliumperiodat in Acetatpuffer in Gegenwart von Fe(III)-Ionen als Katalysator und 1,10-Phenanthrolin. Die Reaktion wurde spektrophotometrisch überwacht, indem die Absorption des Reaktionsprodukts mit der Zeit bei 368 nm gemessen wurde. Diflubenzuron wurde mit linearer Kalibrierungsgrafik im Intervall von 0,0374 bis 0,374 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ und von 0,374 bis 26,18 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ bestimmt. Die Nachweis- und Bestimmungsgrenze der Methode mit 3σ -Kriterien betrug 0,0039 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ bzw. 0,0131 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$, nacheinander. Die relativen Standardabweichungen für fünf Wiederholungsbestimmungen von 0,0374, 0,188 und 0,374 $\mu\text{g}/\text{cm}^3$ DFB betragen 2,24, 2,11 bzw. 1,10 %, nacheinander. Die Methode wurde erfolgreich zur Bestimmung von DFB-Rückständen in Bodenproben angewendet. Die Festphasenextraktion (eng. SPE) wurde zur Extraktion von DFB aus Boden mit Chromabond® (Macherey-Nagel) C18-Kartuschen verwendet. Als Vergleichsmethode wurde die HPLC-Methode zur Überprüfung der Ergebnisse verwendet. Die mit zwei verschiedenen Methoden erhaltenen Ergebnisse zeigten eine gute Übereinstimmung.

Schlüsselwörter: Diflubenzuron, Kinetische Methode, HPLC-Methode, Festphasenextraktion, Bodenproben