



Биол. журн. Армении, 1 (61), 2009

## НОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ИНСЕКТИЦИДА МОСПИЛАН С ПОМОЩЬЮ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

В.С. МИРЗОЯН, Л.А. АДЖЕМЯН, Т.Д. КАРАПЕТЯН, Р.М. АНИСЯН

*Научный центр земледелия и защиты растений, 1101, Эчмиадзин*

Разработан тонкослойный хроматографический метод определения инсектицида моспилан в воде, в плодах томата и огурцов. Чувствительность метода составляет в воде 0,0025 мг/л, в плодах томата и огурцов 0,05 мг/кг, воспроизводимость метода - 87,5-97,7 %.

*Тонкослойная хроматография – инсектицид моспилан – остаточные количества -чувствительность метода*

Մշակվել է նրբաշերտ քրոմատոգրաֆիկ մեթոդ ջրում, լոլիկի և վարունգի պտուղներում մոսպիլան ինսեկտիցիդի մնացորդային քանակների որոշման համար: Հայտնաբերվող նվազագույն քանակությունը ջրում կազմում է 0,0025 մգ/լ, լոլիկի և վարունգի պտուղներում 0,05 մգ/կգ: Կորզման միջին գործակիցն է 87,5-97,7 %:

*Նրբաշերտ քրոմատոգրություն - ինսեկտիցիդ մոսպիլան - մնացորդային քանակներ - մեթոդի զգայունություն*

An easy, fast and reliable thin chromatographic method for residue analytical determination of Mospilan in water, cucumber and tomato samples has been developed. The sensitiveness of the method is 0,0025 mg/l in water samples, 0,05 mg/kg – in tomato and cucumber. The recovery is 87,5-97,7%.

*Thin layer chromatography - insecticide Mospilan – residues - sensitiveness of the method*

Обработка сельскохозяйственных культур пестицидами может приводить к их накоплению в растениях, поэтому наличие остатков препаратов в урожае является критерием, характеризующим качество продукции. Данные токсикологических исследований необходимы для уточнения доз и сроков обработки препаратов против основных вредителей растений.

Разумеется для осуществления этой задачи необходимо иметь доступные методы определения остатков пестицидов. В настоящее время для оценки остаточных количеств инсектицида моспилан применяется жидкостная хроматография при высоком давлении (HPLC), что требует дорогостоящего оборудования [2, 3]. В связи с этим нами разработан сравнительно доступный метод для оценки остаточных количеств инсектицида моспилан в воде и в ряде сельскохозяйственных продуктов при применении хроматографии в тонком слое.

**Материал и методика.** Моспилан - системный инсектицид контактно-желудочного действия, эффективный в борьбе с представителями семейства чешуйчатокрылых - *Lepidoptera*, полутвердокрылых *Hemiptera*, трипсов - *Thysanoptera*, твердокрылых - *Coleoptera* и равнокрылых - *Homoptera* и т.д. Действует на центральную нервную систему насекомых. Принадлежит к классу неоникотиноидов [4].

Производитель: “Ниппон Сода Ко., Лтд.” Япония.

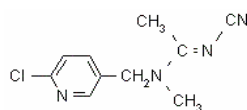
В Армении применяется в закрытом грунте для борьбы с тепличной белокрылкой томата и огурцов.

Действующее вещество моспилана ацетамиприд (200 г/кг) - (E)-N-[(6-хлоро-3-пиридинил) метил]-N2-циано-N1-метилацетамидин. Белое кристаллическое вещество. Точка кипения 101,0–103,3°. Растворяется в ацетоне, метаноле, этаноле, хлороформе, ацетонитриле, тетрагидрофуране. Растворимость в воде при 25° 4200 мл/л. Т. пл. 101,0-103,3°. Эмпирическая формула - C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>ClN<sub>4</sub>. Молекулярная масса 222, 68 г/мол. Стабилен при pH=7. При pH=9 и температуре 45° подвержен гидролизу и разложению.

Специфика: 97% тех, 20% SP, 20% SL, 40%WDG, 70% WP, 70% SP.

Токсикология: LD<sub>50</sub>: 217 мг/кг (самец крыса), 146 мг/кг (самка крыса).

Химическая структура:



Другие коммерческие названия: “Assail” (Aventis), “Rescate” (Nippon Soda, Aventis), “Saurus” (Nippon Soda, Aventis).

**Экстракция препарата из анализируемой пробы. Вода.** 200 мл воды наливают в делительную воронку, прибавляют химически чистый хлористый натрий до образования насыщенного раствора и экстрагируют препарат хлороформом (30 мл) трижды по 15 мин. Хлороформный слой сливают, фильтруют через воронку с безводным сульфатом (б/в) натрия в колбу для отгонки растворителя и отгоняют хлороформ до объема 0,2-0,5 мл, после чего наносят на хроматографическую пластинку.

**Плоды и вегетативные органы томата, огурцов.**

**Экстракция хлороформом.** 20-25 г мезги помещают в колбу с притертой пробкой, заливают хлороформом до покрытия пробы. Смесь перемешивают на аппарате для встряхивания в течение 1 ч, затем фильтруют. Экстракцию повторяют 2 раза по 15 мин. Объединенные экстракты выпаривают.

**Экстракция ацетоном.** 25 г растертой в ступке мезги заливают 50%-ным водным раствором ацетона (30-50 мл) и ставят на качалку на 1 час. Пробу отфильтровывают через бумажный фильтр, снова заливают растворителем и ставят на качалку на 15 мин, повторяя эту манипуляцию дважды. Объединенные экстракты выпаривают. Остается 25-30 мл воды, из которой препарат дважды извлекают хлороформом (30 мл) как описано выше.

**Очистка экстрактов.** С целью освобождения от воска применяется очистка ацетонитрилом: сухой остаток растворяют в 3-5 мл ацетонитрила, прибавляют 50 мл дистиллированной воды и 2 г поваренной соли. Смесь вымораживают в течение ночи. Холодный раствор фильтруют в колбу, куда заранее вливают 30 мл хлороформа. По окончании фильтрации экстракт помещают в делительную воронку и отделяют нижний хлороформный слой. Экстракцию повторяют дважды. Объединенные экстракты пропускают через б/в сернокислый натрий и выпаривают до объема 0,1-0,2 мл.

Сильноокрашенные растворы обесцвечивают с помощью добавления активированного угля (марки БАУ), который добавляют в количестве 5-10 г. Колбу держат в водяной бане или термостате при 65-70° в течение 30 мин, после чего экстракт фильтруют через складчатый фильтр с б/в сернокислым натрием. Колбочку и фильтр дважды промывают хлороформом. Экстракт выпаривают до 0,1-0,2 мл и наносят на пластинку.

**Хроматографирование.** На стартовую линию пластинки чешского производства "Silufol-254" микропипеткой количественно переносится остаток упаренного экстракта. Рядом с пробой наносят стандартные растворы с различным содержанием препарата (2-5-10 мкг). После этого пластинку помещают в камеру для хроматографирования, куда за 10 мин до разгонки наливают растворитель - гексан-ацетон (1:1).

После поднятия линии фронта на 10 см, пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта и оставляют несколько мин на воздухе.

Пластинку сначала обрабатывают смесью бромфенолового синего и нитрата серебра (1 мл ацетона растворяют в 50 мг бромфенолового синего и доводят до 10 мл 1%-ным раствором нитрата серебра в 30 %-ном водном ацетоне. Через 5 мин после опрыскивания хроматограмму обрабатывают 1%-ным раствором лимонной кислоты или 10%-ным раствором уксусной кислоты. Моспилан проявляется в виде голубых пятен на желтом фоне. Коэффициент распределения ( $R_f$ ) препарата на пластинке "Silufol-254" составляет 0,34.

Количественное определение проводят путем визуального сравнения окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов по формуле, предложенной Клисенко и др. [1]:

$$X = A/B,$$

где X - содержание препарата в пробе, в мг/кг или мг/л;

A – количество препарата, найденное путем визуального сравнения со стандартным раствором в мкг;

B – навеска или объем анализируемой пробы в мг или мл.

Метрологическая характеристика метода представлена в табл. 1.

**Таблица 1.** Метрологическая характеристика метода

| Анализируемый объект | Среднее значение определения, % | Стандартное отклонение | Коэффициент вариации, % | Доверительный интервал при $p=0,05$ | Предел обнаружения, мг/л, мг/кг |
|----------------------|---------------------------------|------------------------|-------------------------|-------------------------------------|---------------------------------|
| Вода                 | 97,7                            | 2,5                    | 2,5                     | 6,2                                 | 0,0025                          |
| Огурцы               | 87,5                            | 10,9                   | 12,5                    | 12,1                                | 0,05                            |
| Томаты               | 92,0                            | 10,1                   | 11,0                    | 14,0                                | 0,05                            |

Результаты исследований показывают, что метод обладает высокой чувствительностью, что дает возможность применения его при определении микроколичеств моспилана в воде, плодах огурцов и томата.

Таким образом, разработана доступная методика определения остаточных количеств инсектицида моспилан, основанная на тонкослойной хроматографии.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Клисенко М.А., Лебедева Т.А., Юркова З.Ф. Химический анализ микроколичеств ядохимикатов. М., Медицина, 1972.
2. Agüera A., Almansa E., Malato S., Maldonado M.I., Fernandez-Alba A.R. *Analisis*, 26, 245-25, 1998.
3. Obana H, Okihashi M, Akutsu K, Kitagawa Y, Hori S. J. *Agric Food Chem.* Jul 31; 50, 16, 4464-7, 2002
4. Tomlin C (ed). *The Pesticide Manual*, 10th Ed. British Crop Protection Council. Blackwell Scientific Publications, Cambridge, Massachusetts, 1994.

Поступила 27.10.2008