



УКРАЇНА

(19) UA (11) 60293 (13) U  
(51) МПК (2011.01)  
G01N 33/00МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ  
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ МЕТИЛ(Е)-2-[2-(6-ТРИФТОРМЕТИЛПІРИДИН-2-ІЛ-ОКСИМЕТИЛ)-ФЕНІЛ]-3-МЕТОКСІАКРИЛАТУ У ПОВІТРІ

1

2

(21) u201015872

(22) 29.12.2010

(24) 10.06.2011

(46) 10.06.2011, Бюл.№ 11, 2011 р.

(72) ОМЕЛЬЧУК СЕРГІЙ ТИХОНОВИЧ, БАРДОВ  
ВАСИЛЬ ГАВРИЛОВИЧ, ГИРЕНКО ДЕЛЬБАР БЕ-  
КДЖАНІВНА, БЛАГАЯ АННА ВІКТОРІВНА, ВАВРІ-  
НЕВИЧ ОЛЕНА ПЕТРІВНА(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
ІМЕНІ О.О.БОГОМОЛЬЦЯ(57) Спосіб визначення метил(Е)-2-[2-(6-  
трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-

метоксіакрилату у повітрі, що включає підготовку проб повітря до екстракції, проведення екстракції, концентрування та хроматографування, який **від-різняється** тим, що хроматографування проводять в тонкому шарі силіказолу на пластинках "Сорбфіл" в суміші гексан-ацетон (5+1, об+об), після чого пластину обробляють дифеніламіном з наступним ультрафіолетовим опроміненням і візуально визначають наявність або відсутність плям характерного забарвлення для даної речовини.

Корисна модель відноситься до медицини, а саме до виробничої токсикології і може також бути використана агрохімічними, екологічними, санітарно-епідеміологічними службами для контролю за вмістом метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату у повітрі.

Стробілурини, як і інші пестициди, є біологічно високоактивними сполуками, які свідомо і цілеспрямовано розповсюджуються людиною в навколишньому середовищі, що може призвести до забруднення об'єктів навколишнього середовища їх залишковими кількостями [1]. Токсичні речовини, які знаходяться в газоподібному стані, а також у вигляді аерозолів та пилу, проникають в організм через органи дихання. Інгаляційний шлях надходження токсичних речовин в організм людини є провідним [2]. Для достовірної оцінки інгаляційного ризику небезпечного впливу нових хімічних засобів захисту рослин необхідна розробка методів якісного та кількісного визначення пестицидів у повітрі [3, 5].

Серед фунгіцидів класу стробілуринів (табл. 1) на території України з'явився новий препарат Аканто Плюс на основі діючої речовини пікоксистробіну(метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксі-іакрилат). Актуальним є питання розробки способу, що дозволить визначити пікоксистробін у повітрі.

Відомий спосіб визначення метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату методом газорідної хроматографії з мас-спектрометричним детектором обраний як прототип передбачає вилучення речовини з матриці шляхом прямої іммерсійної твердо-фазної мікроекстракції та кількісне визначення речовини з використанням мас-спектрометричного детектору (4).

Спосіб включає визначення похідних стробілуринів методом міцелярної електрокінетичної капілярної хроматографії, який є одним із варіантів капілярного електрофорезу. За допомогою цього способу досягається високе розділення речовин, потребує невеликої кількості реактивів, досліджуються невеликі об'єми проб. Проте, цей спосіб має ряд недоліків: має низьку чутливість за умов застосування фотометричного детектору, потребує спеціального обладнання, витратні матеріали.

Недоліками способу-прототипу є необхідність високотехнологічного обладнання та спеціальних реактивів для проведення аналізів, потребує більше часу для проведення аналізу, трудомісткість здійснення виконання вимірювань, що визначає в кінцевому результаті, високу вартість виконання досліджень.

Відмічені недоліки є причиною того, що в практичних умовах ускладнений систематичний контроль за вмістом метил(Е)-2-[2-(6-

(13) U

(11) 60293

(19) UA

трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату лабораторіями різних відомств.

Задачею корисної моделі є розробка селективного та чутливого способу визначення мікрокілкоостей метил(Е)-2-[2-(6-

трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату в повітрі; зниження трудомісткості виконання вимірювань і вартості аналізів.

Технічний результат, отриманий в результаті вирішення задачі, полягає в прискоренні визначенні метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату і зменшенні витрат на його проведення.

Поставлена задача досягається тим, що у відомому способі, який включає підготовку проб повітря до екстракції, проведення екстракції, концентрування та хроматографування, згідно корисної моделі, хроматографування проводять в тонкому шарі силіказолу на пластинках "Сорбфіл" в суміші гексан-ацетон (5+1, об+об), після чого пластину обробляють дифеніламіном з наступним ультрафіолетовим опроміненням і візуально визначають наявність або відсутність плям характерного забарвлення для даної речовини.

Спосіб здійснюється наступним чином:

Попередньо, за допомогою аспіраційного пристрою, протягують повітря через паперовий фільтр «синя стрічка» закріплений у фільтроутримувачі зі швидкістю 1 л/хв. протягом 4 хвилин. Після підготовки проби до вимірювання сухий залишок екстракту переносять в градуйовану пробірку за допомогою ацетону (загальний об'єм 1 мл).

Наступним етапом визначають вміст метил(Е)-2-[2-(6-трифторметил-піридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату методом тонкошарової хроматографії.

Для визначення оптимальних умов хроматографування в шарі сорбенту метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату було проведено серію лабораторних експериментів.

На першому етапі було здійснено вибір детектуючих реагентів (табл. 2).

Виходячи із отриманих результатів (табл. 2) було встановлено, що найкращий результат дає детектуючий реагент на основі дифеніламіну з наступним ультрафіолетовим опроміненням.

Враховуючи те, що розділення досліджуваної речовини та коекстрактивних речовин в значній мірі залежить від розчинника, нами була вивчена ефективність цього процесу із застосуванням різних рухомих фаз (табл. 3). У всіх випадках використовували детектуючий реагент на основі дифеніламіну з наступним ультрафіолетовим опроміненням.

Із таблиці 3 видно, що в системах рухомих розчинників на основі ацетону рухомість метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату висока (величина R<sub>f</sub> знаходиться практично на рівні фронту); в гексані досліджувана сполука знаходиться на старті.

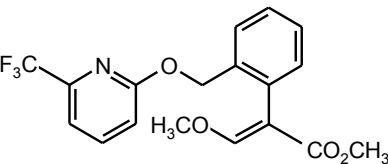
Встановлено (табл. 3), що для розділення метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату найбільш ефективно використовувати пластинку «Сорбфіл» із сумішшю гексан-ацетон (5+1, об.+об.) у якості рухомої фази.

Найменша концентрація метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату, яка детектується за допомогою методу тонкошарової хроматографії складає 1 мкг. Кількісне визначення проводили візуально порівнюючи площі та інтенсивність забарвленої плями.

Розробка і апробація способу визначення метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату у повітрі проводилась в Інституті гігієни та екології Національного медичного університету імені О.О. Богомольця.

Таблиця 1

Спосіб визначення метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату у повітрі

Діюча речовина	Хімічна назва за IUPAC	Хімічна формула	Емпірична формула	Молекулярна маса
Пікоксиб	метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилат		C <sub>18</sub> H <sub>16</sub> F <sub>3</sub> NO <sub>4</sub>	367,3

Таблиця 2

Проявлення метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату різними детектуючими реагентами

Детектуючий реагент	Опис отриманого результату
---------------------	----------------------------

Продовження таблиці 2

Бромфеноловий синій	нечіткі плями білого кольору на синьому фоні
Реагент Драгендорфа	не проявився
Нітрат срібла з наступним ультрафіолетовим опроміненням	не проявився
Дифеніламін з наступним ультрафіолетовим опроміненням	чіткі плями бузкового кольору на білому фоні

Таблиця 3

Рухомість метил(Е)-2-[2-(6-трифторметилпіридин-2-іл-оксиметил)-феніл]-3-метоксіакрилату (Rf) в різних умовах хроматографування

Система рухомих розчинників (об'ємні співвідношення)	Значення Rf в рухомій фазі
гексан	старт
ацетон	фронт
хлороформ	0,89
хлороформ-ацетон (9+1, об.+об.)	0,81
гексан-ацетон (1+1, об.+об.)	0,79
гексан-ацетон (4+1, об.+об.)	0,56
гексан-ацетон (5+1, об.+об.)	0,42

Примітка: відносна похибка визначення Rf -  $\pm 0,05$ .

## Література:

1. Проданчук М.Г. Основні проблеми токсикології пестицидів і агрохімікатів та їх регламентації в об'єктах навколишнього середовища / М.Г. Проданчук, П.Г. Жмійко, Н.М. Недопитанська // Журнал АМН України. - 2005. - т. 11. - № 4. - С. 53-774.

2. Кірсенко В.В. Стан повітря робочої зони та атмосферного повітря в умовах застосування сучасних пестицидів у сільському господарстві / В.В. Кірсенко, Л.Г. Александрова, В.Ф. Демченко, Т.О. Яструб / «Чистота довкілля в нашому місті»: матеріали Другої Міжнародної конференції, 25-28 травня, 2004. - Трускавець: Хроматографічне товариство України, Трускавець. - 2004. - С. 113-115.

3. Чміль В.Д. Состояние и перспективы использования современных инструментальных методов анализа пестицидов в Украине / В.Д. Чміль // Современные проблемы токсикологии. - 2002. - № 2. - С. 56-61.

4. Vinas P. Method development and validation for strobilurin fungicides in baby foods by solid-phase microextraction gas chromatography-mass spectrometry / P. Vinas, N. Campillo, N. Martinez-Castillo // Journal of Chromatography A. - 2009. - Vol. 216. - P. 40-146.

5. Carhini F. de Souza Determination of picoxystrobin and pyraclostrobin by MEKC with On-line analyte concentration / Carhini F. de Souza, Alessandra L.M.C. da Cunha and Ricardo Queiroz Auce-llo // Chromatographia. - 2009. -Vol.70. - P. 1461-1466.