



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **73227** (13) **U**  
(51) МПК (2012.01)  
**G01N 33/00**

## (12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: <b>u 2012 04653</b>	(72) Винахідник(и): <b>Семененко Віта Миколаївна (UA)</b>
(22) Дата подання заявки: <b>13.04.2012</b>	(73) Власник(и): <b>НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМ. О.О. БОГОМОЛЬЦЯ, бул. Шевченка, 13, м. Київ-4, 01601 (UA)</b>
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: <b>10.09.2012</b>	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: <b>10.09.2012, Бюл.№ 17</b>	

## (54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ТЕБУФЕНПІРАДУ У ПОВІТРІ

### (57) Реферат:

Спосіб визначення тебуфенпіраду у повітрі включає підготовку проб повітря до екстракції, проведення екстракції, концентрування та власне хроматографування. Хроматографування проводять в тонкому шарі силіказолу на пластинках Сорбфіл в суміші ацетон-хлороформ (1+5, об.+об.) як рухомі фази та детектуванні бром феноловим синім з наступним обприскуванням 10 % водним розчином оцтової кислоти та ідентифікацією N-(4-трет-бутилбензил)-4-хлор-3-етил-1-метилпіразол-5-карбоксаміду.

UA 73227 U



Корисна модель належить до медицини, а саме до виробничої токсикології і може бути використана для визначення залишкових кількостей інсекто-акарициду піразолової групи тебуфенпіраду в пробі повітря екологічними, санітарно-епідеміологічними та агрохімічними службами для контролю за його вмістом.

У комплексі основних заходів, спрямованих на підвищення врожайності, покращення якості урожаю та забезпечення стабільної продуктивності багаторічних насаджень протягом усього періоду їх експлуатації, важливе значення має захист плодових культур від шкідників та хвороб. Стратегічне спрямування галузі тепер та в майбутньому ґрунтується на переважному використанні хімічних засобів захисту - пестицидів [1]. Токсичні речовини, які знаходяться в пароподібному стані, а також у вигляді аерозолів та пилу, можуть проникати в організм через органи дихання. Інгаляційний шлях надходження токсичних речовин в організм людини є одним з провідних [2]. Для достовірної оцінки інгаляційного ризику небезпечного впливу нових хімічних засобів захисту рослин необхідна розробка методів якісного та кількісного визначення пестицидів у повітрі [3].

Серед інсектицидів та акарицидів з'явився новий препарат Масай, з.п., діюча речовина (д.р.) - тебуфенпірад (табл. 1), вміст д.р. в препараті - 200 г/кг [4]. Препарат Масай, з.п. - рекомендований для застосування в садах та виноградниках в ранньовесняний період.

Сади та виноградники займають значні площі в Україні, обробка проводиться з використанням вентиляторного обприскування, що потребує постійного контролю за вмістом токсиканта в повітрі як обробленої ділянки, так і прилеглих територій.

Відомий спосіб визначення речовини методом газорідинної хроматографії (ГРХ) [5], вибраний як прототип. Проте, даний спосіб при виконанні моніторингових досліджень є достатньо коштовним за рахунок вартості власне приладу, використання реактивів особливої чистоти, високої трудомісткості для обслуговуючого персоналу.

Задача корисної моделі - визначення мікрокількостей тебуфенпіраду в повітрі методом, що дозволить знизити вартість реактивів та трудомісткість аналізу, зменшити час виконання та загальні витрати на проведення аналізу.

Технічний результат, який отримали в результаті вирішення задачі, полягає у визначенні тебуфенпіраду в пробі повітря при зниженні трудомісткості і вартості реактивів, часу виконання вимірювань і зменшенні витрат на проведення аналізу.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі, який включає підготовку проб повітря до екстракції, проведення екстракції, концентрування та власне хроматографування, згідно з корисною моделлю, хроматографування проводять в тонкому шарі силіказолу на пластинках Сорбфіл в суміші ацетон-хлороформ (1+5, об. + об.) як рухомій фазі та детектуванні бромфеноловим синім з наступним обприскуванням 10 % водним розчином оцтової кислоти та ідентифікацією N-(4-трет-бутил бензил)-4-хлор-3-етил-1-метил піразол-5-карбоксаміду.

Спосіб здійснюється наступним чином:

Спосіб ґрунтується на екстракції тебуфенпіраду із проб повітря ацетоном та визначенні методом тонкошарової хроматографії (ТШХ). Попередньо, за допомогою аспіраційного пристрою, повітря протягують через паперовий фільтр "синя стрічка", закріплений у фільтроутримувачі, зі швидкістю 5 л/хв. протягом 50 хвилин. Після підготовки проби до вимірювання сухий залишок екстракту переносять в градуйовану пробірку за допомогою ацетону (загальний об'єм 1 мл).

Наступним етапом є визначення вмісту тебуфенпіраду методом тонкошарової хроматографії.

Для підбору оптимальних умов ТШХ тебуфенпіраду було проведено серію лабораторних експериментів.

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

Виходячи із отриманих результатів (табл. 2), було встановлено, що найкращий результат дає детектуючий реагент БФС з наступним обприскуванням 10 % водним розчином оцтової кислоти.

Враховуючи те, що розділення досліджуваної сполуки 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 для ідентифікації використовували детектуючий реагент БФС з наступним обприскуванням 10 % водним розчином оцтової кислоти.

Із таблиці 3 видно, що в системах рухомих розчинників на основі ацетону та ацетон-гексану (1+1, об. + об.) рухомість тебуфенпіраду висока (величина  $R_f$  знаходиться практично на рівні фронту).

Встановлено (табл. 3), що для розділення тебуфенпіраду та коекстрактивних речовин найбільш ефективно використовувати пластинку Сорбфіл та суміш ацетон-хлороформ (1+5, об.+об.) як рухому фазу.

Найменша концентрація тебуфенпіраду, яка детектується за допомогою методу ТШХ, складає 1 мкг. Кількісне визначення проводили візуально, порівнюючи площі та інтенсивність забарвлення плям.

Розробка і апробація способу визначення тебуфенпіраду у пробі повітря проводилась в Інституті гігієни та екології Національного медичного університету імені О.О. Богомольця.

Джерела інформації:

1. Перелік пестицидів і агрохімікатів, дозволених до використання в Україні. - Офіц. вид. - К.: Юнівест Медіа, 2010. - 543 с.

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 р. - Трускавець.: Хроматографічне товариство України, Трускавець. - 2004. - С. 113-115.

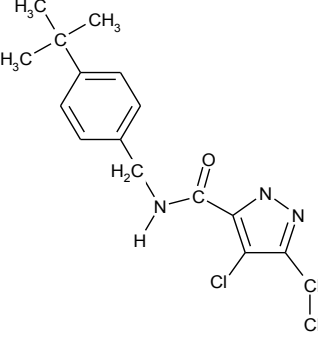
3. Чмиль В.Д. Состояние и перспективы использования современных инструментальных методов анализа пестицидов в Украине / В.Д. Чмиль // Современные проблемы токсикологии. - 2002. - № 2. - С. 56-61.

4. The Pesticide Manual / [edited by Clive Tomlin]. - United Kingdom.: Crop Protection Publications, 1994. - 1341 p.

5. Методичні вказівки з визначення тебуфенпіраду в повітрі робочої зони та атмосферному повітрі методом газорідної хроматографії: Методичні вказівки № 1077-2011 // Погоджено МОЗ 01.03.2011, Постанова № 6, затверджено Міністерством охорони навколишнього природного середовища 25.03.2011, Наказ № 95.

Таблиця 1

## Загальні відомості про досліджуваний піразоловий інсектоакарицид

Назва	Хімічна назва за IUPAC	Хімічна формула	Емпірична формула	Молекулярна маса
Тебуфенпірад	N-(4-трет-бутилбензил)-4-хлор-3-етил-1-метилпіразол-5-карбоксамід		$C_{18}H_{24}ClN_3O$	333,9

Таблиця 2

## Проявлення тебуфенпіраду різними детектуючими реагентами

Детектуючий реагент	Опис отриманого результату залежно від пластинки	
	Пластинка "Sorbfil"	Пластинка "Merck"
Реагент Драгендорфа	Нечіткі плями жовтого кольору на світло-жовтому фоні	Нечіткі плями біло-жовтого кольору на світло-жовтому фоні
Бромфеноловий синій + 10 % водний розчин оцтової кислоти	Чіткі плями синьо-бузкового кольору на світлому фіолетовому фоні	Нечіткі плями синього кольору на світлому синьо-бузковому фоні

Таблиця 3

Рухомість тебуфенпіраду (Rf) в різних умовах хроматографування

Система рухомих розчинників (об'ємні співвідношення)	Значення Rf в рухомій фазі
ацетон	0,98
гексан	0,02
хлороформ	0,05
ацетон-хлороформ (1+1, об.+об.)	0,80
ацетон-гексан (1+1, об.+об.)	0,90
ацетон-хлороформ (1+2, об.+об.)	0,85
ацетон-хлороформ (1+3, об.+об.)	0,84
ацетон-хлороформ (1+5, об.+об.)	0,72
ацетон-хлороформ (1+9, об.+об.)	0,78

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

## ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 5 Спосіб визначення тебуфенпіраду у повітрі, що включає підготовку проб повітря до екстракції, проведення екстракції, концентрування та власне хроматографування, який **відрізняється** тим, що хроматографування проводять в тонкому шарі силіказолу на пластинках Сорбфіл в суміші ацетон-хлороформ (1+5, об.+об.) як рухомій фазі та детектуванні бром феноловим синім з наступним обприскуванням 10 % водним розчином оцтової кислоти та ідентифікацією N-(4-трет-бутилбензил)-4-хлор-3-етил-1-метилпіразол-5-карбоксаміду.
- 10

Комп'ютерна верстка І. Скворцова

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601