



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **74905** (13) **U**
(51) МПК
G01N 33/18 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2012 06305	(72) Винахідник(и): Семененко Віта Миколаївна (UA), Ліпавська Алла Олексіївна (UA)
(22) Дата подання заявки: 25.05.2012	(73) Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ О.О.БОГОМОЛЬЦЯ, бул. Т. Шевченка, 13, м. Київ-4, 01601 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 12.11.2012	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 12.11.2012, Бюл.№ 21	

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ТЕБУФЕНПІРАДУ У ВОДІ

(57) Реферат:

Спосіб визначення тебуфенпіраду у воді включає підготовку проб води до екстракції, проведення екстракції, концентрування та хроматографування. Хроматографування досліджуваної проби проводять на пластинках "Сорбфіл" в суміші ацетон-гексан (1+5, об.+об.) в системі рухомої фази. Далі здійснюють детектування компонентів реагентом бромфеноловим синім та наступне обприскування 10% водним розчином оцтової кислоти, та ідентифікацію N-(4-трет-бутилбензил)-4-хлор-3-етил-1-метилпіразол-5-карбоксаміду.

UA 74905 U

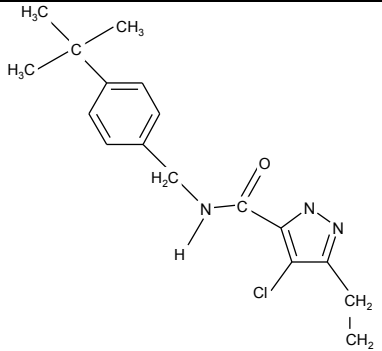
Корисна модель належить до медицини, а саме до виробничої токсикології і може бути використана для визначення залишкових кількостей інсекто-акарициду піразолової групи тебуфенпіраду в пробі води екологічними, санітарно-епідеміологічними та агрохімічними службами для контролю за його вмістом.

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 плодів культур від шкідників та хвороб. Сьогодні питання продовольчої безпеки та якості сільськогосподарської продукції невід'ємно пов'язані з використанням засобів захисту рослин [1].

Серед інсектицидів та акарицидів з'явився новий препарат Масай, діюча речовина (д.р.) - тебуфенпірад (табл. 1), вміст діючої речовини в препараті - 200 г/кг [2]. Препарат Масай - рекомендований для застосування в садах та виноградниках в ранньовесняний період.

Таблиця 1

Загальні відомості про досліджуваний піразоловий інсекто-акарицид

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

Відомий аналітичний спосіб визначення речовини методом газорідинної хроматографії для контролю за дотриманням гігієнічних нормативів тебуфенпіраду у воді [3], обраний як прототип. Проте, даний спосіб при виконанні досліджень є достатньо коштовним за рахунок вартості власне приладу, використання реактивів особливої чистоти, високої трудомісткості для обслуговуючого персоналу. В той же час існують методи тонкошарової хроматографії [4, 5], які ефективні для використання, в першу чергу, при проведенні моніторингових досліджень.

В основу корисної моделі поставлена задача визначення мікрокількостей тебуфенпіраду у воді 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 води при зниженні трудомісткості та вартості реактивів, часу виконання вимірювань і зменшенні витрат на проведення аналізу.

Поставлена задача досягається тим, що у відомому способі, що включає підготовку проб води до екстракції, проведення екстракції, концентрування та хроматографування, згідно корисної моделі, хроматографуванням досліджуваної проби проводять на пластинках "Сорбфіл" в системі рухомої фази, детектуванням реагентом бромфеноловим синім з наступним обприскуванням 10 % водним розчином оцтової кислоти, та ідентифікацією N-(4-трет-бутилбензил)-4-хлор-3-етил-1-метилпіразол-5-карбоксаміду.

Спосіб ґрунтується на екстракції тебуфенпіраду із проб води дихлорметаном (при pH 5) та визначенні методом тонкошарової хроматографії.

Спосіб здійснюється наступним чином:

Підготовка проби: 500 мл води вносять у ділильну ліжку місткістю 1000 мл. Додають 50 мл ацетону та екстрагують тебуфенпірад тричі по 30 мл дихлорметану. Після розділення шарів збирають дихлорметановий (нижній) шар у конічну колбу місткістю 250 мл з безводним сульфатом натрію (20-25 г) та сушать шляхом настоювання впродовж 30 хвилин. Екстракт переносять у грушоподібну колбу для відгону розчинників і випаровують на ротаційному випарнику за температури водяної бані не вище 45 °C до об'єму 0,2-0,3 мл, потім до сухого залишку струменем сухого повітря.

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.

- 5 Для підбору оптимальних умов тонкошарової хроматографії тебуфенпіраду було проведено серію лабораторних експериментів.

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

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

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

- 15 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 бромфеноловий синій з наступним обприскуванням 10 % водним розчином оцтової кислоти.

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-хлороформ (1+5, об.+об.)	0,72
ацетон-гексан (1+1, об.+об.)	0,90
ацетон-гексан (1+4, об.+об.)	0,60
ацетон-гексан (1+5, об.+об.)	0,50
ацетон-гексан (1+9, об.+об.)	0,40

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

- 20 Із таблиці 3 видно, що в системах рухомих розчинників на основі ацетону та ацетон-гексану (1+1, об.+об.) рухомість тебуфенпіраду висока (величина Rf знаходиться практично на рівні фронту), а на основі хлороформу та гексану - низька (величина Rf знаходиться майже на рівні старту).

- 25 Встановлено (табл. 3), що для розділення тебуфенпіраду та коекстрактивних речовин найбільш ефективно використовувати пластинку "Сорбфіл" та суміш ацетон-гексан (1+5, об.+об.) у якості рухомої фази.

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

- 30 Запропонований спосіб відрізняється тим, що в результаті скорочення ряду операцій має більш високу продуктивність у порівнянні з раніше розробленими способами, дозволить прискорити, спростити виконання та знизити вартість дослідження вмісту тебуфенпіраду у воді.

Розробка і апробація способу визначення тебуфенпіраду у пробі води 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. The Pesticide Manual / [edited by Clive Tomlin]. - United Kingdom.: Crop Protection Publications, 1994.-1341 p.
3. Методичні вказівки з визначення тебуфенпіраду у воді методом газорідної хроматографії: Методичні вказівки №1078-2011 // Погоджено МОЗ 01.03.2011, Постанова №6, затверджено Міністерством охорони навколишнього природного середовища 25.03.2011, Наказ №95.
4. Клисєнко М.А, Александрова Л.Г. Определение остаточных количеств пестицидов. Под ред. акад. АН УССР, чл.-кор. АМН СССР Ю.И. Кундиева. - Киев, "Здоров'я".-1983.-247 с.
5. Клисєнко М.А, Александрова Л.Г., Демченко В.Ф., Макарчук Т.Л. Аналітична хімія залишкових кількостей пестицидів. Навч. посібник. Інститут екогігієни та токсикології імені Л.І.Медведя. - Київ.-1999.-238 с.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 20 Спосіб визначення тебуфенпіраду у воді, що включає підготовку проб води до екстракції, проведення екстракції, концентрування та хроматографування, який **відрізняється** тим, що хроматогування досліджуваної проби проводять на пластинках "Сорбфіл" в суміші ацетон-гексан (1+5, об.+об.) в системі рухомої фази, з наступним детектуванням компонентів реагентом бромфеноловим синім та наступним обприскуванням 10 % водним розчином оцтової кислоти,
- 25 та ідентифікацією N-(4-трет-бутилбензил)-4-хлор-3-етил-1-метилпіразол-5-карбоксаміду.

Комп'ютерна верстка І. Мироненко

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