

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **20685**

(13) **С1**

(46) **2016.12.30**

(51) МПК

G 01N 30/02 (2006.01)

(54) СПОСОБ ОДНОВРЕМЕННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПИРИМЕТАНИЛА И ДИТИАНОНА ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ИЛИ СМЫВАХ С КОЖНЫХ ПОКРОВОВ

(21) Номер заявки: а 20131241

(22) 2013.10.28

(43) 2015.06.30

(71) Заявитель: Республиканское унитарное предприятие "Научно-практический центр гигиены" (ВУ)

(72) Автор: Юхник Анна Владимировна (ВУ)

(73) Патентообладатель: Республиканское унитарное предприятие "Научно-практический центр гигиены" (ВУ)

(56) МУК 4.1.3000-12. Измерение концентраций пириметанила в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методические указания.

МУК 4.1.1425-03. Методические указания по измерению концентраций дитианона в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

МУК 4.1.1424-03. Методические указания по определению остаточных количеств дитианона в воде, почве, яблоках, зерне и зеленой массе зерновых колосовых культур методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

МУК 4.1.2069-06. Методические указания по определению остаточных количеств дитианона в винограде, виноградном соке, персиках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

МУК 4.1.2990-12. Измерение остаточного содержания пириметанила в воде, почве, картофеле, винограде, землянике, томатах, семечковых плодовых культурах, виноградном, томатном и яблочном соках методом капиллярной газожидкостной хроматографии. Методические указания.

SHIM J.-H. et al. Biomedical Chromatography. - 2007. - Vol. 21. - P. 1279-1283.

BAKER P.G. et al. Analyst. - 1984. - Vol. 109. - P. 81-83.

VERMA B.C. et al. Journal of AOAC International. - 1999. - Vol. 82. - No. 6. - P. 1298-1302.

(57)

Способ одновременного определения концентраций пириметанила и дитианона при их совместном присутствии в воздухе рабочей зоны или смывах с кожных покровов, при котором отбирают пробу путем аспирации исследуемого воздуха через фильтр "синяя лента" в течение 10 мин со скоростью 10 л/мин или путем смыва с кожного покрова площадью 100 см² марлевым тампоном, смоченным смесью воды и этилового спирта в соотношении 1:1, фильтр или марлевый тампон, из которого предварительно удаляют этиловый спирт, трижды обрабатывают 10 см³ ацетонитрила при встряхивании в течение 10 мин на электровстряхивателе, объединенный экстракт ацетонитрила фильтруют через фильтр "синяя лента", удаляют ацетонитрил на ротационном испарителе досуха, сухой остаток экстракта

ВУ 20685 С1 2016.12.30

BY 20685 C1 2016.12.30

растворяют в 1 см³ подвижной фазы и анализируют на высокоэффективном жидкостном хроматографе "Agilent 1260 Infinity" с диодно-матричным детектором, хроматографической колонкой Hypersil BDS-C18 длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, зернением фазы 5 мкм и аналогичной предколонкой, при этом в качестве подвижной фазы используют смесь ацетонитрила и бидистиллированной воды в соотношении 85:15, скорость подвижной фазы составляет 0,4 см³/мин, а рабочая длина волны детектора 265 нм, после чего определяют концентрацию пириметанила и дитианона методом абсолютной калибровки.

Изобретение относится к медицине, к разделу аналитической химии пестицидов, и может использоваться для контроля за содержанием компонентов препарата "Скала Плюс" и других пестицидных препаратов, содержащих пириметанил и дитианон, в воздухе рабочей зоны или смывах с кожных покровов при их производстве и использовании в сельском хозяйстве.

Заявителю неизвестен способ одновременного определения микроколичеств пириметанила и дитианона в одной пробе методом высокоэффективной жидкостной хроматографии, в связи с чем не может быть указан ближайший аналог заявляемого изобретения.

Задачей заявляемого изобретения является создание способа, позволяющего быстро с высокой чувствительностью, селективностью и точностью проводить с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии определение содержания пириметанила и дитианона в препарате "Скала Плюс" и других препаратах, содержащих вышеуказанные компоненты.

Поставленная задача достигается следующим образом.

Предложен способ одновременного определения концентраций пириметанила и дитианона при их совместном присутствии в воздухе рабочей зоны или смывах с кожных покровов, при котором отбирают пробу путем аспирации исследуемого воздуха через фильтр "синяя лента" в течение 10 мин со скоростью 10 л/мин или путем смыва с кожного покрова площадью 100 см² марлевым тампоном, смоченным смесью воды и этилового спирта в соотношении 1:1, фильтр или марлевый тампон, из которого предварительно удаляют этиловый спирт, трижды обрабатывают 10 см³ ацетонитрила при встряхивании в течение 10 мин на электровстряхивателе, объединенный экстракт ацетонитрила фильтруют через фильтр "синяя лента", удаляют ацетонитрил на ротационном испарителе досуха, сухой остаток экстракта растворяют в 1 см³ подвижной фазы и анализируют на высокоэффективном жидкостном хроматографе "Agilent 1260 Infinity" с диодно-матричным детектором, хроматографической колонкой Hypersil BDS-C18 длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, зернением фазы 5 мкм и аналогичной предколонкой, при этом в качестве подвижной фазы используют смесь ацетонитрила и бидистиллированной воды в соотношении 85:15, скорость подвижной фазы составляет 0,4 см³/мин, а рабочая длина волны детектора 265 нм, после чего определяют концентрацию пириметанила и дитианона методом абсолютной калибровки.

Пример 1. Для определения двух действующих компонентов, пириметанила и дитианона, имеющих в препарате "Скала Плюс", в воздухе рабочей зоны через бумажный фильтр "синяя лента" аспирируют исследуемый воздух в течение 10 мин со скоростью 10 л/мин. Фильтр помещают в колбу, заполненную 10 см³ ацетонитрила с последующим встряхиванием колбы с содержимым в течение 10 мин на электровстряхивателе, после чего полученный экстракт сливают в коническую колбу, данную манипуляцию повторяют еще дважды. Объединенный ацетонитрильный экстракт фильтруют через фильтр "синяя лента" в приемную колбу для последующей отгонки на ротационном испарителе. Ацетонитрил отгоняют на ротационном испарителе досуха, после чего сухой остаток растворя-

BY 20685 C1 2016.12.30

ют в 1 см^3 подвижной фазы и анализируют на высокоэффективном жидкостном хроматографе "Agilent 1260 Infinity" с диодно-матричным детектором с хроматографической колонкой Hypersil BDS-C18 длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, зернением фазы 5 мкм и аналогичной предколонкой, при этом рабочая длина волны составляет 265 нм, а в качестве подвижной фазы используют смесь ацетонитрил - бидистиллированная вода в соотношении 85:15 соответственно, причем подвижная фаза имеет скорость $0,4 \text{ см}^3$ в минуту. Время удерживания пириметанила при выбранных условиях составляет 5,9 мин, дитианона - 5,3 мин. Количественную оценку осуществляют методом абсолютной калибровки по площадям хроматографических пиков. Линейный диапазон детектирования 1-50 нг. Степень извлечения - 85-94 %. Чувствительность метода при отборе 100 дм^3 - $0,0005 \text{ мг/м}^3$ для пириметанила и $0,001 \text{ мг/м}^3$ для дитианона.

Пример 2.

Для определения двух действующих компонентов, пириметанила и дитианона, имеющих в препарате "Скала Плюс", в смывах с кожных покровов марлевым тампоном, смоченным смесью вода-этиловый спирт в соотношении 1:1, производят смыв с кожного покрова с площади 100 см^2 , марлевый тампон помещают в герметичную склянку (перед началом исследования склянку открывают и помещают в водяную баню с температурой $40 \text{ }^\circ\text{C}$ и оставляют под тягой на 30 мин при периодическом встряхивании для удаления этилового спирта), заполненную 10 см^3 ацетонитрила с последующим встряхиванием склянки с содержимым в течение 10 мин на электровстряхивателе. Далее полученный экстракт сливают в коническую колбу, данную манипуляцию повторяют еще дважды. Объединенный ацетонитрильный экстракт фильтруют через фильтр "синяя лента" в приемную колбу для последующей отгонки на ротационном испарителе, из экстракта ацетонитрил удаляют на ротационном испарителе досуха. После этого сухой остаток растворяют в 1 см^3 подвижной фазы и анализируют на высокоэффективном жидкостном хроматографе "Agilent 1260 Infinity" с диодно-матричным детектором с хроматографической колонкой Hypersil BDS-C18 длиной 150 мм, внутренним диаметром 4,6 мм, зернением фазы 5 мкм и аналогичной предколонкой, при этом рабочая длина волны составляет 265 нм, а в качестве подвижной фазы используют смесь ацетонитрил - бидистиллированная вода в соотношении 85:15 соответственно, причем подвижная фаза имеет скорость $0,4 \text{ см}^3/\text{мин}$. Количественную оценку осуществляют методом абсолютной калибровки по площадям хроматографических пиков. Линейный диапазон детектирования 1-50 нг. Нижний предел измерения концентрации пириметанила и дитианона в смывах с кожных покровов составляет $0,0005 \cdot 10^{-3}$ и $0,001 \cdot 10^{-3} \text{ мг/см}^2$ соответственно. Степень извлечения не менее 90 %.

Таким образом, достигаемый технический результат заключается в том, что предложенный способ позволяет быстро с высокой чувствительностью, селективностью и точностью определять содержание компонентов препарата "Скала Плюс" и других пестицидных препаратов, содержащих пириметанил и дитианон, по их действующим компонентам в воздухе рабочей зоны или смывах с кожных покровов, что позволяет своевременно предотвращать загрязнение окружающей среды.