

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **20897**

(13) **С1**

(46) **2017.04.30**

(51) МПК

G 01N 30/02 (2006.01)

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

(21) Номер заявки: а 20131242

(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 4.1.2346-08. Измерение концентраций клотианидина в воздухе рабочей зоны, смывах с кожных покровов операторов и атмосферном воздухе населенных мест методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методические указания.

МУК 4.1.2767-10. Измерение концентраций флуоксастробина, клотианидина, протиоконазола и тебуконазола в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов хроматографическими методами. Методические указания.

МУК 4.1.2995-12. Измерение концентраций пенфлуфена в воздухе рабочей зоны и смывах с кожных покровов операторов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методические указания.

МУК 4.1.3027-12. Определение остаточных количеств пенфлуфена в воде, почве и клубнях картофеля методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методические указания. Wang Z. et al. Journal of Food, Agriculture and Environment. - 2012. - Vol. 10. - P. 232-236.

Martel A.-C. et al. Intern. J. Environ. Anal. Chem. - 2011. - Vol. 91. - No. 10. - P. 978-988.

Zhang Y. et al. Analytical Methods. - 2013. - Vol. 5. - P. 1449-1455.

(57)

Способ одновременного определения концентраций клотианидина и пенфлуфена 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 15 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 высокоэффек-

ВУ 20897 С1 2017.04.30

тивном 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 80:20, скорость подвижной фазы составляет 0,5 см³ в минуту, а рабочая длина волны детектора 250 нм, после чего определяют концентрацию клотианидина и пенфлуфена методом абсолютной калибровки.

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

Заявителю не известен способ одновременного определения микроколичеств клотианидина и пенфлуфена 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 клотианидина и пенфлуфена в препарате "Эместо Квантум" и других препаратах, содержащих вышеуказанные компоненты.

Поставленная задача достигается следующим образом.

Предложен способ одновременного определения концентраций клотианидина и пенфлуфена 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 15 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 80:20, скорость подвижной фазы составляет 0,5 см³ в минуту, а рабочая длина волны детектора 250 нм, после чего определяют концентрацию клотианидина и пенфлуфена методом абсолютной калибровки.

Пример 1.

Для определения двух действующих компонентов, клотианидина и пенфлуфена, имеющих в препарате "Эместо Квантум", 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 15 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 растворяют в

BY 20897 C1 2017.04.30

1 см³ 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 250 нм, а в качестве подвижной фазы используют смесь ацетонитрил - бидистиллированная вода в соотношении 80:20 соответственно, причем подвижная фаза имеет скорость 0,5 см³ в минуту. Время удерживания клотианидина при выбранных условиях составляет 3,5 мин, пенфлуфена - 5,5 мин. Количественную оценку осуществляют методом абсолютной калибровки по площадям хроматографических пиков. Линейный диапазон детектирования 2-50 нг. Степень извлечения - 88-95 %. Чувствительность метода при отборе 100 дм³ - 0,001 мг/м³ для клотианидина и 0,001 мг/м³ для пенфлуфена.

Пример 2.

Для определения двух действующих компонентов, клотианидина и пенфлуфена, имеющих в препарате "Эместо Квантум", в смывах с кожных покровах марлевым тампоном, смоченным смесью вода-этиловый спирт в соотношении 1:1, производят смыв с кожного покрова с площади 100 см², марлевый тампон помещают в герметичную склянку (перед началом исследования склянку открывают и помещают в водяную баню с температурой 40 °С и оставляют под тягой на 30 мин при периодическом встряхивании для удаления этилового спирта), заполненную 15 см³ 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 см³ 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 250 нм, а в качестве подвижной фазы используют смесь ацетонитрил - бидистиллированная вода в соотношении 80:20 соответственно, причем подвижная фаза имеет скорость 0,5 см³ в минуту. Количественную оценку осуществляют методом абсолютной калибровки по площадям хроматографических пиков. Линейный диапазон детектирования 2-50 нг. Нижний предел измерения концентрации клотианидина и пенфлуфена в смывах с кожных покровов составляет 0,001·10⁻³ и 0,001·10⁻³ мг/см² соответственно. Степень извлечения не менее 91 %.

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