

РОЗРОБКА ТА ВАЛІДАЦІЯ МЕТОДУ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ЦИАНТРАНІЛПРОЛУ МЕТОДОМ ВЕРХ В ТОРГОВИХ ПРЕПАРАТАХ ПЕСТИЦИДІВ

*Дзьоба І. Р.*¹, Логінська О. В.¹, Крулікевич М. М.¹, Чубірка Є. М.^{1,2}, Чубірка Н. П.^{1,2}

¹Ужгородська ПДКТЛ, Ужгород, Україна

²Навчально-науковий інститут хімії та екології ДВНЗ «УЖНУ», Ужгород, Україна
vvupdktl@gmail.com

Циантраніліпрол – діюча речовина досить великої кількості торгових препаратів інсектицидів. Відповідно до даних Державного реєстру пестицидів та агрохімікатів, дозволених до використання в Україні зареєстровано близько 10 торгових препаратів засобів захисту рослин до складу яких входить циантраніліпрол. Виражені інсектицидні властивості циантраніліпролу дозволяють широко застосовувати його для боротьби з різноманітними фітофагами серед яких зокрема, трипси (*Thysanoptera*), листогризучі жуки (*Chrysomelidae*), блокрилки (*Aleyrodidae*), тощо. Більшість зазначених шкідників завдають значних економічних втрат при вирощуванні ряду сільськогосподарських культур та значно знижують експортний потенціал України. Також варто відзначити, що за даними ЄОЗР частка контрафактних та фальсифікованих засобів захисту рослин складає близько 7 % та 30 % відповідно від всього ринку ЗЗР. Саме тому розробка експресної та простої методики визначення вмісту циантраніліпролу в торгових препаратах методом обернено-фазової високоефективної рідинної хроматографії (ОФ-ВЕРХ) є актуальним завданням.

Для визначення вмісту циантраніліпролу (ЦАП) в торгових препаратах використовували метод абсолютного калібрування. Вихідний стандартний розчин ЦАП з масовою концентрацією 100 мкг/мл готували з аналітичного стандарту (СРМ) виробництва Sigma-Aldrich. Калібрувальні розчини готували в день проведення експерименту шляхом розведення вихідного розчину. Всі розчини готували на рухомій фазі $\text{CH}_3\text{OH}-\text{H}_2\text{O}$.

Оскільки, препаративна форма торгових препаратів з ЦАП – емульсія, це значно полегшує його пробопідготовку. Аліквоту досліджуваного зразку об'ємом 1 мл відбирали від випробувального зразку, кількісно переносили в мірну колбу на 10 мл та доводили до мітки рухомою фазою $\text{CH}_3\text{OH}-\text{H}_2\text{O}$. Отриманий розчин фільтрували через скляний фільтр з діаметром пор – 0,45 мкм, переносили у віалу та хроматографували в оптимізованих умовах.

Хроматографування здійснювали на рідинному хроматографі Agilent 1260 Infinity II з UV/ VIS детектором. Обробку експериментальних даних проводили з використання програмного пакету OpenLabCDS.

Умови хроматографування. Хроматографічна колонка ZORBAX Eclipse Plus C18 (зернистість сорбенту – 5 мкм, довжина колонки – 250 мм, внутрішній діаметр – 4,6 мм). Швидкість потоку елюенту – 1 мл/хв, довжина хвилі – 265 нм, час розгортки хроматограми – 10 хв, склад рухомої фази – $\text{CH}_3\text{OH}-\text{H}_2\text{O}$ (55 об.:%:45 об.:%), об'єм інжекції – 10 мкл, температура термостату колонки – 25 °С.

Валідацію методу проводили відповідно до нормативних документів ФАО/ВООЗ та СІРАС. Дані валідації наведено в таблиці 1. За отриманими валідаційними характеристиками метод відповідає вимогам SANCO/3030/99.

Таблиця 1. Валідаційні характеристики визначення ЦАП методом ОФ-ВЕРХ

Точність (оцінена через RSDr), %	Ступінь повернення (recovery), %	Межа кількісного визначення (LOQ), мкг/мл
0,89	97,8–102,2	9,80