

## ВДОСКОНАЛЕННЯ АНАЛІТИЧНОГО КОНТРОЛЮ ЗА ЗАСТОСУВАННЯМ ПЕСТИЦИДІВ В СИСТЕМІ ХІМІЧНОГО ЗАХИСТУ НУТУ

*Коришун О.М.* <https://orcid.org/0000-0003-1591-7340>

*Ліпавська А.О.* <https://orcid.org/0000-0001-5870-2206>

*Мілохов Д.С.* <https://orcid.org/0000-0002-7493-3634>

*Аврамчук А.О.* <https://orcid.org/0000-0002-0469-1959>

*Омельчук С.Т.* <https://orcid.org/0000-0003-3678-4241>

*Інститут гігієни та екології Національного медичного університету імені О.О. Богомольця,  
Київ, Україна*

lab\_chrom@ukr.net

**Актуальність.** На сьогоднішній день відсутні затверджені в Україні методики визначення в зерні нуту азоксистробіну, тіабендазолу, флудіоксонілу та піридату. Тому існує потреба наукового обґрунтування вибору методу, розробки умов пробопідготовки зерна нуту, якісної ідентифікації та кількісного визначення в цій матриці діючих речовин пестицидних препаратів, які входять до системи захисту нуту. Це дозволить контролювати встановлені гігієнічні нормативи пестицидів та мінімізувати їх негативний вплив на здоров'я населення та довкілля.

**Ціль:** розробити методики визначення в зерні нуту азоксистробіну, тіабендазолу, флудіоксонілу та піридату.

**Матеріали та методи.** Хроматографічний аналіз проводили на рідинних хроматографах фірми Шімадзу (Японія) із застосуванням ультрафіолетового та флуоресцентного детектування.

Для статистичної обробки результатів використовували пакет статистичних програм IBM SPSS StatisticsBase v.22 та MS Excel.

**Результати.** Розроблені нами оптимальні умови пробопідготовки зерна нуту та хроматографічного вимірювання азоксистробіну, флудіоксонілу, тіабендазолу та піридату (як суми піридату та його метаболіту – піридафолу) з межами кількісного визначення 0,1; 0,1; 0,01 та 0,05 мг/кг, відповідно, забезпечують визначення аналізованих сполук на необхідному рівні (міра правильності становить (72-75) %) та дозволяють контролювати встановлені гігієнічні нормативи цих сполук в зерні нуту.

**Висновки.** Розроблені методики визначення азоксистробіну, флудіоксонілу, тіабендазолу та піридату в зерні нуту методом високоефективної рідинної хроматографії дозволяють контролювати встановлені гігієнічні нормативи, отримувати репрезентативну інформацію щодо вмісту залишків пестицидів, що є передумовою оцінки ризику застосування хімічних засобів захисту рослин.

**Ключові слова:** пестициди, зерно нуту, межа кількісного визначення, високоефективна рідинна хроматографія (ВЕРХ).

**Актуальність.** Зернобобові культури – незамінні учасники сівозміни, оскільки у симбіозі з азотфіксуючими бактеріями насичують ґрунт азотом, чим сприяють урожайності найціннішої зернової культури – пшениці озимої. Однією з найдавніших та найпоширеніших зернобобових культур є нут, який використовують в усьому світі на харчові та кормові цілі. Поєднання найвищих серед зернобобових культур посухо-, жаро- та холодостійкості робить нут унікальним і сприяє його популярності, особливо, в зв'язку із сучасними змінами погодних умов [1].

Тому закономірно, що в Україні збільшують площі під цією сільськогосподарською культурою і стає потреба в отриманні високих урожаїв, що на сьогоднішній час неможливо без застосування пестицидних препаратів. Це, в свою чергу, обумовлює необхідність здійснення гігієнічного контролю залишкових кількостей їх діючих речовин в зерні нуту.

В 2018-2019 роках були проведені державні медико-біологічні випробування наступних препаратів на цій культурі: фунгіциду для передпосівної обробки

насіння Максим Адванс 195 FS, ТН (діючі речовини (д.р.) – тіабендазол, флудіоксоніл та металаксил-М) з нормою витрати препарату (н.в.) 1,0 л/т, післясходового гербіциду Лентагран 600, КЕ (д.р. – піридат) з н.в. 2,0 л/га одноразово та фунгіциду Кустодія, КС (д.р. – азоксистробін + тебуконазол) з н.в. 1,2 л/га дворазово.

**Ціль:** розробити методики визначення в зерні нуту азоксистробіну, тіабендазолу, флудіоксонілу та піридату

### МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ

Для приготування (в ацетонітрилі) вихідних стандартних розчинів досліджуваних сполук з концентрацією 100 мкг/мл використовували аналітичні стандарти (98,1-99,9) % чистоти. Послідовним розведенням вихідних розчинів готували 5 робочих градувальних розчинів та контрольний розчин кожної діючої речовини.

Хроматографічний аналіз розчинів досліджуваних сполук проводили на рідинних хроматографах

LC-10AS, LC-10AD та LC-20AD фірми Шимадзу (Японія) з ультрафіолетовим та флуоресцентним детектуванням. Після вибору оптимальних умов хроматографування здійснювали хроматографічний аналіз кожного градуовального розчину 3 рази для побудови графіків залежності площі хроматографічного піку сполуки від концентрації.

Правильність визначення досліджуваних діючих речовин в пробах зерна нуту перевіряли методом «внесено–знайдено». Ідентифікацію досліджуваної сполуки в екстрактах проб проводили за часом її утримування в градуовальних розчинах, кількісне визначення здійснювали методом абсолютного градування.

Статистичну обробку результатів проводили з використанням пакету статистичних програми IBM SPSS Statistics Base v.22 та MS Excel. При статистичному аналізі отриманих даних використано описативну статистику, кореляційний та регресійний аналізи. Значимість отриманих рівнянь регресії перевіряли за F-статистикою Фішера.

## РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

Для досягнення мети було необхідно обрати метод, розробити умови якісної ідентифікації та кількісного визначення зазначених діючих речовин, а також умови підготовки зразків зерна нуту до аналізу.

Серед хроматографічних методів, які залишаються на даний час основним інструментом аналітичної хімії пестицидів, провідне місце за частотою використання займає високоефективна рідинна хроматографія (ВЕРХ) [2, 3]. Найбільш активно при розробці нових методик визначення мікрокількостей пестицидів різних хімічних класів в об'єктах навколишнього та виробничого середовища, сільськогосподарській сировині та харчових продуктах використовують метод обернено-фазової ВЕРХ, який є найпоширенішим варіантом ВЕРХ [2].

Досліджувані діючі речовини – фунгіциди азоксистробін, тіабендазол, флудіоксоніл та гербіцид піридат – належать до різних хімічних класів (стробілуринів, бензімідазолів, фенілпіролів та фенілпіридазинів, відповідно). До того ж, метаболізм піридату в рослинах обумовлює необхідність визначення не лише піридату, а й його метаболіту – піридафолу. Враховуючи фізико-хімічні властивості азоксистробіну, тіабендазолу, флудіоксонілу, піридату та піридафолу, а саме: їх низьку леткість, молекулярну масу (< 3000), кращу розчинність в полярних розчинниках, ніж в неполярних, ми обрали серед усіх хроматографічних методів метод обернено-фазової ВЕРХ [2, 4].

Обернено-фазова хроматографія характеризується неполярним адсорбентом (нерухома фаза) та полярним елюентом (рухома фаза). Найпоширенішою нерухомою фазою є обернена фаза C18, яку застосовують для розділення як неполярних, так і полярних

водорозчинних сполук [5]. Так, для хроматографічного дослідження азоксистробіну та флудіоксонілу задовільною виявилася нерухома фаза Nucleosil (100-5) C18, яким була заповнена сталева колонка довжиною 25 см, внутрішнім діаметром 4,6 мм (250/4,6). Для аналізу тіабендазолу оптимальною виявилася нерухома обернена фаза C6H5, яку використовують для розділення ароматичних сполук. Тому визначення тіабендазолу проводили на Nucleosil (100-7) C6H5, яким була заповнена сталева колонка 250/4,6. Ще одна популярна нерухома фаза – CN – застосовується і як нормально-фазовий (CN), і як обернено-фазовий матеріал (CN-RP). Хроматографування піридафолу краще відбувалося на Nucleodur 100-5 CN-RP, яким була заповнена сталева колонка 250/4,6.

Для флудіоксонілу як рухома фаза використали суміш ацетонітрил–вода, для інших досліджуваних сполук краще підійшла суміш ацетонітрил+0,1 % водний розчин ортофосфорної кислоти у різних за об'ємом співвідношеннях.

В нашому дослідженні ми використовували ультрафіолетовий (УФ) детектор з дейтерієвою лампою. Оптимальне детектування азоксистробіну, флудіоксонілу та піридафолу відбувалося на довжині хвилі 260, 265 та 280 нм, відповідно. Враховуючи те, що тіабендазолу властива флуоресценція, і те, що чутливість флуоресцентного (ФЛ) детектора в 100 разів перевищує чутливість УФ детектора [2], для хроматографування тіабендазолу використали ФЛ детектор при довжині хвилі збудження та емісії – 300 та 350 нм, відповідно. Вибір елюенту обмежується типом детектора; зазначені вище рухомі фази задовольняють вимозі прозорості для УФ випромінювання [2].

Після підбору оптимальних умов якісної ідентифікації та кількісного визначення зазначених сполук були побудовані градуовальні залежності площі хроматографічних піків від концентрації у градуовальному розчині. Для цього в інжектор хроматографа з петлею 20 мкл вводили градуовальні розчини досліджуваних діючих речовин, починаючи з розчинів з максимальною концентрацією. Градуовальні залежності для кожної з досліджуваних сполук, що описані рівняннями лінійної регресії (табл. 1), було побудовано у відповідності до вимог міжнародного стандарту [6], коефіцієнти кореляції становили не менше 0,999.

Екстрагування діючої речовини з проби, очищення екстракту від супутніх домішок, концентрування, ідентифікація та кількісне визначення з застосуванням зовнішнього стандарту залишаються основними етапами методики визначення мікрокількостей пестицидів в сільськогосподарській продукції. Сучасні методичні вказівки повинні забезпечувати визначення аналізованої сполуки на рівні (70-120) %. Це підтверджують при розробці методики методом додавання стандартних розчинів до контрольних зразків об'єктів, що аналізуються [5, 7].

Розробка стадій підготовки проб зерна нуту до подальшого хроматографічного визначення в них досліджуваних сполук стала наступним етапом дослідження.

Основним способом вилучення пестицидів з різноманітних матриць залишається рідинна екстракція [8]. З метою кращого вилучення досліджуваних діючих речовин з зерна нуту випробовували різні екстрагенти та суміші. На підставі проведених досліджень з'ясовано, що для задовільного виділення з зерна нуту тіабендазолу підходить етилацетат; флудіоксонілу, піридату та піридафолу – ацетонітрил (для двох останніх при повторній екстракції корисно додати натрію хлорид); краща екстракція азоксистробіну відбувається сумішшю гексан+хлороформ (8+2, об+об). Отримані екстракти фільтрували через паперовий фільтр та сушили безводним натрію сульфатом; розчинник випаровували на ротаційному випарнику.

Отримані екстракти крім досліджуваної сполуки містять значну кількість супутніх домішок, які ускладнюють подальше хроматографічне визначення – призводять до появи сторонніх піків на хроматограмі та, отже, заважають її розшифруванню [5].

В сучасних методиках з визначення пестицидів, крім таких традиційних способів очищення, як перерозподіл у системі розчинників, що не змішуються, коагуляція та виморожування, все частіше використовують очищення за допомогою адсорбційної хроматографії. Це здійснюють або на колонках, що власноруч заповнюють певним сорбентом, або на картриджах для твердофазової екстракції. Останнє не лише результативно позбавляє від коекстрактивних речовин, але й дозволяє прискорити аналіз, зменшити використання органічних розчинників та трудові затрати, до того ж, асортимент застосовуваних на даний час картриджів дуже різноманітний. Іноді, щоб досягти більш низьких меж кількісного визначення без зменшення рівня надійності, при проведенні пробопідготовки використовують більш складний (багатостадійний) етап очищення екстрактів. Так, в методиці з визначення тіабендазолу достань було застосувати очищення способом перерозподілу в системі ацетонітрил–гексан, в методиках з визначення азоксистробіну та флудіоксонілу кращі результати були отримані при використанні колонок, заповнених власноруч флоризилом (умови кондиціонування колонки, внесення на неї екстракту проби та елюювання з колонки діючої речовини наведені в таблиці 2).

Розробка аналітичної методики, яка передбачає визначення не лише діючих речовин пестицидів, але і продуктів їх метаболізму, значно ускладнена: по-перше, екстрагування, очищення, хроматографічне розділення та детектування повинні охоплювати не лише діючу речовину, а й її метаболіти; по-друге, часто

існує необхідність отримання похідних або продуктів метаболізму діючої речовини.

Так, аналітична методика визначення піридату (як суми піридату та його метаболіту піридафолу) має деякі особливості пробопідготовки, хроматографічного детектування та кількісного визначення. Вона передбачає екстракцію піридату та його метаболіту піридафолу з зерна нуту, проведення гідролізу піридату з утворенням піридафолу, очищення за допомогою перерозподілу у системі розчинників, що не змішуються, з вилученням піридафолу, очищення за допомогою адсорбційної хроматографії та кількісне визначення методом обернено-фазової ВЕРХ з УФ детектуванням піридафолу з подальшим перерахунком на піридат (див. табл. 1, 2).

Оптимальні умови пробопідготовки зерна нуту та хроматографічного вимірювання в цій матриці досліджуваних діючих речовин наведені в таблицях 1 та 2. Вони покладені в основу методичних вказівок з визначення в зерні нуту азоксистробіну, флудіоксонілу, тіабендазолу та піридату (як суми піридату та піридафолу) з межами кількісного визначення 0,1; 0,1; 0,01 та 0,05 мг/кг, відповідно, та межами виявлення 0,03; 0,03; 0,003 та 0,02 мг/кг, відповідно. Розроблені методики забезпечують визначення аналізованих сполук на необхідному рівні (міра правильності знаходиться в діапазоні (72-75) %); наведені межі кількісного визначення дозволяють контролювати встановлені гігієнічні нормативи.

У натурних дослідженнях, що були проведені в рамках державних випробувань препаратів Максим Адванс 195 FS, ТН, Лентагран 600, КЕ та Кустодія, КС для захисту нуту в різних кліматичних зонах України (Полісся, Лісостеп, Степ) встановлено, що в зерні на момент збору урожаю залишкові кількості досліджуваних діючих речовин були меншими за відповідну межу виявлення.

## ВИСНОВКИ

Розроблені методики визначення азоксистробіну, флудіоксонілу, тіабендазолу та піридату в зерні нуту методом високоефективної рідинної хроматографії є високочутливими та дозволяють контролювати встановлені гігієнічні нормативи, отримувати достовірну та репрезентативну інформацію щодо вмісту залишків пестицидів, що є необхідною передумовою оцінки ризику застосування хімічних засобів захисту рослин.

Упровадження розроблених методик в практику роботи установ Держпродспоживслужби та Міністерства захисту довкілля та природних ресурсів України сприятиме вдосконаленню моніторингу пестицидів у довкіллі та проведенню заходів з мінімізації їх шкідливої дії на здоров'я населення.

**Умови визначення азоксистробіну, флудіоксонілу, тіабендазолу та піридафолу методом високоефективної рідинної хроматографії**

Характеристика методу визначення	Умови хроматографування			
	азоксистробін	флудіоксоніл	тіабендазол	піридафол
Детектування	УФ детектор, 260 нм	УФ детектор, 265 нм	ФЛ детектор, збудження – 300 нм, емісія – 350 нм	УФ детектор, 280 нм
Нерухома фаза, розмір колонки	Nucleosil (100-5) C <sub>18</sub> (250/4,6)	Nucleosil (100-5) C <sub>18</sub> (250/4,6)	Nucleosil (100-7) C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> (250/4,6)	Nucleodur 100-5 CN-RP (250/4,6)
Рухома фаза	ацетонітрил + 0,1 % водний р-н Н <sub>3</sub> РO <sub>4</sub> (55+45, об+об)	ацетонітрил + вода (65+35, об+об)	ацетонітрил + 0,1 % водний р-н Н <sub>3</sub> РO <sub>4</sub> (30+70, об+об)	ацетонітрил + 0,1 % водний р-н Н <sub>3</sub> РO <sub>4</sub> (40+60, об+об)
Об'ємна витрата рухомої фази, мл/хв	1	1	0,8	1
Об'єм, що піддається хроматографічному аналізу, мкл	20	20	20	20
Температура колонки, °С	30	30	кімнатна	30
Час утримування, хв	9,7±0,1	6,1±0,1	3,9±0,1	4,9±0,1
Залежність площі хроматографічного піку (ум. од.) від концентрації у градувальному розчині (ρ, мкг/мл)	S = 93,6+34484,4×ρ	S = 298,6+53271,5×ρ	S = -6437,2+1,2×ρ	S = 35,9+36288,6×ρ
Межа кількісного визначення в зерні нуту, мг/кг	0,1	0,1	0,01	0,05

Таблиця 2

**Умови пробопідготовки зерна нуту до визначення азоксистробіну, флудіоксонілу, тіабендазолу та піридафолу**

Етапи пробопідготовки	Умови пробопідготовки до визначення			
	азоксистробін	флудіоксоніл	тіабендазол	піридат (як сума піридафолу та піридафолу)
Екстракція	суміш гексан + хлороформ (8+2, об+об)	ацетонітрил	етилацетат	ацетонітрил з додаванням NaCl
	фільтрування через паперовий фільтр, підсушування безводним Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> та упарювання розчинника на ротаційному випарнику			
«Нетрадиційний» етап <sup>1</sup>	гідроліз піридафолу з утворенням метаболіту – піридафолу: при рН (11–12) впродовж 60 хвилин при кімнатній температурі; попереднє очищення: при рН (2–3) за допомогою перерозподілу у системі розчинників, що не змішуються, з вилученням піридафолу дихлорметаном; підсушування безводним Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> та упарювання розчинника на ротаційному випарнику			
Очищення	колонка Florisil (FL-PR) <sup>2</sup> кондиціонування колонки – гексаном; внесення екстракту та елюювання д.р. – сумішшю гексан+ацетон (8+2, об+об)	колонка Florisil (FL-PR) <sup>2</sup> кондиціонування колонки, внесення екстракту та елюювання д.р. – сумішшю гексан+ацетон (9+1, об+об)	перерозподіл у системі розчинників, що не змішуються (ацетонітрил–гексан), з вилученням д.р. ацетонітрилом	Strata™-X-AW 33 мкм Polymeric Weak Anion кондиціонування картриджу, внесення екстракту та промивання картриджу – метанолом; елюювання сполуки – 1 % розчином аміаку в метанолі
Концентрування	упарювання розчинника на ротаційному випарнику			
Підготовка проби до вводу в хроматограф	розчинення сухого залишку в ацетонітрилі (для піридафолу – в суміші ацетонітрил + 0,1 % водний розчин Н <sub>3</sub> РO <sub>4</sub> (40+60, об+об)) та проведення хроматографічного аналізу			

**Примітки:** 1 – стосується методики визначення піридафолу;

2 – колонка, заповнена власноруч Florisil (FL-PR), 200 мкм, фірма Феноменекс.

## REFERENCES

1. Kalenskaya SM, Novitskaya NV, Netupskaya IT. [The formation of the chickpea crop under the influence of elements of cultivation technology]. Bulletin of the Poltava State Agrarian Academy. 2012; 2: 21-5. [in Ukrainian] DOI: 10.31210/visnyk2012.02.03  
View at: Publisher site: <http://journals.pdaa.edu.ua/visnyk/article/view/542>  
URL: <https://www.pdaa.edu.ua/sites/default/files/visnyk/2012/02/021.pdf>
2. Stolyarov BV, Savinov IM, Wittenberg AG et al. [Practical gas and liquid chromatography: textbook]. St. Petersburg: Publishing house of St. Petersburg. un-ta, 1998. 612 p. [in Russian]  
View at:  
Publisher site: <https://www.twirpx.com/file/177874/>
3. Kudris I.V., Kulikov A.Yu. [Evaluation of the variability of the relative retention times when using chromatographic columns grafted with C18 groups]. Methods for detecting chemistry analysis. 2014;9(1): 12-8. [in Russian]  
View at: Publisher site:  
PubMed: [http://nbuf.gov.ua/UJRN/Moca\\_2014\\_9\\_1\\_4](http://nbuf.gov.ua/UJRN/Moca_2014_9_1_4)  
URL: <http://chembull.univer.kharkov.ua/archiv/2014/09.pdf>
4. The PPDB A to Z List of Pesticide Active Ingredients. Pesticide Properties University of Hertfordshire  
View at: Publisher site: <http://sitem.herts.ac.uk/aeru/ppdb/en/atoz.htm>
5. Klisenko MA, Alexandrova LG, Demchenko VF, Makarchuk TL Analytical chemistry of pesticide residues: textbook. Kyiv: ECOGINTOX, 1999. 238 p. [in Ukrainian]
6. International standard ISO 0 8466-1: 1990 (E). [Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods to determine performance. Part 1: Statistical processing of a linear calibration function]. 10 p. [in Russian]  
View at: Publisher site: [https://standartgost.ru/g/ISO\\_8466-1:1990](https://standartgost.ru/g/ISO_8466-1:1990)
7. [On the use of norms of accuracy and correctness of measurements in the control of the content of chemicals in food raw materials, food and environmental objects and the correspondence between the values of MDR and MPC and the limits of analytical determination of chemicals] / Resolution of the Ministry of Health of Ukraine № 20 of April 20, 1999. [in Ukrainian]
8. Bublik LI, Gavrilyuk LL. Methods of monitoring and control of pesticide residues in agrocenoses. Plant protection and quarantine. 2014; 60.: 53-66. [in Ukrainian]  
View at: PubMed: [http://nbuf.gov.ua/UJRN/Zikr\\_2014\\_60\\_9](http://nbuf.gov.ua/UJRN/Zikr_2014_60_9)

Article history  
Received: 13.05.2021  
Revision requested: 29.05.2021  
Revision received: 09.06.2021  
Accepted: 24.06.2021  
Published: 30.06.2021

## УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ЗА ПРИМЕНЕНИЕМ ПЕСТИЦИДОВ В СИСТЕМЕ ХИМИЧЕСКОЙ ЗАЩИТЫ НУТА

*Коршун О.М., Ліпавська А.А., Мілохов Д.С., Аврамчук А.А., Омельчук С.Т.*

*Институт гигиены и экологии Национального медицинского университета имени А.А. Богомольца,  
Киев, Украина*

*lab\_chrom@ukr.net*

**Актуальность.** На сегодняшний день отсутствуют утвержденные в Украине методики определения в зерне нута азоксистробина, тиабендазола, флудиоксонила и пиридата. Поэтому существует необходимость научного обоснования выбора метода, разработки условий пробоподготовки зерна нута, качественной идентификации и количественного определения в этой матрице действующих веществ пестицидных препаратов, входящих в систему защиты нута. Это позволит контролировать установленные гигиенические нормативы пестицидов и минимизировать их негативное влияние на здоровье населения и окружающую среду.

**Цель:** разработать методики определения в зерне нута азоксистробина, тиабендазола, флудиоксонила и пиридата.

**Материалы и методы.** Хроматографический анализ проводили на жидкостных хроматографах фирмы Шимадзу (Япония) с использованием ультрафиолетового и флуоресцентного детектирования.

Для статистической обработки результатов использовали пакет статистических программ IBM SPSS StatisticsBase v.22 и MS Excel.

**Результаты.** Разработанные нами оптимальные условия пробоподготовки зерна нута и хроматографического определения азоксистробина, флудиоксонила, тиабендазола и пиридата (как суммы пиридата и его метаболита – пиридафола) с пределами количественного определения 0,1; 0,1; 0,01 и 0,05 мг/кг, соответственно, обеспечивают определение анализируемых соединений на необходимом уровне (мера правильности составляет (72–75) %) и позволяют контролировать установленные гигиенические нормативы этих соединений в зерне нута.

**Выводы.** Разработанные методики определения азоксистробина, флудиоксонила, тиабендазола и пиридата в зерне нута методом высокоэффективной жидкостной хроматографии позволяют контролировать установленные гигиенические нормативы, получать репрезентативную информацию относительно содержания остаточных количеств пестицидов, что является условием оценки риска использования химических средств защиты растений.

**Ключевые слова:** пестициды, зерно нута, предел количественного определения, высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ).

## IMPROVEMENT OF THE ANALYTICAL CONTROL FOR APPLICATION OF PESTICIDES IN THE SYSTEM OF CHEMICAL PROTECTION OF CHICKPEA

*Korshun O.M., Lipavska A.O., Milokhov D.S., Avramchuk A.O., Omelchuk S.T.*

Institute of Hygiene and Ecology of Bogomolets National Medical University, Kyiv, Ukraine

lab\_chrom@ukr.net

**Relevance.** To date, there are no approved methods in Ukraine for the determination of azoxystrobin, thiabendazole, fludioxonil and pyridate in grain chickpeas. Therefore, there is a need for scientific substantiation of the method selection, the development of conditions for sample preparation of chickpea grain, qualitative identification and quantification of pesticides in this matrix used in protection system of chickpea was given in the article, which will allow to control the established hygienic standards of pesticides and minimize pesticide negative impact on population health and the environment.

Objective of the research is to develop methods for the determination of azoxystrobin, thiabendazole, fludioxonil and pyridate in grain chickpea.

**Materials and methods.** Chromatographic analysis was performed by Shimadzu (Japan) liquid chromatographs using ultraviolet and fluorescent detection.

The package of IBM SPSS StatisticsBase v.22 and MS Excel statistical programs was used for statistical processing of results.

**Results.** Optimal conditions of sample preparation of chickpea grain and chromatographic determination of azoxystrobin, fludioxonil, thiabendazole and pyridate (as the sum of pyridate and its metabolite – pyridafol) with the limits of quantitative determination of 0.1; 0.1; 0.01 and 0.05 mg/kg, respectively, were developed to provide the determination of the analyzed compounds at the required level (the measure of correctness is (72–75)%) and the control of the established hygienic standards of these compounds in chickpea grain.

**Conclusions.** Developed methods for determination of azoxystrobin, fludioxonil, thiabendazole and pyridate in chickpea grain by high-performance liquid chromatography allow to control the established hygienic standards, to obtain representative information on the content of pesticide residues, which is a prerequisite for risk assessment of plant protection products.

**Keywords:** pesticides, chickpea grain, limit of quantification, high performance liquid chromatography (HPLC).