



УДК 547.495:1; 543:393; 340.67

ИЗОЛИРОВАНИЕ КАРБОФУРАНА ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО БИОЛОГИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА

В.К. ШОРМАНОВ
С.Г. ГАЛУШКИН
Е.А. КОВАЛЕНКО

*Курский
государственный
медицинский
университет*

e-mail: r-wladimir@yandex.ru

Определены оптимальные условия изолирования карбофурана из растительного биологического материала системой растворителей этилацетат-ацетон в соотношении 1:1 и дана количественная оценка результатов изолирования.

Ключевые слова: карбофуран, изолирование, одуванчик лекарственный, ТСХ, спектрофотометрия.

Карбофуран (О-(2,3-дигидро-2,2-диметилбензофуранил-7)метилкарбамат) является системным инсектицидом с акарицидными и нематоцидными свойствами, применяется как действующее вещество для производства протравителей семян, а также гранулированных препаратов для борьбы с почвенными вредителями.

Карбофуран по физическим свойствам представляет собой белое кристаллическое вещество с температурой плавления 153–154°C. Хорошо растворим в ацетоне, ацетонитриле, растворим в этаноле, в воде плохо растворим. При нагревании со щелочами и кислотами быстро разлагается, спиртовыми растворами щелочей разрушается даже при комнатной температуре [1, 4, 5].

При заделке в почву усваивается корнями растений, перемещается во все части растений. Карбофуран разрешен только на технических культурах. Срок разложения несколько месяцев и до года. Имеет ярко выраженную материальную и функциональную кумулятивность.

Карбофуран обладает значительной токсичностью для теплокровных организмов, проявляя антихолинэстеразное действие. LD₅₀ при пероральном введении для крыс составляет 8–14 мг/кг, для собак–19 мг/кг, для мышей–44 мг/кг. Описаны случаи отравления карбофураном, в том числе с летальным исходом [1, 6].

Отравления могут происходить при непосредственном контакте с веществом в процессе его производства, хранения и применения, вследствие аварий, в условиях загрязнения объектов окружающей среды отходами химических производств, выбросами в атмосферу и сточными водами предприятий, а также при суицидальных попытках [4, 6].

Широкое применение карбофурана, его высокая токсичность, наличие случаев летального отравления обуславливает необходимость изучения этого соединения в химико-токсикологическом отношении [2, 3, 7].

Целью данного исследования явилось изучение изолирования карбофурана из растительного биологического материала системой растворителей этилацетат-ацетон в соотношении 1:1, подбор оптимальных условий изолирования (объема изолирующего агента, времени и кратности настаивания).

Материалы и методы исследования. Объектом исследования явился карбофуран (О-(2,3-дигидро-2,2-диметилбензофуранил-7)метилкарбамат) фирмы «FMS Corporation» (США) с содержанием основного вещества не менее 99% (определено методом ГЖХ).

Изучали особенности изолирования карбофурана из растительного биологического материала системой растворителей этилацетат-ацетон в соотношении 1:1, предложенной ранее для изолирования данного соединения из биожидкостей [7].

Для этого готовили модельные смеси исследуемого вещества и мелкоизмельченных (размер частиц 0,2–0,5 мм) корней одуванчика лекарственного (*Taraxacum officinale*), которые выдерживали при 18–20°C в течение 1,5 часа после их приготовления. Осуществляли двукратное изолирование карбофурана при соотношении изолирующего агента и биологического материала 2:1 (по массе). Продолжительность каждого настаивания составляла 30 минут. Оба извлечения, полученные из каждой модельной смеси, объединяли, и часть объединенного извлечения наносили на пластины ВЭТСХ типа «Сорбфил» с люминесцентным индикатором и хроматографировали, используя подвижную фазу гексан-ацетон в соотношении 6:4 в присутствии вещества-свидетеля. На



хроматограммах карбофуран обнаруживался в виде тёмно-бордового пятна на более светлом фоне пластины в УФ-свете. Значение R_f составляло $0,76 \pm 0,03$. Элюирование карбофурана из сорбента осуществляли этанолом. Количество анализируемого вещества определяли методом спектрофотометрии при аналитической длине волны равной 278 нм. Расчеты осуществляли по уравнению градуировочного графика.

С помощью описанной выше схемы изолирования, очистки и определения карбофурана исследовали зависимость величины степени извлечения рассматриваемого вещества из биологического материала от продолжительности контакта изолирующей жидкости с биологическим материалом, кратности настаивания и количественного соотношения изолирующего агента и биологической ткани.

Изучалась зависимость степени извлечения карбофурана системой растворителей этилацетат-ацетон в соотношении 1:1 от концентрации анализируемого соединения в биологическом объекте. В каждом случае 25,00 г мелкоизмельченных корней одуванчика лекарственного (*Taraxacum officinale*), содержащих определенное количество карбофурана (от 2,50 до 50,00 мг), заливали 50 г системы растворителей этилацетат-ацетон (1:1) и выдерживали в течение 30 минут при периодическом перемешивании. Извлечение сливали с твердого остатка, а процесс настаивания повторяли по описанной выше схеме. Отдельные извлечения объединяли и фильтровали. 0,3 мл полученного фильтрата наносили на хроматографическую пластину ВЭТСХ «Сорбфил» с люминесцентным индикатором в виде полосы и осуществляли хроматографирование в присутствии вещества-свидетеля в стеклянной камере объемом 600 см³, используя в качестве элюента систему растворителей гексан-ацетон (6:4). После окончания процесса хроматографирования хроматограмму высушивали и проявляли в УФ-свете. Участок хроматограммы с пятном анализируемого вещества вырезали и элюировали вещество 5 мл этанола в течение 15 минут. Оптическую плотность элюата измеряли на СФ-56 в кювете с толщиной рабочего слоя 10 мм при аналитической длине волны равной 278 нм. В качестве фона использовали элюат, полученный в контрольном опыте. Количественное содержание рассматриваемого вещества рассчитывали с помощью уравнения градуировочного графика.

Результаты исследования и их обсуждение. В данном случае уравнение градуировочного графика имело вид:

$$D = 0,01496 \times C - 0,00519,$$

где D – оптическая плотность; C – концентрация, мкг/мл.

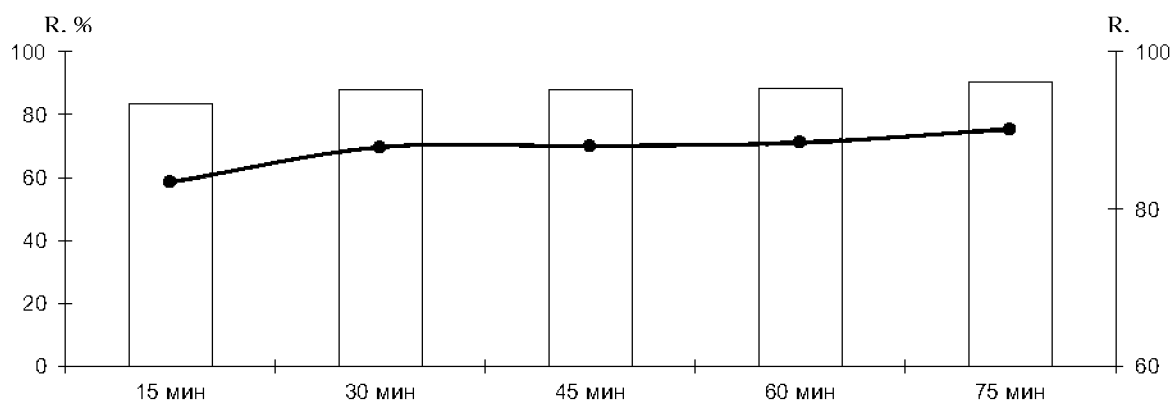


Рис. 1. Зависимость степени извлечения (R, %) карбофурана из растительного биологического материала от времени (двукратное изолирование системой этилацетат-ацетон (1:1), соотношение изолирующего агента и биологического материала 2:1 (по массе))

Установлено, что максимальная степень извлечения карбофурана из растительного биологического материала системой этилацетат-ацетон (1:1) достигается при продолжительности настаивания не менее 30 минут (рис. 1).

Исследование зависимости степени извлечения карбофурана от кратности настаивания показало, что для достаточно полного извлечения рассматриваемого вещества из растительного биологического материала необходимо двукратное настаивание биологического материала с изолирующим агентом при условии, что количество системы этилацетат-ацетон (1:1) в каждом случае должно превышать количество растительного биологического материала как минимум в 2 раза по массе (табл. 1).



Таблица 1

Зависимость степени извлечения (R, %) карбофурана из растительного биологического материала от соотношения количества биоматериала и системы этилацетат-ацетон (1:1) и от кратности настаивания (n=5)

Взято вещества, мг	Объем ацетона, мл	Кратность настаивания	Найдено вещества	
			мг	%
12,5	25	1	2,89	57,82
		2	0,88	17,63
		1+2	3,77	75,45
		3	0,55	11,03
		1+2+3	4,32	86,48
		4	0,27	5,34
12,5	50	1+2+3+4	4,59	91,82
		1	3,17	63,31
		2	1,23	24,56
		1+2	4,39	87,87
		3	0,30	5,96
		1+2+3	4,69	93,83
12,5	62,5	4	0,20	4,08
		1+2+3+4	4,90	97,91
		1	3,49	69,83
		2	0,94	18,73
		1+2	4,43	88,56
		3	0,28	5,72
12,5	75	1+2+3	4,71	94,28
		4	0,19	3,84
		1+2+3+4	4,93	98,12
		1	3,49	69,82
		2	0,96	19,25
		1+2	4,45	89,07
12,5	100	3	0,27	5,42
		1+2+3	4,72	94,50
		4	0,20	3,87
		1+2+3+4	4,94	98,37
		1	3,65	73,00
		2	0,83	16,61
12,5	100	1+2	4,48	89,60
		3	0,28	5,70
		1+2+3	4,77	95,30
		4	0,15	3,46
		1+2+3+4	4,95	98,76

Как свидетельствуют данные эксперимента, представленные в табл. 2, увеличение содержания карбофурана в модельных смесях в достаточно широком интервале концентраций (2,50 – 50,00 мг) при постоянной массе навески корней одуванчика лекарственного (*Taraxacum officinale*) (25,00 г) сопровождается лишь незначительным изменением значений степени извлечения, не превышающим 1,2 %. Это обстоятельство позволяет предположить, что взаимодействие молекул карбофурана со структурными элементами растительных тканей не приводит к образованию достаточно прочных связей.

Таблица 2

Зависимость степени извлечения (R, %) карбофурана из растительного биологического материала от количества карбофурана и биологического материала (по массе) (n = 5; P = 0,95)

Внесено нимесулида, мг в 25 г биоматериала	Найдено, %			
	\bar{X}	S	S _x	$\Delta \bar{X}$
50,0	88,06	1,93	0,86	2,40
25,0	87,75	2,01	0,90	2,50
12,5	87,51	2,20	0,98	2,73
5,0	87,13	2,41	1,08	2,99
2,5	86,92	2,59	1,16	3,22



Использование в качестве изолирующего агента системы растворителей этилацетат-ацетон в соотношении 1:1 и предложенные условия изолирования позволяют достичь достаточно высокой степени извлечения анализируемого вещества из мелкоизмельченных корней одуванчика лекарственного (*Taraxacum officinale*). Открываемый минимум составляет 1 мг карбофурана в 100 г биологического материала. Предложенная методика достаточно хорошо воспроизводима, отличается простотой выполнения, не требует применения сложной аппаратуры и значительных затрат времени на воспроизведение. Она может быть использована при оценке качества лекарственного растительного сырья.

Выводы.

1. Изучена возможность и определены оптимальные условия изолирования карбофурана из биологического материала растительного происхождения системой растворителей этилацетат-ацетон (1:1).

2. Дана количественная оценка изолирования рассматриваемого вещества из модельных смесей с мелкоизмельченными корнями одуванчика лекарственного (*Taraxacum officinale*) в предлагаемых оптимальных условиях.

Литература

1. Изолирование карбофурана из биологического материала, его идентификация и количественное определение / Р.Г.Мансурова, Н.В.Кубасова, В.В.Попкова, Ф.Г.Юсупова // Актуальные вопросы судебной медицины и права.- Казань, 2010.- Вып. 1. - 282 с.
2. Клисенко, М.А. Определение остаточных количеств пестицидов / М.А. Клисенко, Л.Г. Александра. - Киев: Здоровья.-1983.-284 с.
3. Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде. Т. 1 / под ред. М.А. Клисенко.- М.: Колос, 1992.- 566 с.
4. Справочник по пестицидам / Н. Н. Мельников, К. В. Новожилов, С. Р. Белан, Т. Н. Пылова. - М.: Химия, 1985. -52 с.
5. Справочник по пестицидам / Под ред. проф. А.В. Павлова. – Киев: Здоровья, 1986. – 131 с.
6. Судебно-химическое определение фурадана /В.К. Шорманов [и др.]// Судебно-медицинская экспертиза. -2005. –Т. 48, № 3. – С. 27-31.
7. Шорманов, В.К. Определение фурадана в биологических жидкостях / В.К. Шорманов, Е.А. Коваленко, Е.П. Дурицын // Судебно-медицинская экспертиза. – 2005. – Т. 48, № 5. – С. 36-39.

CARBOFURAN ISOLATION FROM A VEGETATIVE BIOLOGICAL MATERIAL

V.K. SHORMANOV
S.G. GALUSHKIN
E.A. KOVALENKO

*Kursk State
Medical University*

e-mail: r-wladimir@yandex.ru

The optimum conditions of carbofuran isolation from a vegetative biological material by system of solvents ethyl acetate-acetone in the ratio 1:1 were defined and the quantitative assessment of isolation results was given.

Keywords: carbofuran, isolation, dandelion medicinal, TLC, spectrophotometry.