

Ўринбоева Инобат Раҳимбой кизи, Зулфикариева Дилноза Алишеровна

ТИАКЛОПРИД ПЕСТИЦИДИНИ ЮПҚА ҚАТЛАМ ХРОМАТОГРАФИЯСИ УСУЛИДА ТАҲЛИЛ УСЛУБИНИ ИШЛАБ ЧИҚИШ

Тошкент фармацевтика институти
e.mail: inobatorinboyeva@gmail.com

Тиаклоприднинг юпқа қатлам хроматографияси усулида мўтадил таҳлил шароитлари ишлаб чиқилди. Тиаклопридни юпқа қатлам хроматографик таҳлил қилиш учун органик эритувчилар системаси, очувчи реагентлар, сорбентлар танлаб олинди. Усулнинг сезгирлиги, хусусийлиги ўрганилди.

Калит сўзлар: Тиаклоприд, юпқа қатлам хроматографияси, силуфол, силикагель, эритувчилар системаси, реагент.

Долзарблиги: Тиаклоприд неоникотиноид гуруҳи пестицидларига кириб, тўғридан-тўғри тупроққа ёки экин майдонларига сепилади ва шунинг учун атроф-муҳитнинг жиддий ифлосланишига олиб келиши мумкин. Тупроқ ва сув ҳавзаларида сақланиб қолиши натижасида инсон саломатлиги учун хавф туғдиради. Ўзбекистон Республикасида кишлоқ хўжалиги соҳасида ҳозирги кунда неоникотиноид гуруҳи пестицидлари оммавий равишда қўлланилиб келинмоқда. Неоникотиноид гуруҳи пестицидлари, жумладан тиаклоприд юқори токсиклиги билан ажралиб туради. Ушбу пестицидлар асосан барча ҳашаротларнинг никотиник-ацетилхолин рецепторларига таъсир қилиб, тутқаноқ ва фалажга олиб келади. Бу моддалар гуруҳи бошқа турдаги пестицидлардан кам дозада қўлланилганда ҳам юқори натижа бериши билан ажралиб туради. Бу эса кам миқдорда ҳам организмларнинг захарланишга олиб келади. Тиаклоприд билан захарланишнинг даражасига қараб инсон саломатлигида турли муаммоларини келтириб чиқариши мумкин. Енгил ва ўртача захарланиш қоринда оғриқ, бош оғриғи, қайт қилиш, бош айланиши, диарея ҳамда енгил жисмоний ва ақлий фаолият даражасининг пасайишига олиб келиши мумкин. Тиаклоприд билан оғир даражада захарлашнинг юз берганда гипотермия, нафас этишмовчилиги, пневмония, гипотензия, метаболик ацидоз (қондаги кислота мувозанати) ва қоринча дисритми (юрak уришининг тартибсизлиги)га олиб келиши мумкин [1]. Баъзи ҳолларда тиаклоприддан кучли захарланиш ҳолати ўлимга олиб келади. Тиаклоприд туфайли саратон пайдо бўлиши

мумкинлиги ҳақида ҳам тахминлар мавжуд. 2006 йил Нью-Йорк штати атроф-муҳитни муҳофаза қилиш бошқармаси берган ҳисоботида бир қанча ҳайвонларда олиб борилган тадқиқотлар натижасида тиаклоприд таъсирида каламушлар ва сичқонларда бачадон, қалқонсимон без ва тухумдон ўсмалари пайдо бўлиши қайд этилган. Ушбу ҳолатларга асосланиб, АҚШ Соғлиқни сақлаш вазирлигининг саратон касаллигини баҳолаш бўйича қўмитаси тиаклопридни "инсонлар учун канцероген бўлиши мумкин" деб ҳисоблаган. Шунинг учун тупроқ ва ер усти сув ҳавзаларида тиаклоприд қолдиқ миқдорлари даражасини аниқлаш жамоатчиликни қизиқтиради. Ушбу пестицидларни қўллаш орқали етиштирилаётган маҳсулотларнинг ҳосилдорлигини ошириб бориш билан бирга уларни етиштиришда меҳнат қилаётган ишчи ходимларни ҳамда ифлосланган маҳсулотни истеъмол қилган одамларнинг захарланишларига олиб келиши ва бунинг оқибатида ўлим ҳолатлари юз бераётганлиги кузатилмоқда [2]. Адабиётларда ўрганилган маълумотларга кўра, тиаклопридни кимё-токсикологик жиҳатдан етарлича ўрганилмаганлигини этиборга олган ҳолда тадқиқотлар талабларига мос келадиган сезгир, тезкор ва аниқлик даражаси юқори бўлган услубларни ишлаб чиқиш, шу билан бирга уларга таъсир кўрсатувчи омилларни ўрганиш долзарб вазифалардан бири ҳисобланади. Шундай усуллардан бири юпқа қатлам хроматография (ЮҚХ) усулидир. Усул бошқа усуллардан осонлиги, сезувчанлиги, ишлатилиш соҳасининг кенглиги сабабли ҳозирги кунга қадар суд-кимё ва кимё-

УДК 615.074.615.917

токсикологик таҳлилларда текширилаётган модда чинлигини аниқлашда, биологик объектлардан олинган ажратмаларни балласт моддалардан тозалашда ва бошқа моддалар, шунингдек, метаболитларидан ажратишда кенг қўлланилиб келинмоқда. Шу билан бирга, усул моддаларни хроматографик ажратиши ҳамда уларни миқдорини ҳам аниқлашга ёрдам бериши билан фарқланиб туради. Шулардан келиб чиқиб, тиаклопридни ЮҚХ усулида таҳлил қилиш услубларини ишлаб чиқишни мақсад қилиб қўйилди.

Тадқиқотнинг мақсади: тиклоприд пестицидини ЮҚХ усулида таҳлил қилиш услубини ишлаб чиқиш ва уни кимё-токсикологик объектлар учун қўллашдан иборат.

Усуллар ва услублар: Тиаклоприд стандарт моддасини ЮҚХ усулида чинлигини аниқлаш мақсадида органик эритувчилар аралашмасини ҳамда очувчи реактивларни танлаб олинди. Очувчи реактивларни танлаш мақсадида тиаклоприд стандарт намунасидан 0,05 г (аниқ тортма) олинди ва сиғими 50 мл ўлчов колбасига солиниб, 0,1 н НСІда эритилди. Ушбу ишчи стандарт эритмадан градуирланган капилляр найча ёрдамида олдиндан лаборатория шароитида тайёрлаб қўйилган силикагель билан қопланган хроматографик пластинкага бир-биридан 2 см узоқликда, 5 мм кенгликда доира шаклида 25 мкл миқдорда томизилди. Пластинка хона шароитида (18-20°C) қуритилди ва турли кимёвий хоссасига эга бўлган доғ ҳосил

қилувчи реактивлар пуркаб қўрилди. Бунда УБ-нурида кўнғир рангли доғ, Мунье бўйича модификацияланган Драгендорф реактиви билан сариқ фонда зарғалдоқ, бир оз вақт ўтгач тўқ кўнғир рангли доғ ҳосил бўлди. Концентрланган сульфат кислотаси таъсирида сариқ рангли доғ бўлганлиги кузатилди. Бромфенол кўки реактиви билан сариқ фонда кўк рангли доғларнинг пайдо бўлиши кузатилди.

Иزلанишларнинг кейинги босқичида тиаклопридни органик эритувчилар аралашмасида тақсимланиши ўрганилди. Таҳлил лаборатория шароитида тайёрланган силикагель билан қопланган хроматографик пластинкаларда олиб борилди. Пластинкаларни старт чизиғига тиаклопридни ишчи стандарт эритмасидан томизилди ва хона ҳароратида қуритилди ҳамда олдиндан эритувчилар аралашмасини буғи билан тўйинтирилган хроматографик камерага туширилди. Хроматографик камерада эритувчиларнинг старт чизиғидан кўтарилиб, финиш чизиғига етиб келганида, пластинкаларни камерадан олиб хона шароитида қуритилди ва моддани пластинкалар бўйлаб кўтарилиб тўпланган нуктасини аниқлаш мақсадида юқорида келтирилган реактивлардан бири Мунье бўйича модификацияланган Драгендорф реактиви билан пуркалди. Бунда ҳосил бўлган доғларнинг Rf қийматлари аниқланди.

Натижалар: Олиб борилган таҳлил натижалари 1-жадвалда келтирилди.

1-жадвал

ЮҚХ усулида тиаклопридни таҳлилида фойдаланилган органик эритувчилар аралашмасини танлаш натижалари

№	Органик эритувчилар аралашмаси	Тиаклоприднинг Rf қиймати
1	Этил спирти : диэтил эфири (6:4)	0,51-0,52
2	Диэтил эфири : этил спирти (6:4)	0,61-0,63
3	Гексан : этил спирти (1:1)	0,40-0,42
4	Диоксан : этил спирти (1:1)	0,18-0,19
5	Хлороформ : ацетон (1:1)	0,15-0,16
6	Метанол : аммиакнинг 25% эритмаси (100:1,5)	0,11-0,12
7	п-бутанол : сирка кислотанинг 15% эритмаси : сув (35:3:10)	0,28-0,29
8	п-бутанол : сирка кислотанинг 15% эритмаси : сув (4:1:1)	0,18-0,19
9	Бензол : гексан (1:1)	0,11-0,12
10	Бензол : ацетон (80:20)	0,11-0,12
11	Этил спирти : аммиакнинг 25% эритмаси (1:1)	0,12-0,13

УДК 615.074.615.917

Кузатилган таҳлил натижаларидан шуни кўришимиз мумкинки, органик эритувчилар аралашмасидан: этил спирти : диэтил эфири (6:4) $R_f=0,51$, диэтил эфири : этил спирти (6:4) $R_f=0,61$, гексан : этил спирти (1:1) $R_f=0,40$ сақлаган органик эритувчилар аралашмаси мўътадил деб олинди. Юқоридаги системалардан этил спирти : диэтил эфири (6:4)* органик эритувчилар аралашмаси кимё-токсикологик таҳлилларда ишчи эритувчилар системаси деб танлаб олинди. Хроматографик таҳлилларда текширилувчи моддани аниқловчи реактивларнинг ушбу модда учун реакция сезгирлигини аниқлаш муҳим аҳамиятга эга. Шу муносабат билан юқорида тавсия этилаётган таҳлил услубларининг тиаклоприд учун сезгирлиги ва хусусийлиги ўрганилди. Хроматограммадаги тиаклоприд доғларининг

жойлашган ўрнини аниқлашда юқорида қўлланилган реактивлардан фойдаланилиб, уларни моддага нисбатан сезгирлиги ўрганилди. Бунинг учун тиаклоприднинг ишчи стандарт намунаси эритмасидан концентрацияси камайиб борувчи бир қатор ишчи стандарт эритмалар тайёрланди ва уларни микрошприц ёрдамида хроматографик пластинканинг старт чизиғига бир-биридан 2 см узокликда 0.4-0.5 см кенгликда доира шаклида томизилиб, этил спирти: диэтил эфири (6:4) сақлаган органик эритувчилар аралашмасида хроматографик тақсимланиши ўтказилди. Сўнгра пластинкага тавсия этилаётган кимёвий реактивлар пуркалди. Олинган таҳлил натижалари 2-жадвалда келтирилган.

2-жадвал

Тиаклопридни ЮҚХ усулида доғ пайдо қиладиган реактивларни сезгирлигини аниқлаш натижалари

Реакция сезгирлиги, мкг	Доғ ҳосил қилувчи реактивлар			
	УБ-нури	Мунъе бўйича модификацияланг ан Драгендорф	Конц H_2SO_4	Бром фенол кўки
10	+	+	+	+
9	+	+	+	+
8	+	+	+	+
7	+	+	+	+
6	+	+	+	+
5	+	+	-	-
4	+	+	-	-
3	+	+	-	-
2	+	+	-	-
1	+	+	-	-
0,5	+	+	-	-

Олиб борилган тажрибалар натижасида тиаклопридни аниқлаш учун қўлланилган реактивлардан: Мунъе бўйича модификацияланган Драгендорф реактиви ва УБ-нурининг моддага нисбатан сезгирлиги 0,5 мкг, конц. сульфат кислотаси ва бромфенол кўкининг моддага нисбатан сезгирлиги мос равишда 7 ва 6 мкг ташкил қилиши аниқланди. Ушбу натижалардан келиб чиқиб изланишлар давомида кимё-токсикологик объект ва ашёвий далиллардан тиаклопридни аниқлашда ЮҚХ усулида таҳлиллар ўтказиш учун сезгирлиги нисбатан юқори бўлган УБ-нур ва Мунъе

бўйича модификацияланган Драгендорф реактиви очувчи реактив сифатида тавсия этилди.

Тажрибанинг кейинги босқичида тиаклоприднинг чинлигини аниқлашда ЮҚХ таҳлиliga сорбентларнинг таъсири ўрганилди. Бунинг учун лаборатория шароитида тайёрланган силикагель пластинкалари, “Silufol UV-254” маркали ва “Алюминий оксид” сорбенти сақлаган тайёр хроматографик пластинкалардан фойдаланилди. Лаборатория шароитида тайёрланган силикагелли хроматографик

УДК 615.074.615.917

пластинкалар аввал хона ҳароратида қурилди, сўнгра бир соат давомида 100 °C ҳароратда қуриштириш шкафида фаоллаштирилди. Тайёр бўлган силикагель пластинкалар таҳлилгача махсус идишларда – эксикаторда вертикал ҳолатда сақланди. Таҳлилни бажариш учун пластинкаларни старт чизиғига таркибида 1 мкг/мл тиаклоприд стандарт моддасини сақлаган 0.1н HCl эритмасидан 0,1 мл томизилиб, хона ҳароратида қурилди. Сўнгра этил спирти : диэтил эфири (6:4) аралашмаси солинган ва уларнинг буғи билан

тўйинтирилган хроматографик камераларга пластинкаларни туширилиб, хроматографик жараён амалга оширилди. Хроматографик пластинкада моддани ҳаракатланиб тўпланган жойини аниқлаш мақсадида УБ нури остида қўрилди, сўнгра Мунье бўйича модификацияланган Драгендорф реактиви эритмасидан пуркалди ва ҳосил бўлган доғларнинг Rf кўрсаткичлари аниқланди. Бажарилган таҳлил натижалари 3-жадвалда келтирилган

3-жадвал

Тиаклопридни ЮҚХ усулида таҳлил қилишда сорбентларнинг таъсирини ўрганиш натижалари

Танланган системалар	Қўлланилган пластинкалар		
	Silufol UV-254	Алюминий оксид	Силикагель
Этил спирти : диэтил эфири (6:4)	0,51-0,52	0,56-0,58	0,55-0,57
Диэтил эфири : этил спирти (6:4)	0,61-0,65	0,69-0,71	0,60-0,64
Гексан : этил спирти (1:1)	0,40-0,43	0,37-0,39	0,41-0,43

Таҳлил натижаларига кўра, “Алюминий оксид” ва лаборатория шароитида тайёрланган “Силикагель” сорбенти сақлаган хроматографик пластинкалардан фойдаланиш мақсадга мувофиқ деб топилди.

Мураккаб таркибли аралашмаларни ЮҚХ усулида таҳлил қилинганда текшириладиган моддага хос шароитларни ўрганиш муҳим аҳамиятга эга. Ўтказилган тажриба натижалари айнан текширилувчи моддага хос эканлиги ва бошқа бирикмалар текширув натижаларига ҳалал бермаслиги ҳам таҳлилларда катта аҳамиятга эга. Бунда хроматографик пластинкадаги текшириладиган моддага доғ ҳосил қилувчи реактивлар пуркалиб, ҳосил бўлган доғнинг ранги ва Rf қиймати билан

фарқланиши лозим [3]. Шу муносабат билан тиаклоприд учун тақлиф этиладиган таҳлил шароитларининг селективлигини ўрганиш муҳим вазифалардан бири ҳисобланади. Тиаклопридни юпка қатлам хроматографияси усулида аниқлаш учун танланган таҳлил шароитларининг хусусийлигини ўрганиш мақсадида неоникотиноид гуруҳига оид айрим пестицидлар стандарт намуналарининг 0,1 н HCl да эрийдиган эритмаларидан фойдаланилди. Ҳар хил пестицид намуналарининг эритмалари томизилган хроматографик пластинкалар юқорида тавсия этилган ЮҚХ таҳлил услубида таҳлили олиб борилди ва Rf қийматлари аниқлаб олинди. Таҳлил натижалари 4-жадвалда келтирилган

4-жадвал

ЮҚХ усулида тиаклопридни селективлигини ўрганиш бўйича олинган натижалар

Моддалар номи	Қўлланилган пластинкалар		
	Silufol UV-254	Алюминий оксид	Силикагель
Тиаклоприд	0,51	0,57	0,56
Тиаметоксам	0,37	0,48	0,45
Ацетамиприд	0,68	0,70	0,65
Имидаклоприд	0,65	0,68	0,72

УДК 615.074.615.917

4-жадвалдаги маълумотлар шуни кўрсатадики, таклиф этилаётган ЮҚХ усулида таҳлил қилинганда неоникотиноид гуруҳига кирган турли пестицидларнинг R_f кўрсаткичлари бири-бирдан фарқланади ва тиаклопридни аниқлашга ҳалал бермайди.

Хулосалар: Тиаклопридни ЮҚХ усулида таҳлил усуллари ишлаб чиқилди. Бунда органик эритувчилар аралашмасидан этил спирти : диэтил эфири (6:4) $R_f=0,51$, диэтил эфири : этил спирти (6:4) $R_f=0,61$, гексан : этил спирти (1:1) $R_f=0,40$ сақлаган органик эритувчилар аралашмаси мўътадил деб олинди. Доғларни ёритишда УБ нури ҳамда Драгендорф реактиви танлаб олинди. Уларнинг моддага нисбатан реакция сезгирлиги 0,5 мкг ташкил этди. Тиаклопридни юпқа қатлам хроматографияси усулида аниқлашда танланган таҳлил шароитларининг селективлигини ўрганиш натижасида шу гуруҳга кирган бошқа турдаги пестицидларни тиаклопридни аниқлашда ҳалал бермаслиги аниқланди.

Фойдаланилган адабиётлар:

1. <https://dezresursy.ru/neonikotinoidy>
2. <https://nplus1.ru/news/2021/10/29/thiacloprid>
3. Усманиева З.У., Зулфикариева Д.А. “Юпқа қатлам хроматографияси усулида медаминни таҳлил шароитларини ишлаб чиқиш”, “Биология ва тиббиёт муаммолари ” Самарқанд - 2020й, №5 86-89 бет.

Уринбоева Инобат Рахимбой кизи, Зулфикариева Дилноза Алишеровна

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ АНАЛИЗА ПЕСТИЦИДА ТИАКЛОПРИД МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Ташкентский фармацевтический институт
e.mail: inobatorinboyeva@gmail.com

Разработаны оптимальные условия анализа тиаклоприда методом тонкослойной хроматографии. Изучены чувствительность и специфичность метода. Для анализа методом тонкослойной хроматографии тиаклоприда подобраны система органических растворителей, проявляющие реагенты и сорбенты.

Ключевые слова: Тиаклоприд, тонкослойная хроматография, силуфол, система растворителей, реагент.

Urinbaeva Inobat Rakhimboy kizi, Zulfikarieva Dilnoza Alisherovna

DEVELOPMENT OF A METHOD FOR THE ANALYSIS OF THE PESTICIDE THIACLOPRID BY THE METHOD OF THIN LAYER CHROMATOGRAPHY

Tashkent pharmaceutical institute
e.mail: inobatorinboyeva@gmail.com

The optimal conditions for the analysis of e by thin layer chromatography have been developed. The sensitivity and specificity of the method have been studied. For thin layer chromatographic analysis of thiaklaprid, a system of organic solvents, developing reagents, sorbents was selected.

Key words: thiaklaprid, thin layer chromatography, silufol, solvent system, reagent.