УДК 632.951: 634.11: 634.22

**СОДЕРЖАНИЕ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ИНСЕКТИЦИДА ИНСЕГАР, ВДГ (250 Г/КГ ФЕНОКСИКАРБ) В ПЛОДАХ ЯБЛОНИ И СЛИВЫ**

Диденко Н.А.,Подгорная М.Е., канд. биол. наук

[Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Северо-Кавказский федеральный научный центр садоводства, виноградарства, виноделия»](https://elibrary.ru/org_items.asp?orgsid=949), Краснодар, Россия

**Реферат.** Показана возможность определения остаточных количеств инсектицида Инсегар, ВДГ (250 г/кг феноксикарб) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

**Ключевые слова:** плоды яблони и сливы, Инсегар, феноксикарб, жидкостная хроматография, максимально допустимый уровень.

**Summary.** The possibility of determining the residual quantity of the insecticide Insegar, VDG (250 g/kg fenoxycarb) by highly effective liquid chromatography is shown.

**Key words:** apple and plum fruits, insecticides, Insegar, Fenoxycarb, liquid chromatography, maximum permissible level.

**Введение.** Вредители отряда чешуекрылых, такие как яблонная (Codling moth) и сливовая (Plum piercer) плодожорки, являются доминирующими и наиболее опасными для яблоневых и сливовых агроценозов, в регионе Краснодарского края имеют три поколения и могут уничтожать до 90 % урожая[1].

Для борьбы с яблонной плодожоркой на юге России проводят 8-10 обработок инсектицидами различных химических классов. Одним из наиболее эффективных является препарат Инсегар, ВДГ, регулятор роста и развития насекомых. Применяется в системах защиты яблони и сливы в плодовых хозяйствах Краснодарского края благодаря высокой эффективности и низкой токсичности [2]. Однако динамика остаточных количеств феноксикарба в плодах была недостаточно изучена.

Инсегар, ВДГ(250 г/кг феноксикарб) является инсектицидом кишечно-контактного действия, относится к классу карбаматов, ювеноид, имитирующий функции гормонов насекомых. Обладает стерилизующим и овицидным действием, нарушает метаморфоз насекомых, воздействует на гормональную систему чешуекрылых: нарушает эмбриональное развитие яйца и блокирует окукливание гусениц старшего возраста, воздействие препарата проявляется в период перехода насекомого из одной стадии развития в другую. При соблюдении регламентов препарата плодовые культуры проявляют достаточно высокий уровень толерантности к препарату [3, 4].

Инсегар, ВДГ относится к 3 классу опасности. Однако отмечено ограничение по применению препарата в санитарной зоне рыбохозяйственных водоемов, авиационным методом, в ЛПХ [5].

Гигиенические нормативы для феноксикарба в России:ДСД – 0,05 мг/кг/сутки; МДУ плодовые семечковые – 1,0 мг/кг, плодовые косточковые – 0,01 мг/кг, виноград - 0,1мг/кг [6].

Феноксикарб используется в качестве действующего вещества в составе различных инсектицидных средств. Впервые феноксикарб был обнаружен в 1981 году. В «Справочнике пестицидов и агрохимикатов, разрешенных к применению на территории Российской Федерации» в 2019 году два препарата, с действующим веществом феноксикарб, рекомендуемых для борьбы с яблонной и сливовой плодожоркой: Инсегар, ВДГ (ООО «Сингента») и Акарб, ВДГ (ООО «Агропрогресс Кэмикалс»). Также феноксикарб входит в состав инсектицида Люфокс, КЭ (30 г/л люфенурол + 75 г/л феноксикарб) ООО «Сингента», рекомендуемого для борьбы с яблонной плодожоркой [7, 8].

Цель исследования определить уровень накопления феноксикарба в плодах яблони и сливы в регионе Краснодарского края.

**Объекты и методы исследований**.

Объекты исследования: плоды яблони и сливы, инсектицид Инсегар, ВДГ (250 г/кг феноксикарб).

Методы исследования. В экспериментах 2017-2018 года применяли инсектицид Инсегар, ВДГ с нормой расхода 0,6 кг/га для яблони и 0,4 кг/га для сливы. Отбирали образцы плодов после последней обработки препаратом в следующей последовательности: для яблок – 0 сутки (через 5 часов после обработки), 10 сутки, 20 сутки, 30 сутки, 40 сутки; для слив – 0 сутки (через 5 часов после обработки), 10 сутки, 20 сутки, 30 сутки. Содержание остаточных количеств феноксикарба определяли в плодах яблони сорта Ренет Симиренко и сливы Кабардинская ранняя.

Пробы плодов для анализа хранили в морозильной камере при температуре -18°С, перед анализом плоды измельчали [9].

Остаточные количества феноксикарба в плодах яблони и сливы определяли методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на жидкостном хроматографе с ультрафиолетовым детектором с переменной длиной волны (фирма Knauer, Германия), с использованием колонки хроматографической стальной длиной 15 см, внутренним диаметром 4 мм, содержащая Диасфер 110-С18 (5 мкм) (ЗАО «БиоХимМак СТ», Москва). Контроль феноксикарба в образцах яблони и сливы осуществляли по содержанию вещества после экстракции его метанолом, очистки перераспределением в системе несмешивающихся растворителей и на колонке с силикагелем.

Количественное определение проводили методом абсолютной калибровки.

Измерениям предшествовали следующие операции: очистка органических растворителей (при необходимости), приготовление растворов, подвижной фазы для ВЭЖХ, кондиционирование хроматографической колонки, установление градуировочной характеристики, подготовка колонки с силикагелем.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика (мм) от концентрации феноксикарба в растворе (мкг/см3), устанавливали методом абсолютной калибровки по 4-м растворам для градуировки, с концентрациями 0,25; 0,5; 1 и 2 мкг/см3.

Объем вводимой пробы 20 мм3 каждого градуировочного раствора.

Условиях хроматографирования:

Температура колонки: 20-25 ºС

Рабочая длина волны: 230 нм

Чувствительность: 0,005 ед. абсорбции на шкалу

Линейный диапазон детектирования 1 -10 нг

Для образцов сливы использовали - подвижную фазу 1: ацетонитрил - 0,005 М Н3РО4 (65:35, по объему), скорость потока элюента: 0,8 см3/мин, время удерживания феноксикарба: в диапазоне 5-6 минут.

Для образцов яблок - подвижная фаза 2: ацетонитрил - 0,01 М Н3РО4 (50:50, по объему), скорость потока элюента: 0,9 см3/мин, время удерживания феноксикарба: в диапазоне 11.50 - 14.50 минут.

При построении калибровочного графика проводили 3 параллельных измерения. Для каждой новой группы анализов проводили корректировку времени, путем введения градуировочного раствора с известной концентрацией феноксикарба.

На хроматограмме показано время выхода стандартного раствора с концентрацией

1 мг/кг феноксикарба для подвижной фазы 2 (рис).

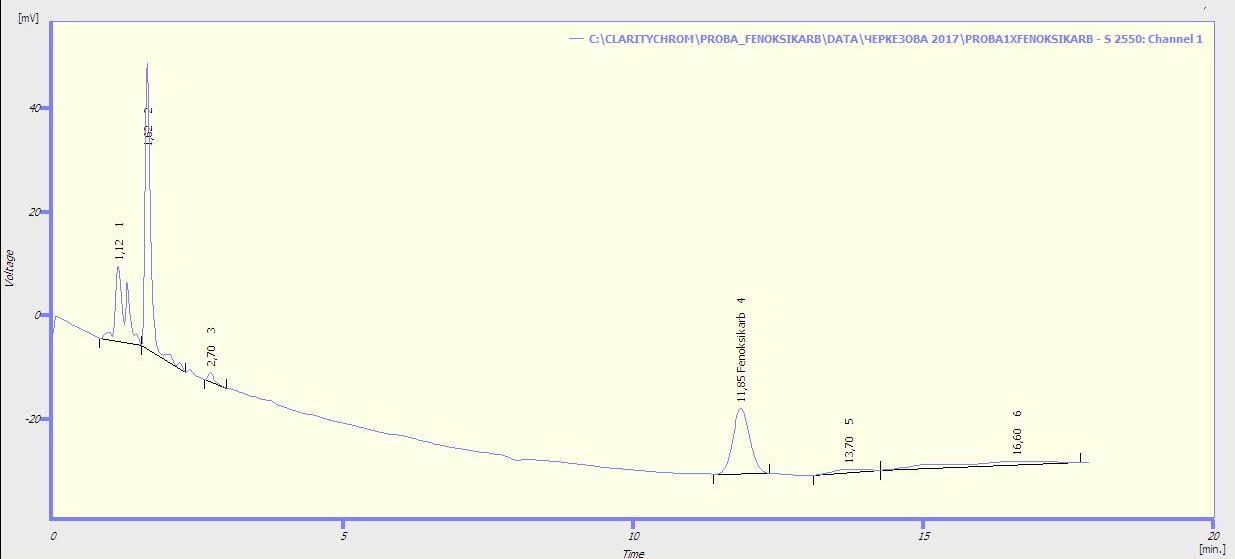


Рисунок – стандартный раствор феноксикарба с концентрацией 1 мг/кг для подвижной фазы 2

Из хроматограммы видно, что время выхода феноксикарба для данной подвижной фазы составляет 11,85 минут. Из этого следует, что в исследуемых образцах яблони, при использовании данного элюента феноксикарб будет элюировать с колонки в заданное время.

Экстракцию феноксикарба проводили по следующей схеме:

К 20 г измельченного растительного сырья приливали 100 см3 метанола и гомогенизировали в течение 5 минут при 8000 об/мин. Гомогенат фильтровали на воронке Бюхнера через бумажный фильтр. Осадок на фильтре промывали 50 см3 метанола. Экстракт и промывную жидкость переносили в химический стакан, перемешивали, измеряли объем раствора и 1/4 его часть (эквивалентна 5 г образца) переносили в круглодонную колбу вместимостью 100 см3.

Отобранные аликвоты экстрактов плодов и ягод упаривали на ротационном вакуумном испарителе до водного остатка (1-2 см3) при температуре 40°С. К водному остатку приливали 15 см3 деионизованной воды, 25 см3 насыщенного раствора хлорида натрия, перемешивали и переносили в делительную воронку вместимостью 100см3. В воронку вносили 30 см3 гексана, интенсивно встряхивали в течение 2-х минут. После разделения фаз верхний органический слой собирали в делительную воронку, а нижнюю водную фазу экстрагировали еще дважды, используя по 25 см3 гексана. Гексановые фракции объединяли, в воронку вносили 40 см3 0,5%-ного водного раствора двууглекислого натрия и содержимое интенсивно встряхивали в течение 2-х минут. После разделения фаз нижний водный слой отбрасывали, а гексановую фракцию повторно обрабатывали 30 см3 0,5 %-ного водного раствора двууглекислого натрия при встряхивании. После разделения фаз гексановую фракцию фильтровали через слой безводного сульфата натрия в круглодонную колбу вместимостью 100 см3 и затем упаривали досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 30°С.

Сухой остаток в круглодонной колбе, растворяли в 2,4 см3 гексана, помещая в ультразвуковую ванну на 1 мин, добавляли 0,6 см3 этилацетата, перемешивали, вновь помещали в ультразвуковую ванну на 1 мин. Раствор наносили на подготовленную колонку. Колбу обмывали 5 см3 смеси гексан – этилацетат (8:2, по объему), которые также наносили на колонку. Колонку промывали 15 см3 смеси гексан - этилацетат (8:2, по объему) со скоростью 1-2 капли в сек., элюат отбрасывали. Феноксикарб элюировали с колонки 45 см3 смеси гексан - этилацетат (7:3, по объему), отбрасывали первые 10 см3 элюата и собирали последующие 35 см3 элюата непосредственно в круглодонную колбу вместимостью 100 см3. Раствор упаривали досуха на ротационном вакуумном испарителе при температуре 30°С. Остаток в колбе растворяли в 1 см3 соответствующей подвижной фазы [10].

Дальше пробу в количестве 20 мкл вводили в хроматограф для определения содержания феноксикарба.

**Обсуждение результатов**. Результаты исследований приведены в таблице.

Установлено, что однократное применение Инсегара, ВДГ в 2017 году в системе защиты яблони по первому поколению яблонной плодожорки не приводило к накоплению остаточных количеств феноксикарба в плодах яблони, на 20-е сутки ксенобиотик полностью разложился (таблица).

В 2018 году испытание Инсегара, ВДГ проводили на том же участке что и в 2017 году, но после двукратного опрыскивания по первому и третьему поколению фитофага. Установлено, что многократное применение инсектицидов с действующим веществом феноксикарб приводит к повышению содержания его остаточных количеств в плодах яблони. Выявлено, что по окончанию «Срока ожидания» феноксикарб присутствует в плодах яблони в количествах, не превышающих гигиенические нормативы.

Таблица –Динамика остаточных количествфеноксикарба в плодах яблони и сливы

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | Ренет Симиренко | | | | Кабардинская ранняя | |
|  | 2017 год | | 2018 год | | 2018 год | |
| Дата отбора проб | Контроль,  мг/кг | Инсегар,  мг/кг | Контроль,  мг/кг | Инсегар,  мг/кг | Контроль,  мг/кг | Инсегар,  мг/кг |
| 0 сутки | н/о | 0,52 | н/о | 3,322 | н/о | 0,399 |
| 10 сутки | н/о | 0,15 | н/о | 2,098 | н/о | 0,054 |
| 20 сутки | н/о | н/о | н/о | 0,520 | н/о | н/о |
| 30 сутки | н/о | н/о | н/о | н/о | н/о | н/о |
| 40 сутки | н/о | н/о | н/о | н/о | - | - |
| МДУ | 1,0 | | | | 0,01 | |

В плодах сливы содержание остаточных количеств токсиканта на 20-е сутки после двукратного применения Инсегара, ВДГ не отмечалось.

**Выводы.**

Из полученных опытным путем данных следует, что инсектицид Инсегар, ВДГ полностью разлагается к 20-30 суткам после двукратной обработки. Но следует отметить, что после многократного использования на одном и том же участке имеет тенденцию к повышению концентрации в плодах

**Литература.**

1. Черкезова С.Р. Разработка технологии защиты яблоневого сада против комплекса чешуекрылых вредителей в условиях погодных стрессов./Плодоводство и виноградарство Юга России. ФГБНУ СКФНЦСВВ№55(1), 2019 г. с. 107-119. <https://elibrary.ru/item.asp?id=36776801>
2. Прах С.В. Малотоксичные инсектициды для борьбы со сливовой плодожоркой/ "Защита и карантин растений" (Москва), 2018 г, с.24-25 <https://elibrary.ru/item.asp?id=35000768>
3. Буров В.Н. Синтетические аналоги гормонов // Гормональная регуляция развития насекомых. Труды Всес. энтомол. о-ва. JL: Наука, 1983. Т. 64. с. 128-139.
4. Грапов А.Ф., Пушина М.Я. Регуляторы роста и развития насекомых в качестве инсектицидов // Агрохимия. 1988. № 11, С. 119-136.
5. <https://www.syngenta.ru/products/crop-protection/insecticides/insegar>
6. Главный государственный санитарный врач Российской федерации. Постановление от 10 мая 2018 года №33 Об утверждении гигиенических нормативов ГН 1.2.3539-18 «Гигиенические нормативы содержания пестицидов в объектах окружающей среды (перечень)»
7. P.W. Shaw, Efficacy and timing of insecticides for the control of San Jose scale on apple/ P.W. Shaw, S.J. Bradley and J.T.S. Walker/ Organics and Biocontrol, New Zealand Plant Protection Society (Inc.),2000
8. Справочник пестицидов и агрохимикатов, разрешенных к применению на территории Российской федерации - М.: Из-во Листерра, 2019. - с. 134.
9. МУ 2051-79 Унифицированные правила отбора проб сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктов и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов. 1979 г.
10. МУК 4.1.2272-07 Определение остаточных количеств феноксикарба в яблоках, сливах и винограде методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. - М. 2009 г.