



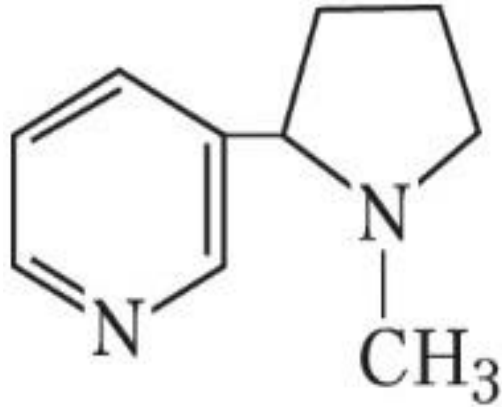
Научная сессия БГМУ,  
25 января 2024 г., г. Минск  
«Медико-биологические науки №3  
(биология, химия)»

Республиканское унитарное предприятие  
«Научно-практический центр гигиены»  
г. Минск, Республика Беларусь

# Методика определения массовой доли никотина в жидких никотинсодержащих препаратах, воде, почве, воздухе рабочей зоны, растительных материалах методом ВЭЖХ-ДАД

**Авторы:** Полянских Елена Ильинична  
Фёдорова Татьяна Аркадьевна  
Филатченкова Екатерина Владимировна

Минск 2024



**Никотин** — токсичный алколоид пиридинового ряда.

- Содержится в растениях семейства паслёновых, преимущественно в листьях и стеблях табака и махорки (0,3-15% в пересчете на сухое в-во).
- Обнаруживается в томатах, картофеле, баклажанах, перце
- Биосинтез никотина происходит в корнях, а накапливание никотина — в листьях.
- Никотин является токсичным для некоторых насекомых и млекопитающих.

### **Использование в качестве инсектицида**

В начале XX века никотин был основным инсектицидом, применяемым для защиты растений. Для этих целей использовали никотин в виде чистого вещества, его сульфат, табачную пыль.

Научная работа была проведена в рамках **мероприятия 14 «Разработать и внедрить технологию получения биологически активного препарата инсектицидного действия на основе неиспользуемых отходов табачного производства»**, провести его регистрационные испытания на рапсе», **подпрограммы 4 «Инновационные продукты на основе минерального и органического сырья»** государственной программы «Наукоемкие технологии и техника» на 2021-2025 годы.

В настоящее время в Республике Беларусь отсутствуют нормы, а также, методы определения содержания никотина (препарата инсектицидного действия) в воде, почве, воздухе рабочей зоны, а также растительном сырье, что не позволяет контролировать содержание данного вещества в различных матрицах.

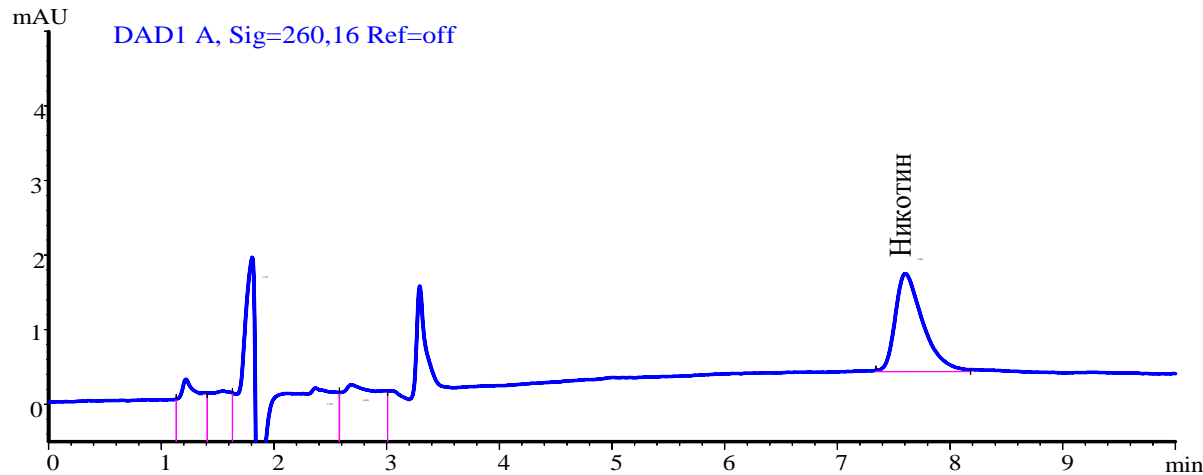
# Цель и задачи

**Разработать методику измерений массовой доли никотина в воде, почве, воздухе рабочей зоны и растительных материалах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с диодно-матричным детектированием.**

- **Разработать условия хроматографического определения никотина в различных объектах, позволяющие достичь максимальной величины отклика аналита и удовлетворительного отделения от сопутствующих соединений;**
- **Разработать условия подготовки пробы обеспечивающие оптимальное выделение никотина из различных матриц.**

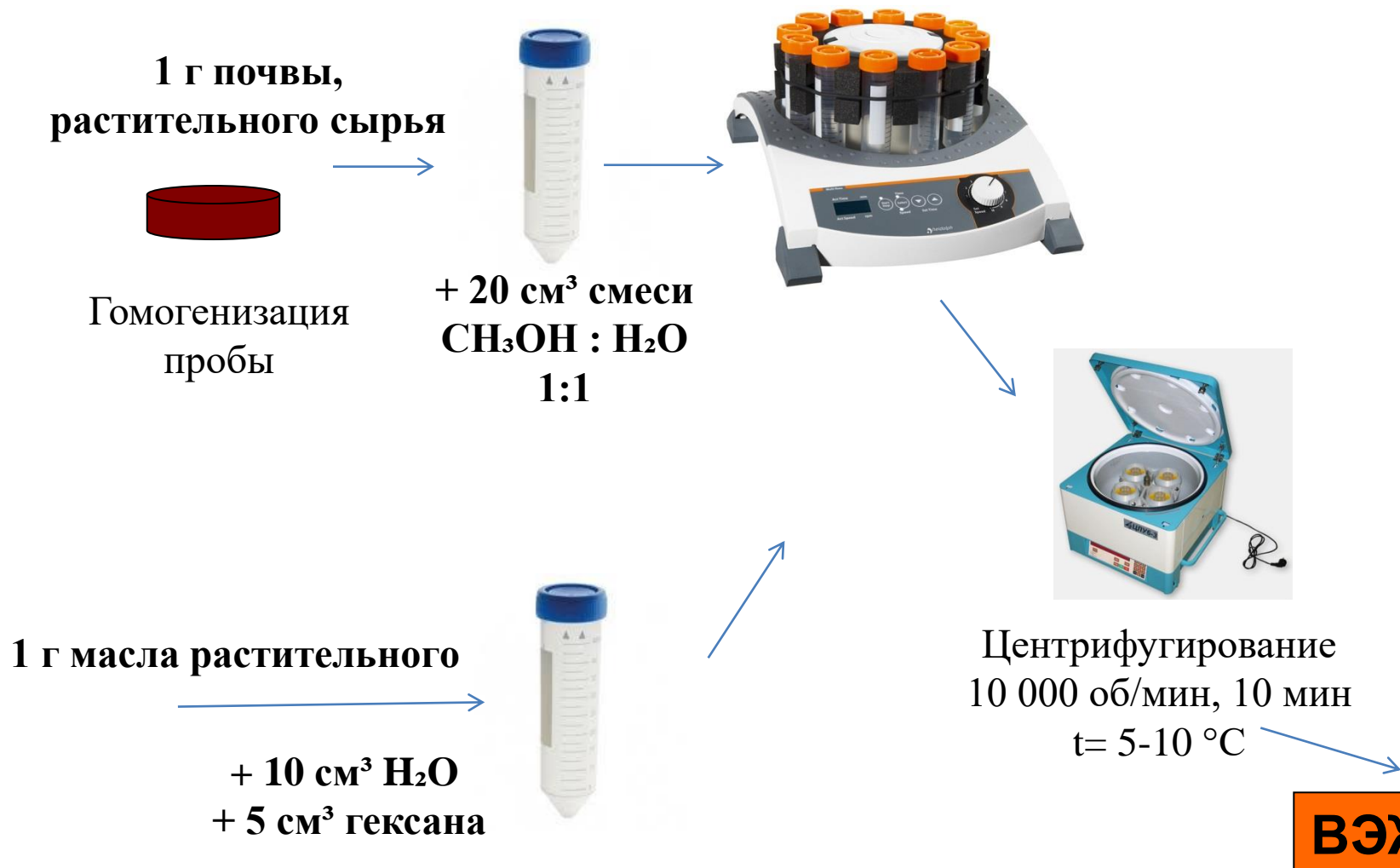
# Условия хроматографирования

- жидкостной хроматограф **Agilent Technologies 1260 Series** с диодно-матричным детектором
- колонка: **Eclipse Plus C18 (4,6 мм x 100 мм x 3,5 мкм)**
- температура термостата: **40 °C**
- объем вводимой пробы: **20 мкл**
- длина волны поглощения: **260 нм**
- скорость потока элюента: **1,0 мл/мин**
- подвижная фаза: А – 80% буферный раствор; В - ацетонитрил.  
Буферный р-р (А) – 0,2 % р-р октилсульфоната натрия, рН 3,0



**Рисунок 1 – Хроматограмма стандартного раствора никотина массовой концентрацией 1,0 мкг/см<sup>3</sup>**

# Пробоподготовка проб почвы, растительного сырья, масла растительного



# Проведение твердофазной экстракции для сильно загрязненных проб

Очистка пробы/ концентрирование никотина с использованием ТФЭ на катионообменных картриджах SCX Polymer

- 1) кондиционировать картридж **3 см<sup>3</sup> метанола**, затем **3 см<sup>3</sup> воды**
- 2) нанести на картридж **10 см<sup>3</sup> экстракта** пробы
- 3) промыть картридж **5 см<sup>3</sup> воды**, затем **5 см<sup>3</sup> метанола**
- 4) высушить картридж
- 5) элюировать никотин **5 см<sup>3</sup> 1,25% раствора аммиака в метаноле**
- 6) отогнать растворитель
- 7) растворить сухой остаток в дистиллированной воде

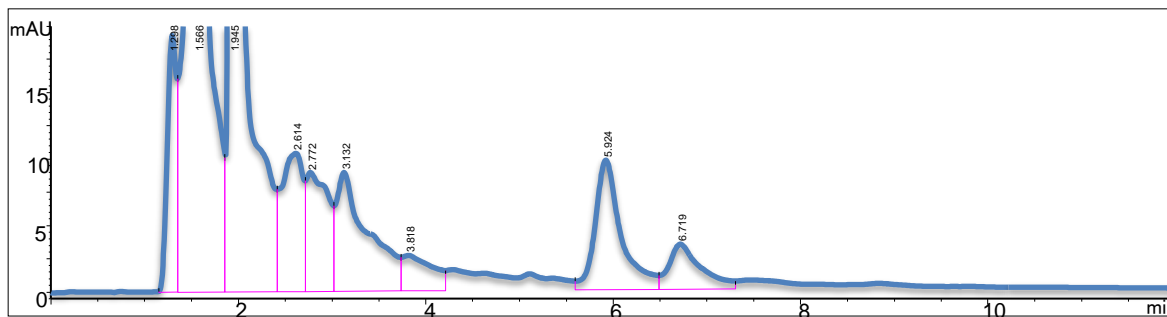


Рисунок 2 – Хроматограмма, полученная при анализе семян рапса

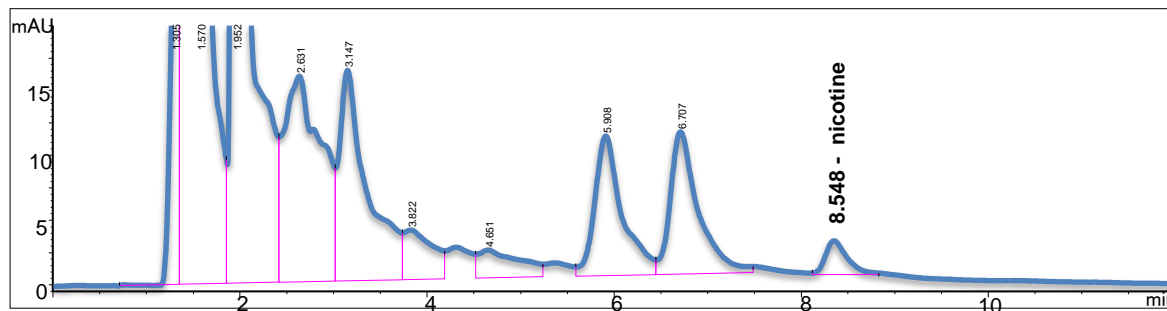


Рисунок 3 – Хроматограмма, полученная при анализе семян рапса с добавкой никотина в количестве **20,0 мг/кг**

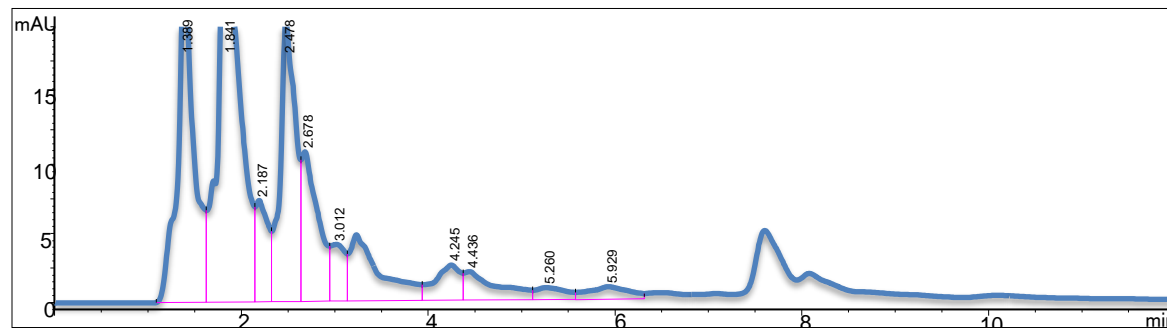


Рисунок 4 – Хроматограмма, полученная при анализе семян рапса после очистки с помощью ТФЭ

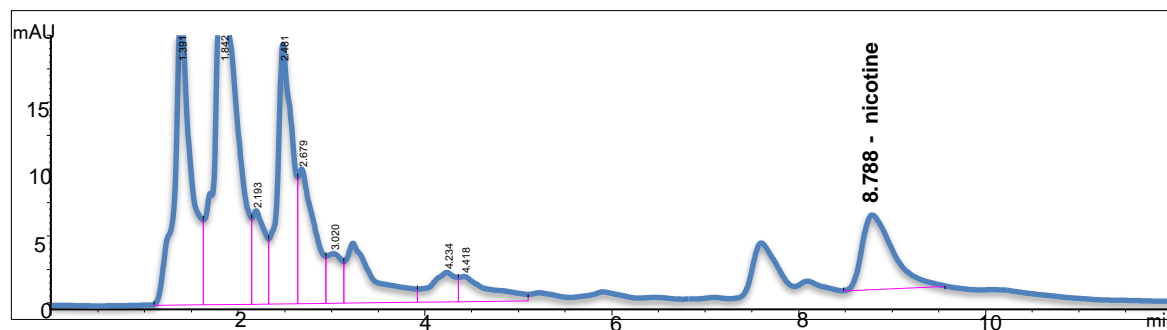


Рисунок 5 – Хроматограмма, полученная при анализе семян рапса с добавкой никотина в количестве **8,0 мг/кг** после очистки и концентрирования с помощью ТФЭ



**Таблица 1 – Относительные значения показателей повторяемости, промежуточной прецизионности, пределов повторяемости и промежуточной прецизионности, расширенной неопределенности при уровне доверия P=0,95**

Анализируемое соединение	Диапазон измерений массовой доли, мг/кг (мг/дм <sup>3</sup> )	Показатель повторяемости $s_r, \%$	Показатель промежуточной прецизионности $s_{I(ТО)}, \%$	Предел повторяемости $r, \%$	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(ТО)}, \%$	Расширенная неопределенность (k = 2) U, %
<b>НИКОТИН</b>	<b>0,05-5000,0</b>	<b>2,0</b>	<b>2,2</b>	<b>5,5</b>	<b>6,1</b>	<b>22,3</b>

**Диапазон измерений массовой доли никотина составляет:**

от 0,05 до 5000,0 мг/дм<sup>3</sup> для воздуха рабочей зоны;

от 1,0 до 5000,0 мг/кг (мг/дм<sup>3</sup>) для воды;

от 10,0 до 5000,0 мг/кг для почвы и растительных материалов.

# Выводы

- Разработана методика определения **никотина** в воздухе рабочей зоны, воде, почве, растительных материалах, маслах, жидких никотин содержащих препаратах методом ВЭЖХ-ДМД;
- Расширенная неопределенность – 22,3 %;
- Используется для проведения регистрационных испытаний жидкого никотин содержащего препарата;