

УДК: 637.54.074:543.544.943.3:632.95
DOI: 10.52419/issn2072-2419.2024.4.257

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ КАК СПОСОБ ВЫЯВЛЕНИЯ ПЕСТИЦИДОВ В КУРИНОМ ЯЙЦЕ

Соколов И.В.* – асс. каф. ветеринарно-санитарной экспертизы (ORCID 0000-0003-0191-6726); **Терехов А.А.** – соиск. (ORCID 0000-0002-0436-5627); **Токарев А.Н.** – д-р ветеринар. наук, доц. каф. ветеринарно-санитарной экспертизы (ORCID 0000-0002-7117-306X); **Смирнов А.В.** – канд. ветеринар. наук, доц. каф. ветеринарно-санитарной экспертизы (ORCID 0000-0003-3250-4433); **Юнгрен В.А.** – асс. каф. ветеринарно-санитарной экспертизы (ORCID 0000-0002-9819-4397)

ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет ветеринарной медицины»

*wanya.sokolov@gmail.com

Ключевые слова: тонкослойная хроматография, яйцо, пестициды, синтетические пиретроиды, s-биотрин, ветеринарно-санитарная экспертиза.

Key words: thin layer chromatography, egg, pesticides, synthetic pyrethroids, s-biotrin, veterinary and sanitary examination.

Финансирование: Работа выполнена при поддержке Министерства сельского хозяйства Российской Федерации в рамках государственного задания за счет средств федерального бюджета (соглашение №082-03-2024-253 от 26.01.2024)

Поступила: 25.10.2024

Принята к публикации: 02.12.2024
Опубликована онлайн: 16.12.2024



РЕФЕРАТ

В статье описывается применение метода тонкослойной хроматографии с целью выявления синтетических пиретроидов в курином яйце, полученном в птицеводческих помещениях хозяйства яичного направления, находящегося на территории Ленинградской области после инсектицидной обработки 1 % раствором s-биотрина. Хроматографию проводили по адаптированной методике с применением ультрафиолетового кабинета УФК-НDi, компании ООО «Петролазер». Подготовка проб проводилась исходя из анализа литературных источников и опыта проводимых ранее экспериментов. Для этого содержимое яйца гомогенизировали и подвергали экстракции с добавлением органического растворителя ацетона. Полученный экстракт центрифугировали в режиме 1000 об/мин. Осадок дегидрировали в сушильном шкафу до достижения наименьшей массы. В образцах куриного яйца, отобранных в птицеводческом помещении, подвергавшемся инсектицидной обработке, не было установлено содержания пестицида. Результаты соответствовали показателям, проб из контрольного птичника, не подвергавшегося обработке. Результаты хро-

матографии проб куриного яйца из производственных помещений сравнивали с результатами исследования яиц, экспериментально обработанных раствором инсектицида с концентрацией 1%. В качестве контроля для оценки результатов хроматографии использовались растворы действующего вещества в той же концентрации. Пятна веществ на пластинках соответствовали показателям проб раствора чистого вещества. Коэффициент подвижности *s*-биотрина составил $0,31 \pm 0,03$. Метод тонкослойной хроматографии является доступным и показательным методом качественного анализа содержания остаточных концентраций синтетических пиретроидов и эффективности дезинсекции [1]. Применение современного оборудования и материалов отечественного производства делает данный метод доступным для лабораторий и научно-исследовательских организаций различного уровня, что демонстрирует актуальность разработки данной методики в условиях необходимости импортозамещения.

ВВЕДЕНИЕ / INTRODUCTION

В условиях современной экономической ситуации рынок пищевой продукции России нуждается в развитии высокопродуктивных отраслей животноводства. Основной задачей для производственных предприятий агропромышленного комплекса является увеличение мощностей производства и внедрение более прогрессивных технологий.

На фоне растущего спроса на высококачественные и доступные продукты питания, наиболее рентабельной отраслью является птицеводство. Птицефабрики способны обеспечивать население сырьём, полуфабрикатами и готовыми продуктами, покрывая потребности населения. На сегодняшний день яйцо и мясо птицы являются лидирующими видами продукции животного происхождения, потребляемыми в России.

В силу интенсивности разведения птицы, скученного содержания и потребности птицы в определённых условиях при выращивании, появляется риск возникновения большого количества болезней, способных нанести значительный ущерб отрасли. Одним из основных факторов риска для сельскохозяйственной птицы являются многочисленные эктопаразиты, обитающие в производственных помещениях.

С целью снижения ущерба и обеспечения необходимых условий для производства качественной и безопасной продукции производители вынуждены прибегать к использованию инсектицидов.

Химические вещества, используемые для борьбы с паразитами, имеют большое

разнообразие на рынке. Одними из наиболее распространённых видов химических веществ являются синтетические пиретроиды [2].

Данная группа веществ высоко эффективна против амбарных вредителей, клещей разных видов, пухо-пероедов и синантропных насекомых. Универсальность пиретроидов является основным фактором для подбора инсектицидов. В большинстве своём соединения из данной группы обладают нейротоксическим действием для членистоногих, однако многие из них мало токсичны для теплокровных. Одним из довольно действенных химических веществ с инсектицидным действием из группы синтетических пиретроидов является *s*-биотрин.[3]

Пиретроиды способны накапливаться в куриных яйцах, поэтому подбор современных методов для проведения ветеринарно-санитарной экспертизы данного вида продукции является наиболее актуальной задачей для современной ветеринарной науки.

Целью проведённой работы было установление качественного наличия *s*-биотрина в пробах куриного яйца при помощи метода тонкослойной хроматографии. Для ее решения были поставлены следующие задачи:

Выявить вероятность проникновения *s*-биотрина в куриное яйцо через контакт с рабочей поверхностью, после дезинсекции;

Определить наличие остаточного содержания инсектицида в курином яйце после аэрозольной обработки рабочих поверхностей методом тонкослойной хро-

матографии.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ / MATERIALS AND METHODS

Исследования проводились в условиях учебно-исследовательского центра экспертизы пищевых продуктов и кормов для животных ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет ветеринарной медицины».

Объектом исследования послужили пробы яйца из птицеводческих помещений, после инсектицидной обработки 1% раствором s-биотрина. После осуществления инсектицидной обработки в птичник заселяли кур несушек, после чего отбирали пробы в количестве 10 яиц, с целью установления вероятности проникновения веществ в продукцию с рабочих поверхностей. Эксперимент проводился в условиях птицеводческого предприятия яичного направления Ленинградской области [2].

Для моделирования загрязнения яиц инсектицидом 10 проб куриного яйца были обработаны аэрозольным методом 1% раствором s-биотрина в герметичной камере.

Для исследования был выбран метод тонкослойной хроматографии [4].

Подготовка проб проводилась исходя из анализа литературных источников и опыта проводимых ранее экспериментов. Для этого содержимое яйца гомогенизировали и подвергали экстракции с добавлением органического растворителя ацетона. Полученный экстракт центрифугировали в режиме 1000 об/мин. Осадок дегидрировали в сушильном шкафу до достижения наименьшей массы [5].

После этого пробы наносились на хроматографические пластины Sorbfil и подвергались элюированию в герметичной камере с подвижной системой гексан-ацетон (1:3) [6]. Полученные хроматограммы проявляли при помощи ультрафиолетового кабинета УФК-НДі компании ООО «Петролазер». В качестве контрольной пробы для сравнения опытных образцов, на пластины наносили 1% раствор s-биотрина. Вещества идентифицировались методом подсчета коэффициен-

та подвижности R_f [4].

Коэффициент подвижности веществ, представляет собой отношение расстояния, пройденного исследуемым веществом к расстоянию, пройденному растворителем, применяемым в качестве подвижной фазы. Рассчитывается по формуле:

$$R_f = a/b;$$

a – расстояние от стартовой линии до центра пятна,

исследуемого вещества;

b – расстояние от стартовой линии до фронта растворителя [7].

РЕЗУЛЬТАТЫ / RESULTS

В результате хроматографического исследования проб куриного яйца, отобранных в птицеводческом помещении после инсектицидной обработки, не было выявлено остаточных количеств s-биотрина. В качестве контроля на пластинки был нанесен 1% исследуемого вещества. Результаты отражены в Таблице 1.

После аэрозольной обработки куриного яйца была проведена оценка вероятности проникновения действующего вещества в исследуемое сырьё. Для проб с положительными результатами были рассчитаны коэффициенты подвижности R_f , сравнимые с коэффициентами, контрольного раствора. Результаты представлены в таблице 2.

В образцах куриного яйца, отобранных в птицеводческом помещении, подвергнувшись инсектицидной обработке, не было установлено содержания s-биотрина.

Пробы яиц, подвергнутых аэрозольной обработке, показали наличие инсекто-акарицида. Пятна на хроматографических пластинах соответствовали показателям, характерным для раствора чистого вещества.

Коэффициент подвижности s-биотрина, рассчитанный в ходе эксперимента, составил $0,31 \pm 0,03$, что характерно для данного вещества.

Таблица 1 – Результаты тонкослойной хроматографии проб куриного яйца, полученных после аэрозольной обработки помещения

№ пробы	Яйцо, собранное в птичнике после проведенной дезинсекции	1% р-р. s-биотрина
1	-	+
2	-	+
3	-	+
4	-	+
5	-	+
6	-	+
7	-	+
8	-	+
9	-	+
10	-	+
R_f	-	$0,31 \pm 0,03$

Таблица 2 – Результаты тонкослойной хроматографии проб куриного яйца, полученных после экспериментальной обработки

№ пробы	Результаты обработки проб яйца	Контрольный раствор s-биотрина	Коэффициент подвижности R_f s-биотрина при экспериментальной обработке
1	+	+	0,34
2	+	+	0,32
3	+	+	0,32
4	+	+	0,31
5	+	+	0,33
6	+	+	0,32
7	+	+	0,29
8	+	+	0,31
9	+	+	0,32
10	+	+	0,33
R_f	$0,31 \pm 0,03$	$0,31 \pm 0,03$	

ВЫВОДЫ / CONCLUSION

Вероятность проникновения s-биотрина в куриное яйцо через контакт с рабочей поверхностью довольно мала. Остаточное содержание инсектицида в курином яйце при аэрозольной обработке, поверхностей методом тонкослойной хроматографии, возможна только при непосредственном попадании инсектицида на поверхность яйца. На основе полученных результатов можно сделать вывод, что метод тонкослойной хроматографии является доступным и показательным методом анализа содержания остаточных концентраций синтетических пиретроидов и

эффективности дезинсекции.

THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY AS A METHOD OF DETECTING PESTICIDES IN POULTRY PRODUCTS

Sokolov I.V. – ass. of the department of veterinary and sanitary expertise, (orcid.org/0000-0003-0191-6726);

Terekhov A.A. – the applicant (orcid.org/0000-0002-0436-5627);

Tokarev A.N. – doctor of veterinary sciences, associate professor of the department of veterinary and sanitary expertise, (orcid.org/0000-0002-7117-306X); **Smirnov A.V.** – candidate of

veterinary sciences, associate professor of the department of veterinary and sanitary expertise (orcid.org/0000-0003-3250-4433); **Junggren V.A.** – ass. of the department of veterinary and sanitary (orcid.org/0000-0002-9819-4397)

St. Petersburg State University of Veterinary Medicine

*wanya.sokolov@gmail.com

Financing: The work was supported by the Ministry of Agriculture of the Russian Federation under the state assignment at the expense of the federal budget (agreement №082-03-2024-253 from 26.01.2024).

ABSTRACT

The article describes the application of thin-layer chromatography method for the detection of synthetic pyrethroids in hen's eggs obtained in poultry farm egg production facilities located in the Leningrad region after insecticidal treatment with 1% s-biotrin solution. Chromatography was carried out according to the adapted methodology with the use of UVK-HDi ultraviolet cabinet, the company "Petrolaser" Ltd. Sample preparation was based on the analysis of literature sources and the experience of the experiments conducted earlier. For this purpose, the egg contents were homogenized and subjected to extraction with the addition of organic solvent acetone. The obtained extract was centrifuged at 1000 rpm. The precipitate was dehydrated in a desiccator until the lowest mass was reached. No pesticide content was detected in chicken egg samples collected from the insecticide treated poultry house. The results were consistent with those of samples from a control poultry house that had not been treated. The chromatography results of chicken egg samples from production facilities were compared with the results of eggs experimentally treated with a 1% insecticide solution. Solutions of the active substance at the same concentration were used as a control to evaluate the chromatography results. Substance stains on the plates corresponded to the values of pure substance solution samples. The mobility coefficient of

s-biotrin was 0.31 ± 0.03 . The method of thin-layer chromatography is an accessible and indicative method of qualitative analysis of the content of residual concentrations of synthetic pyrethroids and disinsection efficiency. The use of modern equipment and materials of domestic production makes this method available for laboratories and research organizations of various levels, which demonstrates the relevance of the development of this technique in the context of the need for import substitution.

СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Пацовский А.П. Современные достижения в области тонкослойной хроматографии / А. П. Пацовский // «Теория. Исследования. Практика». Санкт-Петербург. – 2013. – № 1. С. 36-40.
2. Смирнов А.В. Ветеринарно-санитарная оценка и идентификация сырья и пищевых продуктов, А.В. Смирнов, Д.А. Орлова, А.Н. Токарев, В.Г. Урбан, А.С. Смолькина, Т.В. Калужная // Учебно-методическое пособие / Санкт-Петербург, – 2022.
3. Вашук, А.В. Акарицидная и инсектицидная активность эсбиотрина, цифлутрина и тетраметрина при обработке крупного рогатого скота, зараженного хориоптесами, псороптесами и бовиколами / А.В. Вашук, А.Н. Токарев, О.А. Токарева // Международный вестник ветеринарии. - 2017. - № 3. - С. 24-30.
4. Соколов И.В. Определение остаточного количества эсбиотрина в молоке методом тонкослойной хроматографии / И.В. Соколов, А.А. Терехов, А.Н. Токарев, А.В. Смирнов, В.А. Лашкова // Актуальные проблемы ветеринарной медицины. сборник научных трудов. Санкт-Петербург, – 2022. – С. 53-56.
5. Терехов А.А. Выявление остаточного количества фосфорорганических пестицидов в молочной продукции методом тонкослойной хроматографии А.А. Терехов, И.В. Соколов, А.В. Смирнов // Нормативно-правовое регулирование в ветеринарии. – 2022. – № 4. С. 149-151.
6. Умарова, З.Х. Методы количественного анализа при тонкослойной хроматогра-

фии / З.Х. Умарова, О.В. Мальхина, К.С. Юсупова, Э.С. Юсупова // Информационное обеспечение как двигатель научного прогресса. – 2019 – С 1-1.

7.Кибардин, С.А. Тонкослойная хроматография в органической химии / С.А. Кибардин, К.А. Макаров – М.: Химия, 1978. – 128 с.

REFERENCES

1.Vashchuk, A.V. Acaricidal and insecticidal activity of esbiothrin, cyfluthrin and tetramethrin in the treatment of cattle infected with chorioptes, psoroptes and bovicola / A.V. Vashchuk, A.N. Tokarev, O.A. Tokareva // International Bulletin of Veterinary Medicine. - 2017. - No. 3. - P. 24-30. (In Russ.)

2.Kibardin, S.A. Thin-layer chromatography in organic chemistry / S.A. Kibardin, K.A. Makarov - M.: Chemistry, 1978. - 128. (In Russ.)

3.Patsovsky A.P. Modern achievements in the field of thin-layer chromatography / A.P. Patsovsky // "Theory. Research. Practice". St. Petersburg. – 2013. – No. 1. P. 36-40. (In Russ.)

4.Smirnov AV Veterinary and sanitary assessment and identification of raw materials and food products, AV Smirnov, DA Orlova, AN Tokarev, VG Urban, AS Smolkina, TV Kalyuzhnaya // Textbook-method manual / St. Petersburg, – 2022. (In Russ.)

5.Sokolov IV Determination of residual amount of esbiothrin in milk by thin-layer chromatography / IV Sokolov, AA Terekhov, AN Tokarev, AV Smirnov, VA Lashkova // Actual problems of veterinary medicine. collection of scientific papers. St. Petersburg, – 2022. – P. 53-56. (In Russ.)

6.Terekhov A.A. Detection of residual organophosphorus pesticides in dairy products by thin-layer chromatography A.A. Terekhov, I.V. Sokolov, A.V. Smirnov // Normative and legal regulation in veterinary medicine. - 2022. -No. 4. P. 149-151. (In Russ.)

7.Umarova, Z.Kh. Methods of quantitative analysis in thin-layer chromatography / Z.Kh. Umarova, O.V. Malykhina, K.S. Yusupova, E.S. Yusupova // Information support as an engine of scientific progress. - 2019 - P. 1-1. (In Russ.)