

ЛАБОРАТОРНЫЙ КОНТРОЛЬ ЗА КАЧЕСТВОМ ПРОТРАВЛИВАНИЯ СЕМЯН КУКУРУЗЫ И ЗЕРНОВЫХ КОЛОСОВЫХ КУЛЬТУР ФУНГИЦИДАМИ, СОДЕРЖАЩИМИ КАРБОКСИН

И.Н. Горина, кандидат биологических наук

ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений» (ФГБНУ «ВНИИЗР»)

e-mail: vniizr_gorina@mail.ru

Аннотация: Разработан метод лабораторной оценки качества протравливания семян кукурузы и зерновых колосовых культур фунгицидами на основе карбоксина с использованием газожидкостной хроматографии. Полноту обработки оценивали по содержанию препарата в 1 тонне посевного материала, выраженного в процентах по отношению к рекомендуемой норме расхода. Определены метрологические характеристики метода и поправочные коэффициенты на полноту извлечения действующего вещества, позволяющие получать результаты, соответствующие заданной норме расхода препаратов.

Ключевые слова: семена, кукуруза, пшеница, рожь, ячмень, протравливание, фунгициды, карбоксин, хроматография.

В системе защитных мероприятий сельскохозяйственных культур против комплекса болезней важное место отводится предпосевной обработке семян фунгицидами. Протравливание семян обеспечивает появление здоровых и дружных всходов, равномерное распределение растений в посевах, высокую урожайность. Особенно это заметно при неблагоприятных погодных условиях в период прорастания семян. Наряду с этим протравливание является наиболее экологически безопасным способом применения пестицидов за счет точечной и точной доставки токсиканта в зону потенциального повреждения растений патогенными организмами. Дополнительным преимуществом протравителей является их относительно низкая пестицидная нагрузка на гектар пашни в сравнении с другими способами применения препаратов. Среди элементов защиты растений предпосевная обработка фунгицидами считается наиболее эффективным превентивным способом борьбы с болезнями. Отказ от протравливания или его некачественное проведение проявляется прежде всего в нарастании зараженности посевов возбудителями заболеваний, что приводит к общему ухудшению фитосанитарной обстановки [4].

Поэтому качественно проведенная обработка посевного материала является важной предпосылкой рентабельного производства кукурузы и зерновых колосовых культур и получения полноценного урожая при одновременном соблюдении принципов охраны окружающей среды.

В Российской Федерации для предпосевной обработки семян кукурузы и зерновых колосовых культур зарегистрированы двухкомпонентные карбоксинсодержащие препараты. На кукурузе они используются против пузырчатой и пыльной головни, а также против плесневения семян. Из зерновых колосовых протравители зарегистрированы на пшенице, ржи и ячмене против твердой, пыльной и каменной головни, гельминтоспориозных и фузариозных корневых гнилей, плесневения семян. Расход пестицидов по карбоксину для зерновых культур составляет 495–600 г/т, кукурузы – 400–500 г/т (Госкаталог пестицидов и агрохимикатов, разрешенных к применению на территории РФ, 2022).

Механизм действия карбоксина, как представителя класса карбоксамидов, обусловлен угнетением дыхательного процесса патогенов, что приводит в дальнейшем к подавлению синтеза биополимеров в клетках грибов. В растениях вещество легко окисляется до нефунгитоксичных аналогов сульфоксида и сульфона. Фунгицид обладает способностью к передвижению по растению, что определяет не только его профилактическое, но и лечебное действие. Ингибируя процессы дыхания у грибов, карбоксин проявляет высокую активность против возбудителей головни и умеренную – в отношении фузариозов и гельминтоспориозов; вещество обладает также лечебным действием против ржавчинных грибов [2, 5]. Комбинирование карбоксина с тирамом эффективно подавляет также возбудителей плесневения семян и фузариозной корневой гнили [1]. При рекомендуемых нормах расхода карбоксин разлагается почвенными микроорганизмами с деструкцией молекулы до простейших веществ



за две-четыре недели. Фунгицид относится к группе малотоксичных соединений (3 класс опасности пестицидов для человека). В Российской Федерации для карбоксина установлены следующие гигиенические нормативы: ДСД массы тела человека – 0,01 мг/кг, ОДК в почве – 0,05 мг/кг, ПДК в воде водоемов – 0,02 мг/дм³, ПДК в воздухе рабочей зоны – 1,0 мг/м³, ОБУВ в воздухе атмосферы – 0,015 мг/м³, МДУ в зерне, масле кукурузы и зерне хлебных злаков – 0,2 мг/кг (ГН 1.2.3539-18. Гигиенические нормативы содержания пестицидов в объектах окружающей среды).

Для реализации максимальной биологической эффективности протравителей необходимо обеспечение качества нанесения и распределения препарата, от чего зависит полнота обработки семян. Для осуществления контроля за качеством протравливания нужны объективные, достоверные и воспроизводимые методы. Визуальная оценка качества протравливания семян не может дать объективную картину [3]. Поэтому необходим инструментальный лабораторный контроль за полнотой и равномерностью обработки семян пестицидами. Массовые анализы при этом предполагают экономичность материальных и временных затрат. Поэтому целью исследований была разработка лабораторного метода определения полноты предпосевной обработки семян кукурузы и зерновых колосовых культур фунгицидами на основе карбоксина с использованием газожидкостной хроматографии.

Изучена возможность использования органических растворителей для экстракции карбоксина из протравленных семян. Наиболее полное извлечение компонента происходит при использовании ацетона и гексана. Средний процент извлечения в случае ацетона составляет для кукурузы 86 %, пшеницы – 90, ржи – 89, ячменя – 88 %. Гексан обеспечивает экстракцию карбоксина из семян перечисленных культур соответственно 82, 84, 80 и 81 %. При применении этанола присутствие изучаемого действующего вещества в экстрактах обнаружено в диапазоне 42–64 %, эток-

сиэтана – 45–58 %, хлороформа – 27–39 %. Низкая полнота извлечения фунгицида (менее 80 %) при использовании этанола, этоксиэтана и хлороформа не позволяет рекомендовать их в качестве экстрагентов.

Нами были отработаны способы и режимы экстракции карбоксина из протравленного семенного материала. Подобрана оптимальная продолжительность экспозиции проб семян при разных способах извлечения действующего вещества. Наиболее полная экстракция фунгицида отмечена при двухкратной обработке ультразвуком (15 + 15 минут) или при встряхивании в механическом встряхивателе в 2 этапа (60 + 15 минут). Среднее значение определения компонента в пределах установленных параметров при использовании в качестве экстрагента ацетона составляет для кукурузы – 91–95 %, пшеницы – 93–97 %, ржи и ячменя – 93–96 %.

Полученные результаты легли в основу метода определения карбоксина в протравленных семенах кукурузы и зерновых культур. Метод включает извлечение фунгицида из семенного материала органическим растворителем в режиме встряхивания или обработки ультразвуком с последующим анализированием на газожидкостном хроматографе. ГЖХ-определение карбоксина осуществляют с использованием термоионного детектора. Количественный анализ проводят приемом абсолютной калибровки, идентификацию действующего вещества – по времени удерживания. Полноту обработки оценивают по содержанию препарата в 1 тонне посевного материала и выражают в процентах по отношению к рекомендуемой норме расхода.

Для проведения статистической обработки результатов анализа определены метрологические характеристики метода анализирования фунгицида в обработанных семенах разных культур (табл. 1).

Предел обнаружения, диапазон определяемых концентраций и среднее значение определения установлены по четырем концентрациям действующего вещества. Диапазон определяемых концентраций находится в пределах 10–500 мг/кг для кукурузы и 20–1000 мг/кг – для пшеницы, ржи и ячменя. Среднее значение определения карбоксина в протравленном семенном материале кукурузы составляет 92,7 %, пшеницы – 95,3, ржи – 94,7, ячменя – 94,4 %. Стандартное отклонение для всех культур находится в пределах 3,2–3,5 %, доверительный интервал среднего результата – ±1,3–2,0 %. Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости) составляет 5 %, показатель воспроизводимости – 8 %, показатель внутрिलाбораторной прецизионности равен 6 %, показатель точности (границы относительной погрешности)

Таблица 1. Метрологические параметры метода определения карбоксина в протравленных семенах кукурузы и зерновых колосовых (для n = 20, P = 0,95)

Предел обнаружения, мг/кг (г/т)	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (г/т)	Полнота извлечения, %	Стандартное отклонение, %	Доверительный интервал среднего результата, ± %
кукуруза				
10	10–500	92,7	3,27	1,98
пшеница				
20	20–1000	95,2	3,46	1,50
рожь				
20	20–1000	94,7	3,51	1,33
ячмень				
20	20–1000	94,4	3,23	1,42

составляет $\pm 19\%$. При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с методикой погрешность результатов измерений (и ее составляющие) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает указанных значений для соответствующих диапазонов концентраций действующего вещества. Проведена лабораторная проверка разработанного метода. Результаты определения карбоксина в разных партиях семян, обработанных препаратами, разрешенными на территории Российской Федерации для кукурузы и зерновых колосовых, представлены в таблице 2.

Количественный анализ действующего вещества свидетельствует, что отработанные ранее условия обеспечивают определение 91,2–95,0 % вещества, содержащегося в семенном материале кукурузы, пшеницы – 93,5–98,0, ржи – 93,0–96,7, ячменя – 92,7–96,5 %. Введение поправочных коэффициентов, рассчитанных в соответствии со средним значением определения для каждой культуры (1,079; 1,050; 1,056 и 1,059 соответственно), позволяет получать результаты, близкие к заданной норме расхода препаратов. В целом, лабораторная проверка показала, что при обработке семян кукурузы и зерновых колосовых культур препаратами на основе карбоксина результаты аналитического контроля соответствуют фактическому расходу протравителей.

Типичная хроматограмма экстрактов из протравленных семян представлена на рисунке.

По результатам исследований подготовлены методические указания по определению полноты протравливания семян кукурузы и зерновых колосовых культур фунгицидными препаратами на основе карбоксина. Методические указания прошли производственную проверку на базе ряда региональных филиалов ФГБУ «Россельхозцентр».

Список использованной литературы

1. Гришечкина, Л.Д. Карбоксамиды – эффективные средства борьбы с комплексом болезней зерновых культур / Л.Д. Гришечкина, А.И. Силаев // Земледелие. - 2017. - № 2. - С. 43-46.
2. Сотченко, Е.Ф. Эффективность Витавакса 200ФФ против пыльной и пузырчатой головни кукурузы / Е.Ф. Сотченко, Ю.В. Сотченко, В.Г. Ивашенко, О.В. Алексеева // Защита и карантин растений. - 2009. - № 2. - С. 27-28.
3. Топорова, Е.Ю. Предпосевное протравливание семян (методические аспекты) / Е.Ю. Топорова, Г.Я. Стецов // Защита и карантин растений. - 2018. - № 2. - С. 3-7.
4. Тютюрев, С.Л. Обработка семян фунгицидами и другими средствами оптимизации жизни растений / С.Л. Тютюрев. - С.-Пб., 2006. - 250 с.
5. Тютюрев, С.Л. Механизмы действия фунгицидов на фитопатогенные грибы / С.Л. Тютюрев. - Санкт-Петербург: ВИЗР, 2010. - 170 с.

Таблица 2. Результаты лабораторной проверки метода определения полноты обработки семян кукурузы и зерновых колосовых карбоксинсодержащими фунгицидами

Культура	Препарат	Заданная норма расхода препарата, л/т	Определено содержание препарата, л/т	
			по содержанию д.в. в экстракте	с учетом % извлечения д.в.
Кукуруза	Витавакс 200ФФ, ВСК	1,0	0,95	1,02
		1,5	1,41	1,52
		2,0	1,86	2,01
		2,5	2,28	2,46
Пшеница	Витарос, ВСК	1,0	0,98	1,03
		1,5	1,41	1,48
		2,0	1,87	1,96
		3,0	2,90	3,05
Рожь	Витавакс 200ФФ, ВСК	1,0	0,93	0,98
		1,5	1,45	1,53
		2,0	1,86	1,96
		3,0	2,79	2,95
Ячмень	Витарос, ВСК	1,0	0,95	1,01
		1,5	1,39	1,47
		2,0	1,93	2,04
		3,0	2,86	3,03

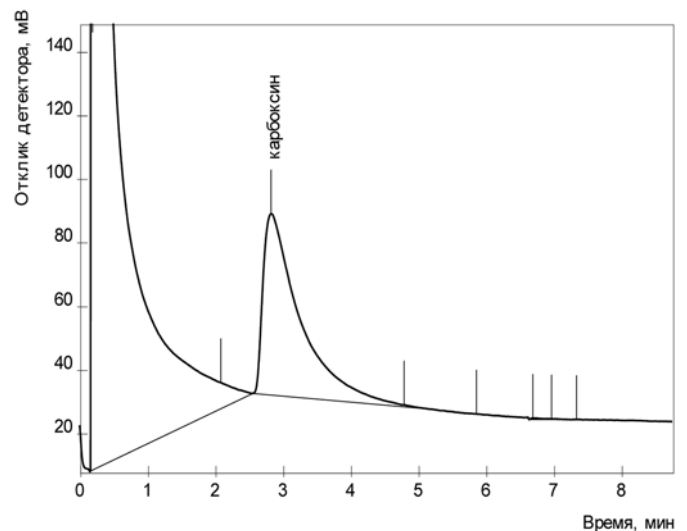


Рисунок. Хроматограмма пробы семян кукурузы (обработка препаратом Витавакс 200ФФ – 2,0 л/т)

Laboratory quality control of corn seeds and grain ear crops treatment with fungicides containing carboxine

I.N. Gorina

Summary: A method for laboratory quality control of corn seeds and grain ear crops treatment with fungicides containing carboxine using gas-liquid chromatography has been developed. The completeness of treatment estimated by the content of the preparation in 1 ton of seed expressed as a percentage in relation to the recommended consumption rate. The metrological characteristics of the method and correction factors for the completeness of the extraction of the active substance are determined, which make it possible to obtain results that correspond to a given consumption rate of preparations.

Key words: seeds, corn, wheat, rye, barley, treatment, fungicides, carboxine, chromatography.