



ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ОБРАБОТКИ СЕМЯН КУКУРУЗЫ ФУНГИЦИДАМИ

Горина И.Н., кандидат биологических наук
ФГБНУ «Всероссийский научно-исследовательский институт защиты растений»
e-mail: vniizr_gorina@mail.ru

Аннотация: Разработан метод оценки полноты протравливания семян кукурузы фунгицидными препаратами. Метод основан на экстракции действующих веществ из обработанного семенного материала органическим растворителем и их последующем количественном измерении с использованием газожидкостной хроматографии. Определены метрологические характеристики метода. Среднее значение определения фунгицидов составляет 91–93 %. Лабораторная проверка метода подтвердила соответствие результатов аналитической оценки фактическому расходу протравителей.

Ключевые слова: семена, кукуруза, протравливание, фунгициды, газовая хроматография.

Протравливание семенного материала считается наиболее экологичным приемом защиты растений, так как препарат наносится только на семена. За счет такого подхода удается создать оптимальный баланс между применением химических средств защиты растений и соблюдением принципов охраны окружающей среды. Использование пестицидов для предпосевной обработки семян кукурузы является важной основой рентабельного производства и получения полноценного урожая культуры. Известно, что около 70 % болезней кукурузы передаются семенами, что диктует необходимость их фунгицидной обработки [5]. Протравленные семена имеют повышенную (на 5–12 %) полевую всхожесть, дают более жизнеспособные всходы, позволяя формировать необходимую густоту стеблестоя. Применение протравителей сохраняет до 4 ц/га урожая зерна в годы умеренного распространения болезней и значительно больше – в годы их эпифитотий. Особенно это заметно при неблагоприятных погодных условиях в период прорастания семян кукурузы, а также при использовании препаратов системного действия в очагах распространения пыльной головни [2, 3].

В настоящее время в Российской Федерации зарегистрировано более 40 фунгицидных препаратов для предпосевной обработки семян кукурузы, в состав которых входят от 1 до 4 действующих веществ. На кукурузе они рекомендованы против комплекса болезней (пузырчатая и пыльная головня; гельминтоспори-

озная корневая гниль; фузариозные корневые, прикорневые и стеблевые гнили; фузариоз; плесневение семян) [1].

Для достижения максимальной биологической эффективности протравливания важнейшим элементом технологии является обеспечение качества нанесения и распределения препарата. Заниженная норма расхода не способна обеспечить должную эффективность протравителя, в результате возникает риск поражения растений патогенами. Завышенная же норма расхода может вызвать фитотоксичность, которая проявляется в снижении всхожести семян, угнетении роста растений. Поэтому эффективность протравителей проявляется в полной мере только при условии соблюдения технологии протравливания, рекомендуемой нормы расхода препарата и равномерности распределения его по поверхности семян. Цель обработки семян заключается в равномерном распределении рекомендуемой нормы расхода препарата по их поверхности и попадании его в почву. Это позволяет максимально реализовать токсичность препарата для вредных организмов, находящихся как на поверхности и внутри семян, так и в почве, и в конечном итоге – получить высокую биологическую эффективность.

Визуальная оценка качества протравливания семян не может дать объективную картину [4]. Поэтому необходим инструментальный лабораторный контроль за полнотой и равномерностью обработки семян пестицидами. Расширение ассортимента препаратов для предпосевной обработки семян диктует необходимость актуализации методического обеспечения контроля за качеством протравливания. Массовые анализы при этом предполагают экономичность материальных и временных затрат. Методики определения качества протравливания семенного материала должны отвечать следующим требованиям:

- обеспечивать однозначную идентификацию действующего вещества;
- гарантировать возможность измерения массовой доли действующего вещества в присутствии других фунгицидных компонентов;
- обладать высокой производительностью;
- иметь сравнительно низкую стоимость.

Поэтому цель настоящих исследований заключалась в разработке метода лабораторной оценки полноты обработки семян кукурузы фунгицидными протравителями с использованием техники газожидкостной хроматографии.

Одним из наиболее важных показателей разрабатываемого метода, влияющих на достоверность получаемых результатов, считается полнота извлечения действующего вещества. Она, в первую очередь, зависит от химической природы экстрагента и способа экстракции. В качестве экстрагентов были изучены органические растворители, характеризующиеся высокой растворимостью в них фунгицидных компонентов (ацетон, гексан, хлороформ, этанол, этоксиэтан). Установлено, что наиболее полное извлечение веществ происходит при использовании ацетона и гексана. Средний показатель извлечения в случае ацетона составляет 86–90 %, гексана – 74–82 %. Применение хлороформа, этанола и этоксиэтана обеспечивает переход в растворитель 16–58 % изучаемых действующих веществ. Низкая полнота извлечения протравителей (менее 80 %) при использовании этанола, этоксиэтана, хлороформа, а также в ряде случаев – гексана, не позволяет рекомендовать их в качестве экстрагентов. Отработаны способы и режимы экстракции фунгицидов из протравленного семенного материала. Установлена оптимальная продолжительность экспозиции проб семян в ультразвуковой ванне и механическом встряхивателе. Наиболее полное извлечение веществ отмечено при двукратной обработке семян ультразвуком (15 + 15 минут) или при встряхивании в 2 этапа (60 + 15 минут). Среднее значение определения компонентов в пределах установленных параметров при использовании в качестве экстрагента ацетона составляет 90–95 %.

Полученные результаты составили основу метода определения полноты протравливания семян кукурузы фунгицидами, который включает извлечение действующих веществ из семенного материала органическим растворителем в режиме встряхивания или обработки ультразвуком с последующим анализированием на газожидкостном хроматографе. ГЖХ-определение компонентов осуществляют с использованием электроннозахватного или термоионного детектора. Количественное измерение содержания каждого действующего вещества проводят селективно методом абсолютной калибровки, что дает возможность анализировать интересующий фунгицидный компонент при любой комбинации сопутствующих компонентов в протравочной смеси. Идентификацию действующего вещества осуществляют по времени

удерживания при заданном режиме хроматографирования. Полноту обработки оценивают по содержанию протравителя в 1 тонне семян и выражают в процентах по отношению к рекомендуемой норме его расхода.

Определены метрологические характеристики метода анализа действующих веществ в протравленных семенах, которые необходимы для проведения статистической обработки результатов анализа (табл. 1).

Метрологические показатели позволяют корректировать потери действующего вещества в процессе проведения анализа и получать результаты по норме расхода протравителя, близкие к заданным, а также оценивать достоверность полученных данных. Определение всех показателей проводили по четырем концентрациям каждого действующего вещества. Диапазон определяемых концентраций находится в пределах от 2–20 мг/кг для флудиоксонила до 10–500 мг/кг для карбоксина. Среднее значение определения компонентов в протравленном семенном материале кукурузы составляет 90,7–92,7 %. Стандартное отклонение для всех действующих веществ изменяется в пределах 2,17–3,96 %, доверительный интервал среднего результата – $\pm 1,98$ – $3,11$ %. При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с методикой погрешность результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает указанных значений для соответствующих диапазонов концентраций действующих веществ.

Для оценки результативности разработанного метода проведена его лабораторная проверка. Результаты определения качества разных партий семян, обработанных препаратами, разрешенными на территории Российской Федерации для кукурузы, представлены в таблице 2. Газохроматографический анализ дей-

Таблица 1. Метрологические характеристики метода определения фунгицидов в протравленном семенном материале кукурузы

Действующее вещество	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг (г/т)	Среднее значение определения д.в., %	Стандартное отклонение, %	Доверительный интервал среднего результата, \pm %
Дифенокназол	10–100	91,8	2,56	2,50
Имазалил	5–80	92,0	2,34	2,29
Карбоксин	10–500	92,7	3,27	1,98
Металаксил	8–24	92,5	3,87	3,11
Мефеноксам	8–24	92,7	3,96	3,08
Протиокназол	4–200	92,1	2,17	2,11
Тебуконазол	5–100	92,4	2,44	2,38
Тиабендазол	10–100	90,7	2,75	2,68
Тритиконазол	5–50	92,5	2,61	2,55
Флудиоксонил	2–20	90,8	3,61	2,47
Флутриафол	5–100	92,8	2,43	2,38
Ципроконазол	4–40	90,8	2,53	2,46

ствующих веществ по двум нормам применения каждого препарата позволил определить 88–96 % фунгицидных компонентов, содержащихся в обработанных семенах. Для корректировки аналитической погрешности по каждому действующему веществу введен поправочный коэффициент, рассчитанный в соответствии с его средним значением определения по таблице метрологических характеристик. Величина поправочных коэффициентов варьируется от 1,079 для карбоксина и металаксила до 1,103 для тиабендазола. Введение этого показателя позволяет получать результаты, близкие к заданной норме расхода препаратов. В целом, лабораторная проверка показала, что при обработке семян кукурузы однокомпонентными и многокомпонентными препаратами, содержащими действующие вещества в разных комбинациях, результаты аналитического контроля соответствуют фактическому расходу протравителей.

По итогам исследований подготовлены методические указания по определению полноты протравливания семян кукурузы фунгицидными препаратами. Разработанные методические указания прошли производственную проверку в ряде региональных филиалов ФГБУ «Россельхозцентр», которая подтвердила соответствие результатов аналитической оценки качества протравливания фактическому расходу протравителей. Своевременный и оперативный контроль полноты предпосевной обработки семенного материала позволяет контролировать технологический процесс и поддерживать расход препаратов на заданном уровне при соблюдении принципов охраны окружающей среды.

Список использованной литературы

1. Государственный каталог пестицидов и агрохимикатов, разрешенных к применению на территории Российской Федерации (часть первая «Пестициды») от 24.11.2023 [Электрон. ресурс]. URL: <https://mcx.gov.ru/upload/iblock/cf7/x38g3mekkqvokqhmfvjvdp8mpluw3mr.zip/> (дата обращения 16.01.2024).
2. Макарова, М.А. Комплексная защита кукурузы от болезней / М.А. Макарова, В.Н. Макаров // Защита и карантин растений. - 2016. - № 6. - С. 27-29.
3. Стамо, П.Д. Защита кукурузы на Ставрополье / П.Д. Стамо, В.Г. Коваленков, О.В. Кузнецова // Защита и карантин растений. - 2015. - № 8. - С. 34-36.
4. Топорова, Е.Ю. Предпосевное протравливание семян (методические аспекты) / Е.Ю. Топорова, Г.Я. Стецов // Защита и карантин растений. - 2018. - № 2. - С. 3-7.
5. Хромова, Л.М. Как защитить посевы кукурузы от вредных организмов / Л.М. Хромова, Э.Л. Шипшева, Д.А. Хромова // Защита и карантин растений. - 2018. - № 2. - С. 29-31.

Таблица 2. Результаты лабораторной проверки метода определения полноты обработки семян кукурузы фунгицидными протравителями

Действующее вещество	Препарат	Заданная норма расхода препарата, л/т	Определено содержание препарата, л/т	
			по содержанию д.в. в экстракте	с учетом % извлечения д.в.
Дифеноконазол	Тирада	1,5	1,39	1,51
		2,5	2,32	2,53
Имазалил	Скарлет	0,2	0,19	0,21
		0,4	0,36	0,40
Карбоксин	Витавакс 200 ФФ	1,0	0,95	1,02
		2,0	1,86	2,01
Металаксил	Редиго М	0,5	0,44	0,48
		1,0	0,90	0,97
Мефеноксам	Максим Голд	0,5	0,46	0,50
		1,0	0,94	1,01
Протиокназол	Редиго М	0,4	0,37	0,40
		0,8	0,74	0,80
Тебуконазол	Скарлет	0,2	0,19	0,21
		0,4	0,38	0,41
Тиабендазол	Винцит	1,0	0,92	1,01
		2,0	1,84	2,02
Тритриконазол	Премис Двести	0,15	0,14	0,15
		0,25	0,24	0,25
Флудиоксонил	Максим Голд	0,5	0,46	0,51
		1,0	0,88	0,97
Флутриафол	Винцит	1,0	0,95	1,02
		2,0	1,87	2,02
Ципроконазол	Триактив	0,15	0,14	0,15
		0,3	0,27	0,30

Gas chromatographic quality control of corn seed treatment with fungicides

Gorina I.N.

Summary: A method to assess the completeness of the pickling of corn seeds with fungicidal preparations has been developed. The method is based on the extraction of active substances from the treated seed material with an organic solvent and their subsequent quantitative measurement using gas-liquid chromatography. The metrological characteristics of the method are determined. The average value of the definition of fungicides is 91–93 %. Laboratory verification of the method confirmed the compliance of the analytical evaluation results with the actual consumption of the protectants.

Key words: seeds, corn, pickling, fungicides, gas chromatography.