

**O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI SOG'LIQNI SAQLASH VAZIRLIGI
TOSHKENT FARMATSEVTIKA INSTITUTI**

Zulfikarieva D.A., Yuldashev Z.A.

**SIPERMETRIN PESTITSIDINI KIMYO-TOKSIKOLOGIK
TADQIQOTLARI**
Monografiya

TOSHKENT - 2022

Mualliflar: D.A.Zulfikarieva, fapmasevtika fanlari doktori, dosent;
Z.A.Yuldashev, fapmasevtika fanlari doktori, ppofessop

Taqrizchilar:

R.A.Xusainova – Toshkent farmatsevtika instituti, farmatsevtik kimyo kafedrasи dotsenti, farm.f.d.

N.SH.Xalilova - O‘zbekiston Respublikasi Adliya Vazirligi huzuridagi X.Sulaymonova nomidagi Respublika Sud ekspertizasi markazi bosh eksperti, farm.f.n.

Mazkur monogpafiya Toshkent farmasevtika instituti muammolar hay’atining 2021 yil 21 dekabrdagi 3-son va institut Kengashining 2022 yil 1 noyabrdagi 3-son yig‘ilishlarida muhokama qilingan va chop etishga tavsiya etilgan.

UDK: 615.074:615.453.2:616.921.5-022.6.

Zulfikarieva D.A., Yuldashev Z.A.

Sipermetrin pestitsidini kimyo-toksikologik tadqiqotlari. – T.: Toshkent farmatsevtika instituti, 2022. – 101 b.

Ushbu monografiyada xalq xo‘jaligida hozirgi kunda qo‘llanilayotgan va zaharlanishga sababchi bo‘layotgan sintetik piretroidlar guruhiga oid sipermetrin pestitsidi bilan bog‘liq muammolar yoritilgan. Sipermetrinni tuli ob‘ektlar tarkibidan ajratib olish va tahlil qilish usullari o‘rganilgan.

Monografiya fapmakognoziya, toksikologik kimyo sohalapidagi mutaxassislap hamda sud-kimyo ekspeptlapi, ushbu sohada ilmiy izlanishlap olib bopayotgan izlanuvchilap, talabalap va boshqa mutaxassislapga mo‘ljallangan.

MUNDARIJA

KIRISH.....	7
I BOB. SIPERMETRIN PESTITSIDINING QO'LLANILISHI VA ZAHARLANISH HOLATLARI.....	11
1.1. Xalq xo'jaligida sipermetrinni qo'llanilishi va uning atrof-muhitga zararli ta'siri haqida ma'lumotlar.....	11
1.2. Sipermetrin haqidagi umumiylar ma'lumotlar.....	19
1.3. Sipermetrinni turli ashylardan (suv, tuproq, havo, o'simliklar, biologik suyuqliklar va ashylar) ajratib olish va qoldiq miqdorlarini aniqlashning mavjud usullariga qiyosiy tavsif.....	23
Xulosalar	40
II BOB. SIPERMETRIN PESTITSIDINING TAHLIL USLUBLARINI TAKOMILLASHTIRISH VA MO“TADIL SHAROITLARNI ISHLAB CHIQISH.....	41
2.1. Sipermetrinni xromatografik (YUQX, GSX, YUSSX, GX-MS) usullarida tahlil qilish uslublarini takomillashtirish va yangi sharoitlarni ishlab chiqish.....	41
2.1.1 Sipermetrinni yupqa qatlam xromatografiyasi usulida tahlil qilish . sharoitlarini ishlab chiqish.....	42
2.1.2. Sipermetrinni gaz-suyuqlik xromatografiyasi usulida tahlil qilish sharoitlarini ishlab chiqish.....	50
2.1.3. Sipermetrinni gaz-xromato-mass-spektrometriya usulida tahlil qilish sharoitlarini ishlab chiqish.....	56
2.1.4 Sipermetrinni yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi usulida tahlil . qilish sharoitlarini ishlab chiqish.....	62
2.2. Sipermetrinni UB-spektrofotometriya usulida aniqlash sharoitlarini ishlab chiqish.....	66
Xulosalar	70

III BOB. SIPERMETRIN PESTITSIDINI SUVLI MUHITDAN ORGANIK ERITUVCHILAR YORDAMIDA EKSTRAKSIYA QILISH SHAROITLARINI ISHLAB CHIQISH.....	73
3.1. Sipermetrinni suvli muhitdan ekstraksiyasiga organik erituvchi tabiatи va muhitning pH ko‘rsatkichi ta’sirlarini o‘rganish.....	74
3.2. Sipermetrinni suvli muhitdan ekstraksiyasiga elektrolitlar va ekstraksiya sonining ta’sirlarini o‘rganish.....	75
3.3. Sipermetrinni biologik suyuqliklardan (qon va peshob) ekstraksiyalash sharoitlarini ishlab chiqish.....	77
Xulosalar.....	79
IV BOB. SIPERMETRIN PESTITSIDINI BIOLOGIK ASHYOLARDAN AJRATIB OLİSH SHAROITLARINI ISHLAB CHIQISH.....	80
4.1. Sipermetrinni biologik ashyolardan (laboratoriya hayvonlari ichki a’zolari) ajratib olish sharoitlarini ishlab chiqish.....	80
4.2. Sipermetrinni tajriba hayvonlari ichki a’zolarida tarqalishi va to‘planishini o‘rganish.....	82
4.3. Sipermetrinni dorivor o‘simlik xom ashyolaridan ajratib olish sharoitlarini ishlab chiqish.....	84
4.4. Sipermetrin qo‘llanilgan dorivor o‘simlikning turli mahsulotlaridan ajratib olish sharoitlarini ishlab chiqish.....	87
Xulosalar.....	88
V BOB. SIPERMETRIN PESTITSIDINI TURLI ASHYOLARDA SAQLANISH MUDDATLARINI O‘RGANISH.....	85
5.1. Sipermetrinni biologik ashyolarda saqlanish muddatlari va ularga ta’sir qiluvchi omillapHi o‘rganish.....	89
5.2. Sipermetrinning ba’zi bir dorivor o‘simlik xom ashyolarida saqlanish muddatlarini o‘rganish.....	90

Xulosalar.....	93
UMUMIY XULOSALAR.....	94
ADABIYOTLAR RO‘YXATI.....	95

KIRISH

Xalq xo‘jaligida, shu jumladan, qishloq xo‘jaligida turli mahsulotlapHi etishtirish, saqlash va qayta ishlashda kimyoviy vositalardan keng foydalaniladi. Ayniqsa, qishloq xo‘jaligida etishtirilayotgan hosilni zararkunandalar va kasalliklardan himoya qilishda pestitsidlapHing o‘pHi beqiyosdir. Mazkur vositalar qo‘llanilganda hosildorlikni 30-50 % kamayishining oldi olinadi. SHuning uchun ularga bo‘lgan talab yildan yilga ortib bormoqda, bu esa pestitsidlapHi ko‘plab ishlab chiqarishga va ulapHing turini oshishga olib keladi. So‘nggi vaqtarda sun’iy piretroidlar guruhiga mansub pestitsidlar qishloq xo‘jaligida keng ko‘lamda ishlatilmoxda. Bu guruh pestitsidlar dunyoning 40 dan oshiq davlatlarida ishlatiladi. Ular asosan insektitsid, insektoakaritsid vosita sifatida qo‘llaniladi.

SHunday pestitsidlar qatoriga sipermetrin ham kiradi. Sipermetrindan O‘zbekiston qishloq xo‘jaligida deyarli barcha o‘simgilklapHi turli zararkunandalardan himoya qilishda foydalaniladi. Pestitsid Navoiy elektrokimyo HJ-QK ishlab chiqariladi. U yuqori zaharli moddalar sinfiga mansub. Adabiyotlarda sipermetrin bilan zaharlanish holatlari qayd etilgan. Uning keng ko‘lamda qo‘llanishi va yuqori zaharlilagini inobatga olib, pestitsid qo‘llanish vaqtida ma’lum ehtiyojkorlik choralarini ko‘rish lozim bo‘ladi.

SHuni ta’kidlash lozimki, sipermetrin bilan o‘tkir zaharlanish holatlari ro‘y berganda uni turli biologik ashyolardan ajratib olish, olingan ajratmalapHi tozalash va tahlil qilish, pestitsidni tirik organizmda tarqalishi hamda ashyolarda saqlanish muddatlarini o‘rganishga bag‘ishlangan chuqur izlanishlar aks etgan ma’lumotlar juda kam. Bu boradagi mavjud ma’lumotlar juda tarqoq bo‘lib, ularda tahlil uslublariga ta’sir etadigan omillar inobatga olinmagan va o‘rganilmagan.

SHu munosabat bilan sipermetrinni turli biologik ashyolardan ajratib olish va tahlil qilish uslublarini takomillashtirish va mo‘‘tadil uslublapHi ishlab chiqish hamda ularga ta’sir etadigan omillapHi o‘rganish dolzarb vazifadir.

Mazkur pestitsid kimyo-toksikologik nuqtai nazaridan chuqur va to‘liq o‘rganilmaganligini inobatga olib, sipermetrin bilan zaharlanish holatlari ro‘y berganda tez tibbiy yordamni aniq ko‘rsatish uchun qon, peshob, oshqozon chayindi suvlari, laboratoriya hayvonlari ichki a’zolaridan ajratib olish usullarini ishlab chiqish muhim ahamiyat kasb etadi.

Pestitsidlar nafaqat qishloq xo‘jaligida, balki dorivor o‘simliklapHi etishtirishda ham qo‘llanilmoqda. Boshqa qishloq xo‘jaligi o‘simliklarida bo‘lgani kabi dorivor o‘simliklarda ham turli kasalliklar va zararkunandalar uchraydi, tabiiyki, ular mahsulot sifatiga jiddiy zarar etkazadi. Hozirgi vaqtda qator mamlakatlarda (Rossiya, Germaniya va boshqalar) dorivor o‘simliklapHi himoya qilish uchun bir qancha kimyoviy vositalar tavsiya etilgan bo‘lib, ulapHi qo‘llash nazariy va amaliy jihatdan asoslangandir. Dorivor o‘simliklar etishtirilayotgan vaqtda kimyoviy himoya vositalarini qo‘llash ulapHing xom ashyolarini mazkur pestitsidlar bilan ifloslanishiga olib kelishi mumkin. Keyingi yillarda yuqori samaraga ega bo‘lgan dori moddalapHi kerakli miqdorda sintez qilinmoqda. Ammo shunga qaramay dorivor o‘simliklar o‘z qiymatini yo‘qotgani yo‘q, aksincha, ularga bo‘lgan talab yildan yilga ortib bormoqda.

Amaliy tibbiyotda ishlatiladigan dorivor preparatlapHing qariyib 45-50% o‘simlik mahsulotlaridan ajratib olinadi yoki ular asosida tayyorланади. O‘rmon xo‘jaliklari va “O‘zfarmsanoat” DAK tomonidan joylarda dorivor o‘simlik etishtiradigan ixtisoslashgan korxonalar tashkil etilgan. Ayni vaqtda ularda 30 dan ortiq dorivor o‘simliklar o‘stirilmoqda va xom ashyolar tayyorlanmoqda. Etishtirilgan o‘simlik xom ashyolarining asosiy qismi sanoat miqyosida ishlab chiqariladigan dori vositalarining manbai bo‘lib xizmat qilsa, qolgan qismi esa dorixonalar orqali xalq iste’moliga etib bormoqda. Tibbiyotning, shu jumladan, farmatsevtika sohasining dorivor o‘simlik xom ashyolariga bo‘lgan talabini qondirish uchun ulapHi ko‘plab yig‘ish va etishtirish lozim bo‘ladi.

SHu bilan birga o'simlik a'zolarida va uning xom ashyosi tarkibida pestitsid qoldiqlarini o'rganish hamda nazorat qilish usullarini yaratish ham dolzarb vazifadir. Dorivor o'simlik xom ashyolariga bo'lgan talabning ortishi uning sifatiga qo'yiladigan talablapHi ham mukammallashtirmoqda. Jumladan, dorivor o'simlik xom ashyosi tarkibining an'anaviy sifat ko'rsatkichlari qatoriga og'ir metallar, kimyoviy birikmalar va pestitsidlaphing qoldiq miqdorlarini aniqlash ham kiritilgan bo'lib, u turli yo'llar bilan o'simlikka tushgan pestitsid qoldiqlarini aniqlashga xizmat qiladi.

Sipermetrinning qoldiq miqdorlarini xromatografiya va UB-spektrofotometriya usullarida tahlil qilishning mavjud uslublari takomillashtirildi va yangi mo'tadil sharoitlari ishlab chiqildi hamda ular kimyo-toksikologiya va ekologiya ashyolari tarkibidan ajratib olingan pestitsid qoldiq miqdorlarini aniqlashga tatbiq etildi.

Sipermetrinni suvli muhit, qon, peshob, laboratoriya hayvonlari ichki a'zolari, dorivor o'simlik xom ashyolari tarkibidan ajratib olish uslublari birinchi marta o'rganildi.

Sipermetrin bilan o'tkir zaharlanish holatlari ro'y berganda bemorlapHing biologik suyuqliklari (qon, peshob) va oshqozon chayindi suvlari tarkibidan pestitsidni ajratib olish hamda tahlil qilishning tezkor uslublari ishlab chiqildi. Mazkur usullar pestitsidni qisqa vaqtda aniqlab, zaharlangan bemorlarga tez tibbiy yordam ko'rsatishga imkon beradi.

O'tkir zaharlanish holatlari ro'y berganda sipermetrinni laboratoriya hayvonlari ichki a'zolariga tarqalishi va ularda to'planishi hamda kimyo-toksikologiya va ekologiya ashyolarida saqlanish muddatlari, ularga ta'sir qiluvchi omillar birinchi marta o'rganildi.

Sipermetrinning dorivor moychechak va steviya rebo o'simliklari xom ashyosi, ulardan tayyorlangan damlamalar tarkibidagi qoldiq miqdorlari ajratib olish hamda aniqlash uslublari takomillashtirildi.

Sipermetrinni qoldiq miqdorlarini tahlil qilishning yangi uslublari ishlab chiqildi, ular amaliy jihatdan asoslandi va turli ashylardan ajratib olingan pestitsidni aniqlashga tatbiq etildi.

Sipermetrinni suvli muhit, biologik suyuqlik va ob'ektlardan ekstraksiya qilishning mo‘tadil sharoitlari ishlab chiqildi va mazkur jarayonlarga ta’sir qiluvchi omillar aniqlandi. Sipermetrinni biologik ashylarda saqlanishi, laboratoriya hayvonlari ichki a’zolariga tarqalishi va ularda to‘planishi o‘rganildi.

Dorivor o‘simglik xom ashylari va ulardan tayyorlangan dori vositalari (damlama) tarkibidagi sipermetrin qoldiq miqdorlarini ekologik nuqtai nazardan nazorat qilish uchun tahlil uslublari ishlab chiqildi va amaliyatga tatbiq etildi.

Ishlab chiqilgan tahlil uslublari sipermetrinni o‘tkir zaharlanish holatlarida suvli muhit, biologik suyuqliklar va dorivor o‘simgliklar xom ashylarida aniqlash bo‘yicha tuzilgan tavsiyanomalarga asos qilib olindi.

I BOB. SIPERMETRIN PESTITSIDINING QO'LLANILISHI VA ZAHARLANISH HOLATLARI

1.1. Xalq xo'jaligida sipermetrinni qo'llanilishi va uning atrof-muhitga zararli ta'siri haqida ma'lumotlar

Turli kimyoviy vositalar, shu jumladan, sintetik piretroid guruhiga mansub pestitsidlar xalq xo'jaligining ko'p tarmoqlarida keng ko'lamda ishlatilmoqda. U nafaqat qishloq xo'jaligi ekinlarini himoya qilishda [1], balki veterinariya [2, 3], tibbiyat va boshqa sohalarda dezinfeksiyalovchi hamda dezinseksiyalovchi vositalar sifatida [4, 5] ham qo'llanilmoqda. Chorva va uy hayvonlaridagi parazitlapHi yo'qotishga mo'jallangan zooshampunlar, suvaraklar va boshqa hashoratlarga qarshi kurashda ishlatiladigan dezinfeksiyalovchi "qalamchalar", antiseptik eritmalar tarkibida ta'sir etuvchi modda sifatida sintetik piretroidlar saqlaganligi uchun ular yuqori samaradorlikka ega [6]. Qorako'l terilarini qayta ishslash va saqlashda kuyalarga qarshi piretroidlardan tayyorlangan turli briketlar yaxshi samara berishi ham aniqlangan [7].

Atrof-muhitni ekologik toza bo'lishi uchun qizg'in kurash olib borilayotgan bugungi kunda virus, zamburug' va bakteriya kasalliklari, begona o't, zararkunanda va boshqa hasharotlarga qarshi kurashda kimyoviy moddalardan oqilona foydalanish katta ahamiyat kasb etadi.

SHubhasiz, o'simliklapHi kimyoviy himoya qilish usuli bir qator afzalliklar va katta universallik xususiyatlariga ega. Ulardan, asosan, o'simlik zararkunandalari va kasalliklariga qarshi kurashda, begona o'tlapHi bartaraf etishda, omborxona, issiqxona va elevatorlapHi zararsizlantirishda (dezinfeksiya, dezinseksiya, deratazitsiya) foydalanadilar.

Bu tadbirlapHi amalga oshirish mahsulot sifati va hajmini ortishiga olib keladi [8].

Adabiyotda keltirilgan ma'lumotga ko'ra, o'simlik zararkunandalari va kasalliklariga qarshi kimyoviy kurash choralari yaxshi yo'lga qo'yilsa, sof daromad bir necha barobar ortadi. Bu esa kimyoviy usulning yuqori iqtisodiy samaradorlikka ega ekanligini ko'rsatadi [5, 8]. Masalan, [8] ma'lumotlariga qaraganda Indoneziyada guruch hosildorligi kimyoviy himoya vositalari qo'llanganda 2 barobarga oshgan. Angliyada esa lalmi bug'doy hosilidan olingan foyda pestitsidlar qo'llanganda bir necha barobarga oshganligi qayd etilgan.

Pestitsidlar insonlar salomatligini saqlashda ham qo'llaniladi. O'tgan aspHing 60-70 yillarida SHri Lankada (Seylon oroli) 2 milliondan ziyod odamlar bezgak kasali bilan og'rigan. Bezgak chaqiruvchi chivinlarga qarshi DDT pestitsidi qo'llangan. Pestitsid kasallik tarqalishini kamaytirgan. Ammo 70-72 yillarda mazkur pestitsidni sanoat miqiyosida ishlab chiqarish to'xtatilgan. SHunday keng ayni samaraga ega bo'lgan boshqa pestitsid amaliyatga tatbiq etilmadi. Bu esa bezgak kasalligi epidemiyasining ko'plab odamlapHi umriga zavol bo'lishiga sabab bo'lgan.

Keyingi yillarda pestitsidlar juda ko'p miqdorda ishlab chiqarilmoqda. 1990 yillarga kelib MDH davlatlarida o'simliklapHi kimyoviy himoya qilish vositalari yiliga 450 ming tonna miqdorida ishlab chiqarilgan. Bu holat dunyo miqiyosida ham oshib bormoqda. AQSH, Yaponiya, Fransiya, Braziliya, Italiya, Germaniya, Buyuk Britaniya, Kanada kabi davlatlarda pestitsidlar keng ko'lamda qo'llaniladi va ulardan foydalanish intensivligi yiliga o'rtacha 10-35 % ga o'sib bormoqda. Qishloq xo'jaligi ekinlarini zarakunandalardan ko'radigan zarar pestitsidlapHi qo'llashga to'liq asos borligini ko'rsatadi. Masalan, dunyo miqiyosida: don mahsulotlarining 24,4 %, makkajo xorining 35,6 %, guruchning 47,1 %, paxtaning 33,9 % turli kasallik, zararkunanda, begona o'tlar ta'sirida yo'q bo'lib ketadi. Bu holatni oldini olish uchun 1995 yilda dunyoda 25 mlrd AQSH dollariga teng miqdordagi pestitsidlar ishlatilishi taxmin qilingan [9]. PestitsidlapHi qo'llash maqsadga muvofiqmi yoki yo'qmi degan savol nafaqat qishloq xo'jaligi

xodimlarini, balki boshqa soha mutaxassislarini ham qiziqtirib kelmoqda. 1990 yilga kelib dunyo bo‘yicha, ta’sir etuvchi moddasi bo‘yicha hisob qilganda, yiliga 2 million tonna pestitsidlar ishlab chiqarilgan. Bu sohaga 13 mlrd. AQSH dollari miqdorida mablag‘ sarf qilingan. Hozirga kelib xalq xo‘jaligida ishlatiladigan pestitsidlaphing turi 1000 ga va ulaphing turli shakllari soni 10000 ga etib qoldi. UlapHi ishlab chiqarishga ketgan sarf-xarajat yildan-yilga ortib bormoqda. Pestitsidlar qo‘llanilmaganda qishloq xo‘jaligidagi hosildorlik 50% kamayishi mumkin.

SHu bilan bir qatorda olib borilgan monitoringlar ayrim joylarda pestitsidlaphi qo‘llash bir muncha kamayganligini ko‘rsatyapti [10].

Hozirgi vaqtda o‘simplik zararkunandalariga qarshi kurashning samaradorligini oshirish va hasharotlapHing rezistentligini kamaytirish uchun bir vaqtda turli kimyoviy guruhlarga oid bo‘lgan pestitsidlaphi birgalikda qo‘llash shakllari amaliyatga tatbiq etilmoqda. Masalan, sun’iy piretroid guruhi pestitsidlari fosfor va xlororganik pestitsidlar bilan qo‘llanilishi buning isbotidir [11].

Bu guruh pestitsidlari nafaqat qishloq xo‘jaligi ekinlari, hayvonlari yoki uy jonivorlari zararkunandalariga qarshi qo‘llanilib qolmasdan, balki o‘rmonchilikda ham qo‘llaniladi [12-16].

Ayni guruh pestitsidlarini tibbiyotda ham ishlatilishi haqidagi ma’lumotlar mavjud. Masalan, ular dezinfeksiyalovchi [17] va soch to‘kilishini oldini olish maqsadida qo‘llanilganligi haqidagi ma’lumotlar mavjud [18].

Pestitsidlaphi qo‘llanilishida texnika havfsizligi qoidalarini buzilishi, tavsiya etilgan me’yordan ortiqcha miqdorda ishlatilishi, surunkali foydalanish bevosita va bilvosita inson, hayvon va o‘simplik a’zolariga salbiy ta’sir etib zaharlanishga olib kelishi mumkin [1, 6].

Hozirgi vaqtda farmatsevtika sanoatining talabini qondirish uchun ayrim dorivor o‘simpliklapHi madaniylashtirilayotgan bo‘lib, ulaphi zararkunanda va

kasallikklardan himoya qilishda pestitsidlapHi qo'llanilishining nazariy va amaliy jihatlari to'liq o'rganilmagan. SHuningdek, ulapHing dorivor o'simlik biologik faol moddalarini yig'ilishiga ta'siri ham tadqiq etilmagan [19]. Adabiyotlarda keltirilgan ma'lumotlarga ko'ra, pestitsidlar o'simlik a'zolariga uning tanasidagi naychalar orqali kiradi va ulapHing aksariyat miqdori o'simlikning ma'lum bir qismida to'planadi hamda unda kechadigan biologik jarayonlarda ishtirok etadi. Ba'zilari esa o'simlik tanasi bo'ylab tarqaladi va umumiylar ta'sir ko'rsatadi. Ayrim pestitsidlar esa o'simlikning hamma a'zolariga ta'sir etish qobiliyatiga ega bo'lmay, balki uning ma'lum bir qismidagina to'planadi va mahalliy ta'sir etadi [16, 26]. SHuni ta'kidlash joizki, pestitsidlar o'simlik va hayvon a'zolaridagi jarayonlarga ta'sir etish bilan birga o'zlarini ham turli o'zgarishlarga uchraydilar va ulardan chiqariladilar.

Atrof-muhitda qolgan pestitsidlar ham o'zgarishlarga uchraydilar. Tuproq, suv, havoda kechadigan degradatsiya jarayonlariga mikroblar [23], tuproq turi, pH muhit, namgarchilik, nurlanish kabi omillar ta'sir etib, pestitsidlar boshqa birikmalarga, ba'zan uchuvchan zaharli moddalarga aylanishi mumkin [24].

Pestitsidlar va ulardan hosil bo'lgan ayrim zaharli moddalar bilan inson va hayvonlapHing zaharlanish holatlari yuz bergan. 1986 yildagi ma'lumotlarga qaraganda yiliga 80000 ga yaqin kishi pestitsidlardan zaharlanganlar va aksariyat hollarda ular o'lim bilan tugagan [25].

MualliflapHing [22, 26] ma'lumotlariga ko'ra pestitsidlar bilan zaharlanishlarda ulapHi davolash chora-tadbirlari muhim o'rinni tutadi va bu tadbirlapHi o'z vaqtida o'tkazish insonlapHing hayotini saqlab qolishga xizmat qiladi.

Xalq xo'jaligida qo'llaniladigan barcha pestitsidlar oziq-ovqat mahsulotlari sifati va tarkibiga turli ta'sir ko'rsatadi. Bu haqda soha mutaxassislar keng ko'lamli izlanishlar o'tkazmoqdalar. Pestitsid va mineral o'g'itlapHing turli qishloq xo'jaligi mahsulotlariga ta'siri, ulapHing kimyoviy tarkibini o'zgartirishi

va unga turli omillapHi ta'sir etishi ham o'rganilgan. Masalan, olma va boshqa meva mahsulotlarining sifatiga turli pestitsidlar: metafos, sidial, fozalon, xlorofos, antio, rogor, DDT, sevin, sineb, polikarbatsin, polimarsin, maneb, editon, GXSG, simazin, monuron, dalapon, atrazin, kotoranning ta'siri o'rganilib, vitaminlapHi, jumladan, askorbin kislotasini kamayishi, mikroelementlar, qand va boshqa ozuqaviy moddalar miqdorining o'zgarishlari kuzatilgan [28, 29, 30, 31, 32]. Ayrim pestitsidlar qo'llanilganda, ular o'simlik a'zolarida yig'ilib qoladi va inson a'zolariga o'tib, unga salbiy ta'sir ko'rsatadi. SHuning uchun pestitsidlalapHi qo'llash ulapHi sarflash me'yori, tarkibi, preparat turi, purkash vaqt va usuliga, o'simlik to'qimalari va hujayralarining o'sish davrlariga, anatomik va morfologik tuzilishiga bevosita bog'liq [33].

Xalq xo'jaligida keyingi yillarda sun'iy piretroidlar (SP) guruhiga oid pestitsidlar keng qo'llanilmoqda. Ular boshqa guruh pestitsidlaridan yuqori samaraga egaligi bilan farq qiladi. SP kam miqdorlarda qo'llanilganda ham kutilgan natijaga erishish mumkinligi bilan boshqa shu maqsadda ishlatiladigan pestitsidlardan ajralib turadi.

SP va ulapHing hosilalari xrizantem kislotasi asosida olinib va sintez usullari to'liq ishlab chiqilgan [6, 34].

SP – izosterin 2,2-dixlormetilsiklopropan karbon kislotasining 3-o'rin almashinuv efirlaridir yoki molekulasida siklopropan halqasi bo'lman to'yingan yoki to'yinmagan bog'ga ega bo'lgan izosterin kislota efirlaridir.

SP dastlabki sintezi o'tgan aspHing 40-50-yillariga to'g'ri keladi. 1945 yilda birinchi marta tetrametrin, 1949 yilda alletrin, 1967 yilda resmetrin sun'iy ravishda olingan. Ammo bu moddalapHing barchasi tashqi muhit sharoitida o'z faolligini tez yo'qotishi tufayli keng ko'lamlarda qo'llanilmagan. PiretroidlapHing fotokimyoviy turg'unligini oshirish maqsadida ulapHing molekulasida modifikatsiya o'tkazilgan [34, 35].

SHundan so‘ng fotokimyoviy turg‘unligi qoniqarli yuqori insektitsidlik xususiyatiga ega bo‘lgan piretroidlapHi yaratish borasida ijobiy natijalarga erishildi. Bunday birikmalar sifatida 2,2-dixlorvinil-3,3-dimetilsiklopropan karbon kislotasining 3-fenoksi benzil spirti, 3-fenoksi α -sianbenzil spirti bilan hosil qilgan murakkab efirlari, shuningdek, 2,2-dibromvinil-3,3-dimetilsiklopropan karbon kislotasi-ning 3-fenoksi α -sianbenzil spirti bilan hosil qilgan murakkab efirining yuqori samaraga ega ekanligini ayon bo‘ldi. Ayniqsa, siklopropan karbon kislotasining 3-fenoksi α -sianbenzil spirti bilan hosil qilgan birikmalarining hosilalari (sipermetrin, siflutrin va boshqalar) yuqori insektitsidlik xususiyatiga ega ekanligi tajribalarda aniqlandi [9, 36, 37].

Barcha SP sof holda lipofillik xossasiga ega bo‘lib, ular suvda erimaydi, quyosh nurida barqaror, jonsiz predmetlar sathida 12 oyga qadar saqlanadi. UlapHing hasharotlarga nisbatan ta’sirchanligi yuqori bo‘ladi. SP tuproqda kam harakatchan, yaxshi so‘rilish va saqlanish xususiyatiga ega, tuproq mikroorganizmlari ta’sirida 2-4 hafta ichida parchalanib ketadi, bunda dastlab qo‘shbog‘lar uziladi yoki efir bog‘i gidrolizlanadi. SHu bilan birga barcha SP himoya qilinuvchi o‘simlik a’zolariga salbiy ta’sir qilmaydi. Ular o‘simlikka singish qobiliyatiga ega emas. Bu haqda SP qoldiq miqdorlari o‘simlik a’zolariga ishlov berilgandan keyin 2 kun davomida aniqlanib, xulosa qilingan [6].

SP sirdan yoki me’da-ichak orqali ta’sir qiluvchi insektoakaritsidlar bo‘lib, ulapHing zararkunandalarga ta’siri boshqa pestitsidlarga nisbatan yuqori [6, 37].

SP hasharotlapHing asab tizimiga ta’sir qiladi. Ular asab tizimida Na^+ , K^+ , Sa^{+2} ionlari almashinuvini buzib yuboradi, natijada ortiqcha atsetilxolin ishlab chiqarilib, asab signallarining bir me’yorda uzluksiz uzatilishiga to‘sinqinlik qiladi [37].

YUqorida keltirilgan ma’lumotlar bu guruh pestitsidlarini qo‘llashda ma’lum ehtiyot choralarini ko‘rishni taqozo etadi. Ammo ulapHing kam miqdorlarda ham samarali ekanligi turli o‘simliklapHi, shu jumladan, dorivor o‘simliklapHi

zararkunandalardan kimyoviy himoya qilishga tatbiq etish borasidagi izlanishlapHi o'tkazilishiga sabab bo'lmoqda.

Dorivor o'simlik xom ashylariga bo'lgan ehtiyoj ulapHi ko'plab etishtirishni talab etadi. Tibbiyat sohasining, jumladan, farmatsevtika sohasining talablarini qondirish uchun mavjud dorivor o'simlik zahiralarini o'rganish, yovvoyi o'simliklapHi tekshirish, ulapHi tibbiyatga tatbiq etish va ixtisoslashgan xo'jaliklarda etishtirish dolzARB vazifadir [38, 39, 40]. Hozirgi kunda bu borada talay ishlar olib borilmoqda. Yangi o'simliklar tibbiyatga tatbiq etilmoxda va ulapHing mavjud zahiralari o'rganilmoqda. Ammo bu ishlar ularga bo'lgan talabni qondira olmaydi. SHuning uchun hozirda dorivor o'simliklar ixtisoslashgan xo'jalik va korxonalarda o'stirilmoqda. Olimlar va mazkur korxonalar tomonidan katta ahamiyatga ega bo'lgan ayrim dorivor o'simliklapHi etishtirish va madaniylashtirish borasidagi ilmiy ishlar olib borilmoqda [41].

Ushbu xo'jaliklarda na'matak, pol-pola, tipHoqgul, qalampir yalpizi, steviya, moychechak, arslonquyruq, valeriana, sano kabi o'simliklar etishtirilmoqda. Bular orasida qalampir yalpiz, na'matak, tipHoqgul, pol-pola va steviya katta maydonlarda o'stirilmoqda [41].

Boshqa o'simliklar kabi ularga ham zararkunandalar katta ziyon etkazib, mahsulot sifatini pasayishiga sabab bo'lmoqda. O'simliklapHi himoya qilishda zamonaviy, tez ta'sir etadigan va o'simlik a'zolarida uzoq saqlanmaydigan pestitsidlapHi qo'llash maqsadga muvofiq. Lekin shuni unutmaslik lozimki, pestitsid qo'llanilgan dorivor o'simlik tarkibida oz miqdorda bo'lsa-da saqlanib qolishi mumkin. SHuning uchun bu o'simliklar xom ashysosi tarkibidagi pestitsid qoldiq miqdorlari nazorat qilinishi zarur [42, 44]. SHuningdek, pestitsidlar dorivor o'simliklarga havo, suv va tuproqdagi migratsiyasi tufayli tushishi mumkinligi ham inobatga olinishi lozim.

Evropa farmakopeyasining 1997 yilgi nashrida pestitsidlapHi dorivor o'simlik tarkibidagi qoldiq miqdorlarini nazorat qilish uchun maxsus maqola

keltirilgan bo‘lib, bu dorivor o‘simlik xom ashyolariga qo‘yiladigan talablardan biriga aylandi [45]. Mahsulot tarkibidagi pestitsid qoldiq miqdorlari nazorat qilinilishi va shu bilan birga ulapHi kamaytirish, yohud bartaraf etish borasidagi izlanishlar o‘tkazilishi lozim.

Qishloq xo‘jaligi ekinlaridan texnologik jarayonlar natijasida olinadigan tayyor mahsulotlar tarkibidagi pestitsidlar qoldiq miqdorlarining mazkur jarayonlar ta’sirida kamayishi haqidagi ma’lumotlar adabiyotlar keltirilgan. Masalan, sut mahsulotlari tarkibidagi pestitsidlar ulardan qatiq-kefir mahsulotlari tayyorlash davrida 50% gacha kamayishi kuzatilgan [46]. Ayrim fosfor va xlor organik pestitsidlar saqlagan mevalar sovuq suv bilan yuvilganda ular 50-80% gacha, 100^0S da 15-20 daqiqa qizdirilishi natijasida olmada sineb 46-47, fosfororganik pestitsidlar 86-100% gacha, mevalardan turli mahsulotlar: sharbat, murabbo, sharob tayyorlaganda ular 86-100% gacha yo‘qolishi kuzatilgan [47]. Turli o‘simlik mahsulotlariga mexanik va termik ishlovlар berilganda, fosfororganik pestitsidlar qoldiq miqdorlarining keskin kamayishi kuzatilgan [48]. Qora mollarda zararkundalapHi yo‘qotish uchun ayrim fosfor va xlororganik pestitsidlar ishlatalgan bo‘lib, ulapHing qoldiq miqdorlari 1, 5, 18 kundan keyin chorva mollaridan olingan sut va sut mahsulotlarida aniqlangan, sut qaynatilganda qoldiq miqdorlar 40-95%ga kamaygani kuzatilgan [49].

Mazkur ma’lumotlar turli qishloq xo‘jaligi mahsulotlapHi qayta ishlab iste’molga yaroqli holga keltirish mumkinligini ko‘rsatmoqda.

Ammo dorivor o‘simlik va undan tayyorlangan xom ashyolar tarkibida pestitsid qoldiq miqdorlari bo‘lganda yuqorida qayd etilgan texnologik va tozalash jarayonlari qanday ta’sir etishi o‘rganilmagan. Bu esa pestitsid qoldiq miqdorlari bilan ifloslangan xom ashyodan tayyorlangan dori shakllari tarkibiga pestitsidlapHi o‘tishini aniqlashni va nazorat qilish lozimligini ko‘rsatadi.

1.2. Sipermetrin haqidagi umumiy ma'lumotlar

Hozirgi vaqtida bir qator SP, shu jumladan, sipermetrin O'zbekiston Respublikasi Navoiy elektr kimyo AJ-QK tomonidan ishlab chiqarilmoqda [5, 6].

Sipermetrin mamlakatimiz qishloq xo'jaligida keng ko'lamda ishlatilmoqda. U keng ta'sir doirali, yuqori samarali insektitsid bo'lib, O'zbekiston Respublikasi Vazirlar Mahkamasi qoshidagi o'simliklapHi himoya qilish va kimyolashtirish Davlat qo'mitasi tomonidan 2002-2007 yillarda O'zbekistonda qo'llashga ruxsat etilgan [50].

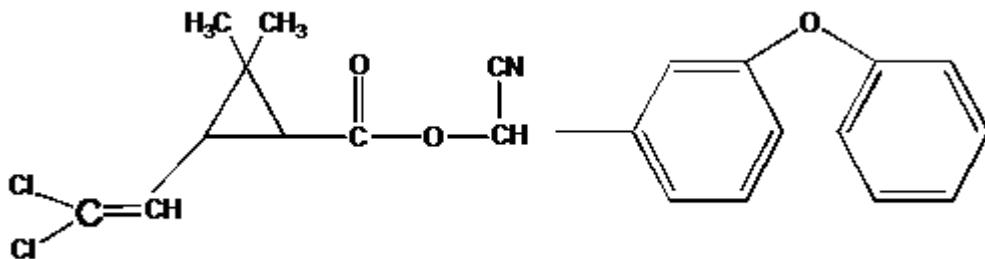
Sipermetrin quyidagi asosiy usullar bilan olinadi [8]:

1. Permetrin kislota tuzlarining 3-fenoksi- α -siangalogenidlar bilan ta'sirlashuvi;
2. 3-fenoksi α -sianobenzil spirtini permetrin kislota efiri bilan qayta eterifikatsiya reaksiyasi asosida;
3. Permetrin kislota tuzlarining N,N,N-trialkil-3-fenoksi- α -sianobenzilammoniy tuzlari bilan ta'sirlashuvi;
4. Vodorod xlorid akseptorlari ishtirokida permetrin kislota xlor angidridining 3-fenoksi α -sianbenzil spirti bilan ta'sirlashuvi natijasida.

Permetrin kislota efirlarining olinish usuli esa Germaniyaning "Bayer" firmasi tomonidan ishlab chiqilgan [35].

Sipermetrining kimyoviy nomi: [S,R]- α -siano 3-fenoksibenzil (1R, 1S, sis-, trans-) 2,2-dimetil-3-(2,2-dixlorvinil) siklopropankarboksilat.

Kimyoviy formulasi: S₂₂N₁₉N Cl₂O₃.



Molekulyar massasi: 416.

Sipermetrin quyidagi fizikaviy va kimyoviy xossalarga ega [35, 37]:

Texnik sipermetrin 40% sis va 60% trans izomerlar aralashmasidan iborat bo‘lib, qovushqoq sarg‘imtir tusdagi suyuqlik, kuchsiz hidga ega.

Texnik mahsulot (94% asosiy modda) – to‘q qo‘ng‘ir rang qovushqoq suyuqlik, kam uchuvchan. Spirtlar, ketonlar, xlorlangan va aromatik uglevodorodlar bilan yaxshi aralashadi. Suvda juda yomon eriydi (0,03 mg/l).

Sipermetrin kuchli ishqoriy sharoitda gidrolizlanadi, issiqlikka chidamli, tuproqda tez parchalanadi.

Zichligi 25⁰ S da – 1,23 g/sm³. 220⁰ S haroratda suyuqlanadi va bu jarayon parchalanish bilan boradi. CHaqnash harorati 300⁰S ni tashkil etib, foto-kimyoviy jihatdan tiofosdan 1,5 barobar turg‘unroq [51].

Suvli eritmalapHing pH ko‘rsatkichi 5 -7 bo‘lganda barqaror, yarim parchalanish davri pH 9 da 14,3-17,1 kunni tashkil etadi.

Ko‘pchilik organik erituvchilarda yaxshi eriydi. Masalan, atsetonda 475,0 g/l, ksilolda 410,0 g/l, xloroformda 480,0 g/l, siklogeksanda 403,0 g/l eriydi [6, 10].

Sipermetrin 1977 yildan boshlab turli firmalar tomonidan alohida va boshqa pestitsidlar bilan aralashma holida ishlab chiqarilgan. Masalan: “ICI” firmasi simbush, “SHell” firmasi ripkord, “FMC” firmasi arrivo/ammo, “Ron-Pulen” firmasi sherpa, “Siba-Geygi” firmasi politrin, “Mitchel-Kots” firmasi siperkill/sipersekt, siperfos, imperator kabi nomlar bilan ham ishlab chiqaradi [52].

Sipermetrin sirtdan va ichak orqali ta'sir qiluvchi insektitsid bo'lib, ta'sir kuchi 10-15 kunga etadi. 25-400 g/l ta'sir qiluvchi modda saqlagan konsentrat emulsiya shaklida chiqariladi. Odam va issiqxonalar uchun o'rtacha zaharlik ta'sirga ega. Sichqonlar uchun LD₅₀ og'iz orqali 63 mg/kg, kalamushlar uchun esa 200-415 mg/kg. Qushlar uchun kam zaharli. Asalarilar va foydali hasharotlar uchun kuchli zaharli ta'sir qiladi. SHuning uchun asal yig'uvchi arilapHing uchish vaqtida qo'llash mumkin emas. Baliqlar uchun yuqori zaharli, LD₅₀ - 0,0012 mg/l (96 soat). Bunda tuproqqa tushgan pestitsid oqava, yomg'ir suvlarida yuvilib, baliqlapHi zaharlashi mumkin. Suv manbalarining sanitar ko'rsatkichiga ko'ra sipermetrinning suvdagi belgilangan yuqori miqdor ko'rsatkichi (BYUMK) - 0,006 mg/l. Pestitsidni baliq xo'jaliklari yaqinida qo'llash taqiqlanadi. Tuproqdagi BYUMK - 0,02 mg/kg, oziq-ovqat mahsulotlarida pestitsidning ruxsat etilgan miqdori - 2,0-0,1 mg/kg, ishchi zonasida ruxsat etilgan miqdori - 0,2 mg/m³ [9, 35, 37].

Sipermetrin g'o'zada ko'sak qurti, oqqanot, g'o'za tunlamlari, qandalalar, shiralarga; olmazor va tokzorlarda meva qurtlari, barg o'rovchilarga; issiqxonalarda etishtiriladigan pomidor, bodringda oqqanot, shira, tripslarga; karamda oq kapalaklar, tunlamlar, kuyalarga; urug'li butgullilar oilasiga kiradigan ekinlarda raps gulxo'rige; qand lavlagida kemiruvchi tunlam qurtlariga qarshi kurashish uchun ishlatiladi [36, 37, 50]. Sipermetrinning 25% k. e. yuqorida keltirilgan zararkunandalarga qarshi 1-3 marotaba 250-400 ml miqdorida ishlatiladi. Qo'llash oralig'i 10-15 kunni tashkil etadi. Sipermetrin keng ta'sir doirasiga ega pestitsid bo'lib, uni dorivor o'simliklapHing turli xildagi kasallikkleri va zararkunandalalariga qarshi qo'llash mumkin. Biroq buning oqibatida dorivor o'simlik tarkibidagi biologik faol moddalapHing to'planish jarayoni o'zgarishlarga uchrashi mumkin. SHuning uchun dorivor o'simlikka purkalgan pestitsidning o'simlik tarkibida qoldiq miqdorlarini aniqlash, hamda u bilan ishlangan dorivor o'simlikning kimyoviy tarkibini o'rganish muhim ahamiyatga

ega. Buning uchun sipermetrinning mavjud tahlil usullarini, ulapHing afzalliklari va kamchiliklarini qiyosiy o‘rganish maqsadga muvofiqdir.

Sipermetrinning turli xil hayvonlardagi metabolizmini o‘rganish natijalari shuni ko‘rsatdiki, sipermetrin tez ekskretsiyaga uchraydi va uning ma’lum bir miqdori organizm yog‘ to‘qimalarida qoladi. Tajribalar davomida sipermetrinning surunkali, reproduktiv xususiyatga ega ta’sirlari, mutagen va teratogen xossalari o‘rganilgan [36].

Sipermetrinning ba’zi nojo‘ya ta’sirlari laboratoriya hayvonlari, asalarilar, u bilan muloqotda bo‘lgan odamlar va bemorlarda kuzatilgan. Masalan, laboratoriya oq kalamushlariga simbush, ambush, detsis va boshqalar bir marotaba $\frac{1}{2}$ LD₅₀ va olti oy davomida 1/20, 1/100, 1/1000 LD₅₀ miqdorida berilgan. Bir marotaba $\frac{1}{2}$ LD₅₀ miqdorda berilganda organizmda turli nekrotik jarayonlapHi boshlanishi va surunkali berilganda jigapHing funksional xususiyatlarining buzilishi kuzatilgan [53]. Simbushning teriga ko‘rsatadigan ta’siri ham o‘rganilgan bo‘lib, uning 1000 mg/kg miqdori teri va shilliq qavatlapHi yallig‘lanishiga olib kelgan. SHuningdek, ular jigar, markaziy va periferik asab tizimiga ham salbiy ta’sir ko‘rsatgan [54].

Sipermetrinning insektitsidlik ta’siri uni alohida yoki boshqa guruh pestitsidlar bilan, masalan, xlorpirimfos, defoliantlardan drop va butilkaptaks bilan birgalikda hamda ketma-ket qo‘llanganda samarasining potensiallanganligi yoki jamlangan effektlari kuzatilgan [55]. Pestitsid preparat shakllari tarkibiga kiradigan sirt faol moddalardan «sintomid5» ulapHing (xlor va fosfororganik pestitsidlar va sipermetrinni) zaharlilik ta’sirini kuchaytirish bilan birga turg‘unligini va eruvchanligini oshirishi kuzatilgan [56]. Issiqxonalarda ishlaydigan xodimlapHing xromosomalarining abberatsiyasi 40 dan oshiq pestitsidlar (shu jumladan, simbush) ishlatilganda nazoratdagi odamlarga nisbatan 2-3 marta ko‘pligini va u $60 \pm 0,37\%$ tashkil qilishini ko‘rsatib o‘tilgan [57]. Xlor, fosfororganik birikmalar va boshqa guruh pestitsidlarining nefrotoksik ta’siri hamda ulapHing antidototerapiyasi yaxshi o‘rganilmaganligini mualliflar

tomonidan qayd etilgan [58]. SHuningdek, pestitsidlar intensiv qo'llaniladigan hududlarda buyrak kasalliklarining og'ir shakllarini ular kam qo'llaniladigan hududlardagiga qaraganda bir necha marotaba ko'proq uchrashi kuzatilgan [59].

SP guruh pestitsidlaridan sipermetrin, detsis va boshqa guruh vakillarini asalarilarga oshqozon va teri orqali ta'sir ettirilganda sun'iy piretroidlapHi yuqori darajada zaharli ta'sir etishi kuzatilgan [60, 61].

YUqorida keltirilgan ma'lumotlardan ko'rinish turibdiki, sipermetrin bilan zaharlanish holatlari yuz berganda uning patologo-morfologik belgilari xarakterli emas. Har bir holatda o'ziga xos ta'sir namoyon bo'lgan. Bu esa pestitsid bilan zaharlanish holatlari yuz berganda aniq tashxis qo'yishda qiyinchiliklar tug'diradi va uni kimyoviy jihatdan aniqlash lozimligini ko'rsatadi.

1.3. Sipermetrinni turli ashyolardan (suv, tuproq, havo, o'simliklar, biologik suyuqliklar va ashyolar) ajratib olish va qoldiq miqdorlarini aniqlashning mavjud usullariga qiyosiy tavsif

PestitsidlapHi turli tashqi muhit ob'ektlari va mahsulotlardagi qoldiq miqdorlarini nazorat qilish muhim vazifalardan biridir, zero inson salomatligini saqlashda ekologik jihatdan toza mahsulotlapHi iste'mol qilish muhim rol o'ynaydi.

Qishloq xo'jaligida etishtirlayotgan oziq-ovqat mahsulotlari tarkibini nazorat qilish muhim ahamiyatga ega. Ayniqsa, dorivor o'simliklar, ular xom ashyolarining doimiy monitoringini olib borish lozim. Joylarda etishtiriladigan va yovvoyi holda o'suvchi dorivor o'simliklapHing tarkibidagi pestitsidlapHi aniqlash bo'yicha izlanishlar o'tkazilgan. IzlanishlapHing natijalarida ko'rsatilishicha dorivor o'simlik xom ashyolarida 70% xlor va 30% fosfor saqlovchi pestitsidlar alohida hamda aralashma holida uchrashi aniqlangan [63]. Bu tahlillar zamонавиј асбоб-ускуналарда (газ суyuqlik xromatografi) olib

borilgan. SHuningdek, pestitsidlapHing, masalan, ambushning qoldiq miqdorlari yopiq sharoitlarda etishtirilgan bodringda ham aniqlangan ($0,3 \text{ mg/kg}$) bo‘lib, ular bir necha kundan so‘ng kamaygani kuzatilgan [64].

PestitsidlapHi turli mahsulotlardagi qoldiq miqdorlarini aniqlashda ulapHi ashylardan har xil usullarda ajratib olinadi.

PestitsidlapHi oqava suvlar va suv havzalarida aniqlashda ulapHi tekshiriluvchi namunadan xloroform yordamida ekstraksiya qilinib olingan, ajratmadagi pestitsidlapHi yupqa qatlam va gaz suyuqlik xromatografiyasi usullarida aniqlash uslublari ishlab chiqilgan va tavsiya etilgan [65, 66]. Uslubning sezgirligi $0,05 \text{ mg/l}$. Ekanligi keltirilib, uslubga ta’sir etadigan omillar o‘rganilmagan va inobatga olinmagan.

O‘simliklar tarkibidan ajratib olish uchun maydalangan mahsulotning namunasidan (sabzavot, meva, o‘simlik er ustki qismi) pestitsid atseton-suv (1:1) aralashmasi yordamida ajratib olinib, so‘ngra past haroratda (0^0) soekstraktiv moddalardan tozalangan. Ajratma tarkibidagi tekshiriluvchi moddalar geksan bilan qayta ekstraksiyalangandan so‘ng ulapHi yupqa qatlam yoki gaz suyuqlik xromatografiyasi usullarida aniqlangan. Bunda ajratmalapHi tozalash lozim bo‘lganda ulapHi qo‘sishimcha ravishda atsetonitril yordamida yoki kolonkali xromatografiya usulida tozalash tavsiya etilgan [65, 66, 67].

SP ni tuproqdan ajratib olishda esa ulapHi atseton va kalsiy xlorid ishtirokida ajratib olingan. So‘ngra pestitsidlar geksan bilan ekstraksiyalanib, past haroratda tozalangan. Ekstrakt tarkibidagi pestitsidlapHi YUQX yoki GSX usulida aniqlash usullari tavsiya etilgan [65].

Biologik ashylardan (go‘sht, jigar, o‘pka va boshqalar) SP ajratib olishda xloroform bilan ekstraksiya qilingan. Olingan ajratma muzlatilgan atsetonning suvli eritmasi (2:1) bilan yuvilib, geksan bilan qayta ekstraksiyalangan va YUQX yoki GSX usullarida aniqlangan [65]. Ammo ishlab chiqilgan uslublapHing pH

sharoiti, elektrolitlapHing ta'siri, qaytalanuvchanligi, sezgirligi va xususiyligi to'g'risida ma'lumot keltirilmagan.

Britaniya va Evropa farmakopeyalarida dorivor o'simliklapHing sifatini nazorat qilishda pestitsid qoldiqlarini xom ashylar tarkibida aniqlash ularga qo'yiladigan talablardan biri darajasiga ko'tarilgan va maxsus maqolalarda quyidagi sharoitlar keltiriladi: tarkibida suv miqdori 15% dan kam bo'lgan mahsulotlar tahlilga olinib, atseton bilan bo'ktiriladi (1:10). So'ng aralashmaga karbofenotionning 1,8 mg/ml toluolli eritmasidan 1 ml qo'shiladi. Aralashma 3 daqiqa davomida katta tezlikda aralashtiriladi va filtrlanadi. Filtr 2 marta 25 ml atseton bilan yuviladi. Atsetonli ajratmadan erituvchi rotorli bug'latgichda 40° S gacha bo'lgan haroratda quruq qoldiq qolguncha bug'latiladi. Qoldiqqa ozroq toluol qo'shib atseton to'liq uchguncha qizdiriladi. Qoldiq 8 ml toluolda eritiladi. Eritma membrana filtr (45 mkm) orqali o'tkaziladi. Filtr chayiladi va filtrat 10 mlga etkaziladi. Ekstrakt kolonkali xromatografiya usuli yordamida tozalanadi. So'ng GSX usulida tahlil o'tkaziladi [45, 68]. Aniqlashlar chegarasi 1,0 mg/kg tashkil etadi. Taklif etilgan tahlil uslubini mahalliy sharoitda qayta o'tkazish imkoniyati chegaralangan.

YUpqa qatlam xromatografiyasini pestitsidlaphi tahlil qilishda qo'llash holatlari ham adabiyotlarda ko'plab keltirilgan. YUQX suyuqlik xromatografiyasining turlaridan biri bo'lib, ajraluvchi komponentlapHing sorbent yuzasida ushlanish xususiyatlariga asoslanadi [69, 70]. SHunga ko'ra, bu usulni pestitsid qoldiqlarini tahlili uchun tatbiq etish muhim ahamiyatga ega.

Pestitsidlaphing YUQX tahlilida adsorbent sifatida eng ko'p qo'llanadigan qo'zg'almas fazalar silikagel va alyuminiy oksiddir.

Ingliz olimi Spiket piretrin I va piretrin II ni silikagel qatlamda ajratib olishga muvaffaq bo'ldi, unga bog'lovchi sifatida 20% alebastr va 20% etilatsetat qo'shilgan edi. Aniqlovchi reaktiv sifatida esa Kirxner tomonidan taklif qilingan reagent fluoressein bromidni qo'llagan. Bunda birikmalapHing Rf qiymatlari mos

ravishda 0,42 va 0,21 ga teng bo‘ldi [69]. Manbada uslubning sezgirligi haqidagi ma’lumotlar keltirilmagan.

SHtal ham piretrin va izopiretrinlapHi bir-biridan ajratish uchun silikagel plastinkadan foydalangan. U piretrinlapHi aniqlash uchun Miller va Kinxer usuli bo‘yicha reaksiya olib borgan. PiretrinlapHing aralashmasi silikagel plastinkada geksan – etilatsetat erituvchilar aralashmasi (3:1) yordamida ajratiladi va UB-nur yoki quyosh nurida biroz tutib turiladi. Bunda piretrinlar nur ta’sirida oksidlanishga uchraydi. SHundan so‘ng plastinkani 90⁰S ga aylantiriladi va yana yuqoridagi erituvchilar aralashmasi bilan ikkinchi yo‘nalishda xromatografiyalanadi. Natijada piretrinlapHing peroksidli mahsulotlari bir-biridan ajraladi. Peroksidli piretrinlapHi T-207 (KJ va kraxmal) reaktiv bilan aniqlanadi. Tekshiriluvchi pestitsidlar plastinkada zangori rangli dog‘lar shaklida namoyon bo‘ladi. Taklif etilgan uslubning sezgirligi 0,5 mkg tashkil etadi. Ammo mazkur uslubning selektivligi o‘rganilmagan [69, 70].

Xlor saqlovchi pestitsidlalapHing YUQX tahlilida geksan keng qo‘llaniladi, chunki xromatografiyalanuvchi modda bilan organik erituvchi orasida dispersion kuchlar ta’siri yuzaga keladi.

Pestitsidlar uchun elyuirlovchi erituvchilar aralashmasi tanlashda elyuotrop qatordan foydalanish kam samara beradi. Bu sorbent – pestitsid – organik erituvchi orasida dispersion va boshqa xilma-xil ta’sirlashuv jarayonlari bilan bog‘liq.

SP YUQX tahlilida geksan - atseton (5:1) aralashmasi ham taklif etilgan. YOrituvchi reagent sifatida kumush nitratning atsetondagi eritmasi qo‘llanilgan. Bunda UB-nurlar ostida SP plastinkada qora-kul rang dog‘ hosil qiladi Uslubning sezgirligi 0,5-1,0 mkg. Mazkur uslub sezgirligi bo‘yicha ma’lum ahamiyatga ega, ammo uning xususiyligi to‘g‘risida ma’lumotlar keltirilmagan [65].

Sipermetrin izomerlarini YUQX usulida aniqlashda yuqori samarali usuldan foydalanilgan. Tahlilda qo‘zg‘aluvchi fazalar sifatida geksan - toluolning 1:1

aralashmasi va detektorlashda densitometriya usulidan foydalanilgan. Aniqlash 220 nm to‘lqin uzunligida amalga oshirilgan [66]. Densitometriya usulining sezgirligi yuqori bo‘lib, mazkur asbob bilan korxonalar kam ta’minlangan. Bu esa uni qo‘llash imkoniyatini chegaralaydi.

Hindistonlik bir qator olimlar YUQX usulida piretroidlar tahlili uchun turli sharoitlapHi taklif etganlar. Masalan, V.B. Patil va M. S. Shingare tomonidan fenvalerat, sipermetrin hamda deltametrin uchun petroleyn efiri – dietil efir (9:1) sistemasi, ochuvchi reaktiv sifatida kobalt atsetat va o-tolidin (o-amino-toluol) taklif qilingan. Bunda uslub sezgirligi 10 mkg tashkil etadi [72]. Taklif etilayotgan usulning sezgirligi qoniqarli emas.

SHuningdek, YUQX usulida barcha SP qatori insektitsidlapHi aniqlash uchun quyidagi sharoitlapHi taklif etilgan: petroleyn efiri - dietil efir (9:1) yoki siklogeksan - toluol (9:1) aralashmali. Ochuvchi reaktiv sifatida brom bug‘lari yoki 0,1 % o-tolidin qo‘llanilgan. Uslub sezgirligi 0,25 – 1,00 mkg ni tashkil etgan . Ochuvchi reaktivlar universal bo‘lgani tufayli uslubning xususiyligini aniqlash lozim bo‘ladi.

Tarkibida sian guruhi saqlovchi piretroidlar uchun ochuvchi reaktivlar sifatida 10% natriy gidroksid eritmasi, 5% mis (II) atsetat va 1% fosfor molibdat kislota eritmalarini qo‘llash taklif etilgan. Taklif etilgan reaktivlar sezgirligi 1 mkg ga tengligi ko‘rsatib o‘tilgan . Mualliflar tomonidan taklif etilgan murakkab tarkibli ochuvchi reaktivning qo‘llanilishi tahlilni qiyinlashtiradi.

Germaniyalik olimlar tomonidan tuproqdagi SP ning qoldiq miqdorini aniqlashda quyidagi sharoitlar taklif etilgan: alaxlor uchun geksan - etilatsetat (1:1); deltametrin uchun toluol - siklogeksan (7:3); xlorpirifos uchun geksan - toluol (7:3); simazin uchun geksan - atseton (1:1); triflurolin uchun geksan - atseton (3:1) erituvchilar aralashmasi, ochuvchi reaktiv sifatida kaliy permanganatning 0,1% eritmasi qo‘llangan . Ammo hosil bo‘lgan dog‘lapHing rangi, sezgirligi va xususiyligi haqida ma’lumotlar keltirilmagan.

Fenpropatrin va fluvalinat uchun qo‘zg‘aluvchi faza sifatida geksan - atseton (9:1), so‘ngra pestitsidlapHi yoritish uchun kaliy permanganatning eritmasi qo‘llanilgan. Hosil bo‘lgan dog‘ elyuatsiya qilinib, so‘ng SF usulida tahlil qilingan . Manbada uslubning sezgirligi haqida ma’lumotlar keltirilmagan.

Chrysanthemum cinerariae o‘simgilining bargidan ajratib olingan insektitsid xususiyatli pestitsidlar – piretrinlapHi YUQX usulida aniqlash uchun vanilinning sulfat kislotadagi 1% eritmasidan foydalanilgan [65]. Uslubning xususiyligi va sezgirligi o‘rganilmagan.

Ripkord (sipermetrin) uchun YUQX tahlilining quyidagi sharoitlari keltirilgan:

aniqlanuvchi ashyodan (suv, o‘simlik, biologik ashyo) olingan ekstrakt 0,2-0,3 ml gacha bug‘latilib, “silufol” plastinkasiga to‘liq o‘tkaziladi. Xromatografik sistema sifatida geksan : atseton (4:1) aralashmasidan foydalaniladi. Dog‘lapHi aniqlash uchun kumush nitrat eritmasi (0,5 g kumush nitrat 5 ml tozalangan suvda eritiladi va 7 ml 25% ammiak eritmasi qo‘shilib, atseton bilan 100 ml etkaziladi) yoki fosfor-molibden kislotasining etil spirtidagi 10% li eritmasi tavsiya etilgan. Bunda sipermetrin UB-nur ostida ko‘rilganda 5 daqiqa ichida kul rang-qora dog‘ sifatida ko‘rinadi. Reagent purkamasdan oldin “silufol” plastinkadagi xromatogrammalapHi xromatoskopda ko‘rish mumkin. UB-nurda SP fluoressensiyalanuvchi fonda qora dog‘ bo‘lib ko‘rinadi. Usul sezgirligi ripkord uchun 3 mkg, ambush, detsis, sumtsidin uchun 5 mkg $Rf_{ripkord}=0,44$, $Rf_{ambush}=0,61$ tashkil etadi.

YUQX usulida preparatning namunadagi miqdori (X mg/kg yoki mg/l) quyidagicha topiladi:

$$X=A/R$$

Bunda, A – tekshiriluvchi va standart namuna dog‘larining intensivligi va o‘lchamini taqqoslash orqali topilgan pestitsid (mkg);
R – tahlil uchun olingan namuna miqdori (g yoki ml).

YUqoridagi YUQX usuli uchun keltirilgan barcha sharoitlar bir nechta piretroidlar uchun xos bo‘lib, piretroidlapHing umumiy tahlilida foydalanish mumkin. Bu esa sipermetrin uchun spetsifik sharoitlapHi ishlab chiqishni taqozo etadi.

Hozirgi vaqtida GSX usulining yuqori sezgirlikka egaligi (10^{-6} mkg) tufayli oziq-ovqat mahsulotlaridagi pestitsid va boshqa birikmalapHing qoldiqlarini aniqlashda qo‘llaniladi.

1994 yillarda bu usul biologik ashylarda fosfororganik pestitsidlalapHing birikmalar va SP uchun gazxromatografik skrining sharoitlari ishlab chiqilgan. Bunda fosfororganik birikmalar uchun alanga fotometrik, piretroidlar uchun elektron tutuvchi detektorlar qo‘llanilgan. GSX usulida chinligi aniqlangan pestitsidlar ajratib olinib, YUQX yoki mikrokristalloskopik reaksiyalar yordamida tasdiqlangan.

PestitsidlalapHing GSX usulidagi tahlil samaradorligi detektorlapHing turi va ish sharoiti, xromatografik kolonkaning xarakteri, xromatografiyalanuvchi pestitsidning xossalari, qo‘llaniluvchi asbob-uskunaga bog‘liq.

Gaz xromatografiyasida 50 ga yaqin detektorlar ishlatiladi. SHulardan ma’lum bir qismigina pestitsid qoldiqlarini tahlil qilish uchun qo‘llaniladi.

Pestitsidlar tahlilida elektron tutuvchi (EZD), uning modifikatsiyasi – doimiy tezlikdagi rekombinatsion (DPR), yuqori samaradorlik va sezgirlikka ega bo‘lgan termoion (TID), mikrokulonometrik, alanga fotometrik (PFD) detektorlar keng qo‘llaniladi.

SP vakili bo‘lmish deltametrinni GSX tahlili uchun ikki xil: ^{3}N va radioaktiv ^{63}Ni detektorlar qo‘llanilgani manbada keltirilgan.

PestitsidlalapHing GSX tahlilida qo‘zg‘almas faza sifatida dimetilsilosan (DS-200, SE-30, SE-301 va boshqalar), ftorli silikonlar (QF-1), epixlorgidrin va bifenollar asosidagi (epikot 1001, epon 1001) sopolimerlar, nitrilsilikonlar (XE-60) keng qo‘llaniladi.

PiretroidlapHing GSX tahlilida qutbsiz faza qo'llanilganda izomerlar bitta cho'qqi shaklida, kuchsiz qutbli fazalarda (3% OF-1, 3% OV-255) piretroidlapHing sis va trans izomerlari cho'qqilarining bir-biridan ajralishi kuzatiladi.

SP tahlilida qisqa kolonkalar qo'llaniladi, shuning uchun tahlil jarayoni qisqa vaqt kechadi. Masalan, 3% OF-1 yarim qutbli faza uchun 90 sm x 2 mm o'lchamli kolonka olinadi. Tahlilda biologik ob'ektlardan olingan ajratmalar yot moddalardan to'liq tozalanishi talab etiladi.

Sipermetrining tahlilida GSX usulining quyidagi sharoitlari taklif etilgan. Qo'zg'almas fazalar: a) N-AW-NDMS (0,16 -0,20mm) xromaton tashuvchisi yuzasiga SE-30 sorbenti 5% miqdorda shimdirligani; b) N-AW-NDMS (0,125 - 0,160 mm) xromaton yuzasiga OV-1 sorbenti 3% miqdorda shimdirligani; s) N-AW- (0,100 - 0,125mm) xromaton yuzasiga PMS – 100 sorbenti 5% miqdorda shimdirligani [22]. Bunda sezgirlik 0,05 mkg tashkil etgan, xususiylik o'r ganilmagan va tahlilnang sharoitlari to'liq yoritilmagan.

Mualliflar tajribalar o'tkazishda piretroidlapHing standart namunalaridan foydalanganlar. Masalan, piretroidning geksandagi asosiy standart namuna eritmasi (500 mkg/ml) va piretroidning geksan yoki benzoldagi standart namuna eritmasi (100 mkg/ml, ulapHi sovutgichda 2 hafta davomida saqlash mumkin). Xromatografik kolonkaga ketma-ket 5 mkl standart namuna eritma yuboriladi. Quruq sorbent xromaton N-AW-NDMS (0,16 -0,20mm), elektrometr shkalasi 20×10^{-12} A. Detektorlashning chiziqli diapazoni 3-15 ng, aniqlash sezgirligi ripkord uchun – 3ng, ambush – 10 ng ni tashkil etadi [65]. PestitsidlapHing ushlanish vaqtlari 1-jadvalda keltirilgan.

1-jadval**PiretroidlapHing GSX tahlilidagi ushlanish vaqtлari**

Piretroidlar	5% SE-30*	3% OV-1**
Ambush	1 min 24s	1 min 57s
Ripkord	2 min 30s	2 min 20s
Sumitsidin	3 min 06s	2 min 20s
Detsis	3 min 36s	3 min 30s

*-kolonka uzunligi 0,5 m. Harorat: $^0(S)$ bug‘latuvchi –240, kolonka – 220, detektor – 250. Azot oqimining tezligi - 60 ml/min.

**-kolonka uzunligi 1 m. Harorat: $^0(S)$ bug‘latuvchi –270, kolonka – 240, detektor – 280. Azot oqimining tezligi - 30 ml/min.

Jadvaldagи ma’lumotlardan ko‘rinib turibdiki, SP ushlanish vaqtı 1-4 daqqa oralig‘ida bo‘lib, mazkur uslub biologik ob’ekt tarkibidan ajratib olingan sipermetrinni tahlil qilishga qo‘l kelmaydi.

GSX usulida miqdoriy tahlilni namuna va standart eritmalapHing cho‘qqilarini taqqoslash orqali olib boriladi. SHuningdek, xromatografik cho‘qqi maydoni yuzasini modda konsentratsiyasiga bog‘liqlik grafigidan foydalanish ham mumkin.

Pestitsidning namunadagi miqdori (X , mg/kg yoki mg/l) quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{C_{st} V_2 S}{S_{st} V_1 P},$$

bu erda, S_{st} – xromatografik kolonkaga yuborilgan standart namuna, eritmasidagi modda miqdori (ng);

S_{st} – standart namuna cho‘qqisining maydoni (mm^2);

S – tekshiruvchi namuna cho‘qqisining maydoni (mm^2);

V_1 – xromatografik kolonkaga yuborilgan ekstrakt hajmi (mkl);

V₂ – tahlil qilinuvchi ekstraktning bug‘latishdan so‘nggi hajmi (ml);

R – tekshiruvchi namuna massasi yoki hajmi (g yoki ml).

Mazkur usulni takomillashtirish maqsadga muvofiq bo‘lib, natijalapHi biologik ob’ektdan ajratib olingan sipermetrinni tahlil qilishga tatbiq etish mumkin.

Li Jinpei tamaki mahsuloti tarkibidagi SP vakillaridan danitol, sixlotrin, permetrin, sipermetrin, fenvalerat va deltametrinlapHing qoldiq miqdorlari aniqlashning GSX tahlil sharoitlarini taklif etgan. Tamaki tarkibida pestitsidlar petroleyn efiri bilan ekstraksiyalanadi. Olingan ekstrakt florisil bilan to‘ldirilgan kolonka yordamida tozalangan. Tozalangan ajratma 30 m x 0,53 mm o‘lchamli, ichki devorlari sathi OV-101 sorbenti bilan qoplangan kapillyar kolonkada tahlil qilingan. Bunda EZD detektordan foydalanilgan. Uslub sezgirligi 1 - 5 mkg/kg tashkil qilgan . Muallif tahlil sharoitlarini to‘liq yoritmagan.

Turli guruhlarga mansub pestitsidlapHi bir - biridan ajratish SR-Sil 8 CB silikageli bilan to‘ldirilgan 30 m x 0,25 mm o‘lchamli kolonkada amalga oshirilgan. Bunda kolonka termostati haroratini dasturlab, 15 xil turli guruhlarga mansub pestitsidlapHi bir - biridan ajratishga muvaffaq bo‘lingan. SHuningdek, sipermetrin, permetrin, fenvaleratlapHi aniqlash sharoitlari ham keltirilgan . Ammo uslubning chiziqli diapazoni va sezgirligi haqidagi ma’lumotlar berilmagan.

YUqori samarali suyuqlik xromatografiya (YUSSX) tahlil usuli GSX nisbatan kam sezgirlikka ega bo‘lishiga qaramasdan hozirgi kunda turli ob’ektlar tarkibidagi pestitsid qoldiq miqdorlarini tahlil qilishda keng qo‘llanilmoqda [81, 82]. SP YUSSX usulida tahlil qilish sharoitlari adabiyotlarda ko‘plab keltirilgan. Jumladan, sipermetrin pestitsidini ushbu usulda tahlil qilish haqidagi ma’lumotlar adabiyotlarda ham uchraydi. Ammo ularda aniqlashlapHing chiziqli diapazoni, sezgirlik kabi ko‘rsatkichlar to‘liq o‘rganilmagan. SHu munosabat bilan SP tahlil qilish sharoitlarini qiyosiy o‘rganib, ulardagi ta’sir etuvchi omillapHi o‘rganib,

sipermetrinni aniqlashga imkon beradigan uslublapHi ishlab chiqishni lozim topildi.

Tergurid asosidagi xiral qo‘zg‘almas fazalar bilan YUSSX yordamida 2,2-dimetil-3-(2-metilpropenil)-siklopropangarbon kislota va uning galogenli hosilalarining enantiomerlari tahlil qilingan. Tahlilda UB sohasidagi diod-matritsali va xiro-optik detektorlardan foydalanilgan. Bunda 1R-konfiguratsiyali izomerlar 1S - konfiguratsiyali izomerlarga nisbatan kolonkada kam vaqt ushlanadi. Sis- va trans- izomerlapHing kolonkadan chiqishiga muhitning pH ko‘rsatkichi ham sezilarli ta’sir etishi ko‘rsatib o‘tilgan. Ishlab chiqilgan uslub baytroidni laboratoriya sharoitida tuproqdagi gidrolitik parchalanishini tekshirishga tatbiq qilingan va ijobjiy natijalar olingan . Mazkur ma’lumot asosida sipermetrinni sis va trans izomerlarini ajratishga imkon beradigan sharoitlapHi ishlab chiqish lozim bo‘ladi.

Ayrim mualliflar yuqori kritik fluid xromatografiya usuli bilan fenotrin, permetrin, sipermetrin, fenvalerat, deltametrin va piretrumlapHing insektitsid xususiyatiga ega bo‘lgan faol komponentlarini tahlil qilganligi to‘g‘risidagi ma’lumotni o‘z ishlarida keltirganlar . Uslubni olib borish sharoitlari, sezgirligi va xususiyligi haqida batafsil ma’lumotlar berilmagan.

Takahashi K. va Takimoto Y. shahar suv tarmog‘i hamda daryo suvlari tarkibidagi 17 turdagи pestitsid hamda 16 xil politsiklik aromatik uglevodorodlapHi aniqlashning YUSSX uslubini taklif etganlar . Bunda o‘lchamlari 12,5 - 2,0 mm bo‘lgan teskari faza (5 mkm) bilan to‘ldirilgan analitik kolonkalardan foydalanilgan. 15 ml suv tarkibidagi pestitsidlalpHi fosfatli bufer - atsetonitril va politsiklik aromatik uglevodorodlapHi suv - atsetonitril aralashmalari yordamida gradient sharoitda tahlil qilganlar. Detektorlash to‘lqin uzunligi 210 nm tashkil etadi. Tahlilda qo‘llanilgan 6 turdagи kolonkalardan pestitsidlar uchun eng mo‘‘tadili Supelco LC -18 DB (200 x 4,6 mm) bo‘lib, ayrim hollarda ODS Hypersil (200 x 4,0 mm) va Symmetry (200 x 3,9 mm) ni ham

qo'llash mumkinligini ko'rsatganlar. Pestitsidlar shahar tormog'i suvlaridan 57 - 96% va daryo suvlari tarkibidan 40 - 85% miqdorida ajratib olinganligi haqidagi ma'lumotlar keltiriladi. Aniqlash chegarasi, mos ravishda, 0,1 - 0,4 mkg/l va 0,4 - 1,3 mkg/l tashkil etgan. SHubhasiz, tavsiya etilayotgan usul sezgirligi jihatdan boshqa uslublardan ustun turadi. Ammo biologik ob'ektlardan olingan ajratmalapHi yot moddalarga boyligi tufayli uni kimyo-toksikologik tahlilda qo'llab bo'lmasligi ayon bo'ladi.

Sirt yuzasiga polietilen qoplangan silikagelli kolonkalarda YUSSX usulida 27 dan ortiq pestitsidlapHing ushlanish ko'rsatkichlari aniqlangan . Mualliflar qo'zg'aluvchi fazada sifatida suv – metanol aralashmasini qo'llaganlar. Qo'zg'aluvchi fazadagi metanol konsentratsiyasi sig'im koeffitsientlarining logarifmlarga bog'liqligi chiziqli ko'rinishga egaligi ko'rsatilgan. SHuningdek, metanol konsentratsiyasini pestitsidlapHing fizik - kimyoviy xossalariiga bog'liqligini o'rganganlar. Olingan natijalapHi boshqa turdag'i kolonkalar bilan solishtirganlar. Mazkur sharoit turli ob'ektlardan ajratib olingan pestitsidlapHi tahlil qilishga tatbiq qilinmagan.

Hozirgi vaqtga kelib gaz xromatografiyasining mass – spektrometrik detektor bilan birga qo'llashga, uning ahamiyati va foydalanilish doirasidan kelib chiqqan holda alohida tahlil usuli sifatida qaraladi. Bunda ikkita tahlil usuli - murakkab aralashmalapHi bir - biridan ajratish imkonini beruvchi xromatografiya va ushbu moddalapHi mass - spektrlari asosida identifikatsiyalash hamda bir vaqtida miqdoriy tahlil olib borishga imkon beruvchi mass - spektrometriya qo'llaniladi. Ushbu tahlil usullari bir - birini to'ldirib, tahlilda yangi imkoniyatlapHi ochib beradi .

SP gaz - xromato - mass - spektrometriya (GX - MS) tahlil sharoitlari haqidagi ma'lumotlar adabiyotlarda mavjud. Ammo ular, asosan, sipermetrinni atrof-muhit ob'ektlari tarkibidan aniqlashga qaratilgan bo'lib, kimyo-toksikologik

ashyolapHing xarakterlari inobatga olinmagan. SHu munosabat bilan boshqa piretroidlar tahlil sharoitlari bilan ham yaqindan tanishib chiqdik.

CHoy tarkibidan 6 xildagi piretroid pestitsidlar geksan-atseton (1:1) aralashmasi bilan ekstraksiyalanadi va qattiq fazali ekstraksiya usulida tozalanadi. Elyuat xromatograf injektoriga kiritiladi. Kolonka 25 m x 0,2 mm o'lchamlarga ega, uning ichki yuzasi 0,33 mkm qalinlikda qo'zg'almas faza bilan qoplangan. Tahlillar 5 qayta o'tkazilgan, bunda standart cheklanish 0,03 - 0,07, aniqlik chegarasi - 0,01 - 0,02 mg/kg tashkil qiladi .

Mualliflar o'simlik mahsulotlari tarkibidan bir vaqtning o'zida 16 turdag'i piretroid va 9 turdag'i xlororganik sinfiga mansub pestitsidlapHi aniqlash usulini ishlab chiqishgan . Bunda 0,1 - 1,0 g miqdoridagi liofillangan namunadan pestitsidlapHi geksan bilan ekstraksiyalangan, olingan ekstraktni qattiq fazali ekstraksiyalash usulida tozalangan va ajratmalar konsentrangan. Tahlil quyidagi sharoitlarda olib borilgan: kapillyar kolonka, o'lchamlari 30 m x 0,25 mm, NR - 5M qo'zg'almas fazasi qatlam qalinligi 0,25 mkm. Manbada aniqlash chegarasi 1 - 10 ng, standart cheklanish 0,05, to'g'rilik darajasi $93 \pm 3\%$ ni tashkil etishi keltirilgan.

Colume A. va boshqalar tomonidan qon va zardobdag'i 29 turdag'i pestitsidlapHi (fosfororganik, karbamat, xloratsetoanilid va SP) bir vaqtida aniqlash usuli ishlab chiqilgan bo'lib, unda pestitsidlar avval qattiq fazali ekstraksiya yo'li bilan ajratib olinadi. Namunalar GX - MS usulida tahlil qilingan. Usul sezgirligi pg/g, standart cheklanish 0,2 tashkil etishini ko'rsatib o'tilgan .

FepHandez - Gutierrez A., va Martinez - Vidal J.L. suv tarkibidagi pestitsid qoldiqlarini ajratib olish, tahlil qilishning oddiy va tez usulini taklif qilganlar . Bunda tarkibida 1 - 9 ng/ml miqdorida pestitsid saqlagan 500 ml suvg'a 0,5 ml ichki standart (100 mkg/ml geksanli antratsen-d) qo'shib, so'ngra qo'shilgan pestitsid organik erituvchi bilan ekstraksiyalanadi. 2 mkl hajmdagi ekstrakt xromatograf injektoriga kiritiladi. Aniqlash chegarasi 3 - 35 pg/ml, ajratib olish

darajasi 93%, standart cheklanish 0,019 - 0,017 tashkil etishi keltirilgan. Usul sharoitlari va to‘liq tavsifi keltirilmagan.

Daryo suvlarini ekologik tekshiruvlari, pestitsidlapHi daryo suvi va undagi qattiq zarrachalar orasida taqsimlanishini o‘rganish uchun GX - MS uslubi ishlab chiqilgan. Bunda 18 xil fungitsid, 30 xil insektitsid, 42 xil gerbitsid va ulapHing parchalanish mahsulotlarining 10 ga yaqin birikmalari qattiq zarrachalarda tekshirilgan. Suvli muhitdan pestitsidlapHi ajratib olish uchun tekshiriluvchi suv shisha tolali (1 mkm) va PTFE - filtr orqali o‘tkazilib, ushlanib qolgan pestitsidlar ultratovush yordamida atseton bilan ajratib olinishi keltirilgan . PestitsidlapHi GX-MS tahlil sharoitlari to‘liq keltirilmagan.

Suvli muhitdagi 6 xil piretroidlapHi aniqlashning GX - MS tahlil sharoitlari ishlab chiqilgan va u insektitsidlapHing eritmalarini tahlil qilishda qo‘llanilgan. Modifikatsiyalangan S - 18 tipidagi silikagel bilan to‘ldirilgan minikolonka har 100 mg sorbent hisobidan 1 ml etilatsetat, 1 ml metil spirti va 1 ml tozalangan suv bilan yuviladi. Namuna eritmasi kolonkadan o‘tkaziladi va u havo oqimida quritiladi. Har 100 mg sorbentga 0,5 ml miqdordagi etilatsetat bilan pestitsidlar kolonkadan yuvib olinadi. Etilatsetatga ichki standart sifatida alletrin qo‘shiladi. Tahlil sharoitlari: kolonka o‘lchamlari 15 m x 0,25 mm, detektor mass - spektrometr . Ma’lumotlar tezis shaklida bo‘lib, sharoitlar to‘liq keltirilmagan.

So‘nggi vaqtida ilmiy adabiyotlarda piretroidlapHing immunoferment usulida tahlil qilish sharoitlari keltirilgan ma’lumotlar e’lon qilinmokda. Usul sezgirligi va xususiyligi bilan boshqa tahlil usullaridan ajralib turadi. Quyida mazkur usul yordamida SP tahlil sharoitlari haqidagi ma’lumotlapHi keltiramiz.

Watanabe T. va Shan G. piretroid insektitsidlariga nisbatan yuqori sezgirlikka ega bo‘lgan qattiq fazali immunoferment tahlil sharoitlarini ishlab chiqishgan . Poliklonal antitelo permetrinning analoglarini ovalbumin bilan gapten kon‘yugati shaklida immunlab olinadi. Bunda immunlash ko‘rsatkichi mo‘‘tadil immun tahlilida permetrin va fenotrin uchun 30 - 20 mkg/l tashkil qilgan. Ikkinchisi avlod

piretroidlari (sipermetrin, siflutrin, deltametrin, esfenvalerat, fenvalerat, fluvinat) birinchi avlod piretroidlarining tahliliga halaqit bermasligi aniqlangan. SHu munosabat bilan mualliflar uslubni atrof - muhitdagi piretroidlapHi bir - biridan ajratishga qo'llashga tatbiq etish mumkinligini ko'rsatib o'tganlar.

Matveeva E. va Shan G. glitsinni fenoksibenzoy kislotasi bilan hosil qilgan kon'yugatini gomogen fluorimetrik-immunologik usulda aniqlashning oddiy va bir bosqichli tezkor sharoitlarini ishlab chiqishgan . Usulning piretroidlapHi aniqlashda biomarker vazifasini o'tashi mumkinligi ta'kidlanadi. Tahlil nishonlangan va nishonlanmagan pestitsidni bog'lanishiga asoslangan. Suvli eritmadiagi kon'yugatni aniqlash uchun nishonlangan fluoressein va poliklonal antitelolardan foydalanilgan. 50% ingibirlashga olib keladigan tekshiriluvchi modda konsentratsiyasi 4,5 nM ni tashkil qilgan. Aniqlash chegarasi 0,9 nM, chiziqli diapazon 2 - 50 nM, suyultirish darajasi 400 - 1000 marta. Ishlab chiqilgan tahlil sharoitlari odam peshobidagi kon'yugatning miqdori 1 mkg bo'lganda ham pestitsidlapHi aniqlashga yaroqli ekanligi ko'rsatilgan.

YUqorida keltirilgan immunoferment usuli yuqori sezgirlik va xususiylikka ega. Ammo uni kimyo-toksikologiya va sud-kimyo amaliyotida qo'llash imkoniyatlari chegaralangan. Buning asosiy sababi mazkur laboratoriyalarda usulni bajarish uchun shart-sharoitlari etarli emasligi.

SP UB - va IQ - spektroskopiya usullarida tahlil qilishga bag'ishlangan ma'lumotlar sanoqli bo'lib, bu so'nggi vaqtarda xromatografiya usullari ulapHing o'pHini to'liq egallaganidan dalolat. Ammo ba'zi hollarda mazkur usullar tahlillarda qo'l kelishi mumkin. SHu munosabat bilan biz ushbu tahlil sharoitlari yoritilgan adabiyotlapHi o'rganib chiqdik.

Spektrofotometriya tahlil usuli bajarilishi nisbatan oson bo'lib, yuqori aniqlik (xatolik 3% dan oshmaydi) va sezgirlikka (0,1 - 10 mkg/ml) ega usullardan hisoblanadi .

Kreyngold S.U. va SHestakov K. bir guruh SP: permetrin, sipermetrin, deltametrin va boshqalapHi optik xususiyatlarini o‘rganganlar . MualliflapHing ma’lumotlari bo‘yicha SP guruhi pestitsidlari 270 - 320 nm to‘lqin uzunliklarida maksimal nur yutish xususiyatiga ega va molyar yutish ko‘rsatkichlari 460 - 18200 ni tashkil etadi. Tahlil qilish uchun mo‘‘tadil konsentratsiya $2 \cdot 10^{-5} - 10^{-4}$ M tashkil etadi. UB – spektrofotometriya usulida dezinfeksiyalovchi vositalar tarkibidan tanlab ajratib olingan SP tahlil qilish mumkinligi ko‘rsatib o‘tilgan.

SP vakillaridan fenvalerat texnik preparat tarkibidan atseton bilan ajratib olinadi va YUQX usulida tozalanadi, xromatografik plastinkadagi modda joylashgan hududdagi sorbentdan pestitsid xloroform bilan elyuatsiya qilinadi. Ekstrakt tarkibidagi pestitsid miqdori IQ - spektroskopiya usulida 1755 sm^{-1} to‘lqin uzunligida aniqlangan. Texnik preparat tarkibidagi modda ushbu tahlil sharoitlarida 93 - 99% miqdorida aniqlanishi keltirilgan . Mazkur tahlil sharoiti biologik ob’ektdan olingan ajratmani yot moddalardan to‘liq tozalashni talab etadi.

Adabiyotlarda biologik ob’ekt tarkibidan SP ni aniqlashning fotometriya usullari keltirilmagan.

SP ni turli ob’ektlar, shu jumladan, biomateriallardan ajratib olish va tozalashga bag‘ishlangan ma’lumotlar adabiyotlarda ko‘plab keltirilgan. Ushbu ma’lumotlapHing tahlili shuni ko‘rsatdiki, ishlab chiqilgan usullar asosan, oziq-ovqat mahsulotlari, atrof-muhit ob’ektlari, qishloq xo‘jalik ekinlari va boshqalar tarkibidagi pestitsidlalpHi ajratib olishga bag‘ishlangan. Ushbu usulda ekstraksiya jarayoniga ta’sir qiluvchi ekstragent tabiatи, ekstraksiya soni, muhit pH ko‘rsatkichi va elektrolitlapHing ta’siri kabi omillar o‘rganilmagan.

SP biologik ob’ektlardan ajratib olish usullarini o‘rganishga bag‘ishlangan adabiyotlar Gorbacheva N.A. va boshqalar tomonidan chuqur muhokama etilgan . CHunonchi, mualliflar SP biologik ob’ektlardan ajratib olishning suyuqlik, qattiq fazali ekstraksiyalariga bag‘ishlangan ma’lumotlapHing ham keltirganlar.

SHuningdek, biologik ob'ektlardan olingan ajratmalapHi turli usullarda, masalan, atseton yoki atsetonitiril bilan sovuq (-20 - 0⁰S) haroratda muzlatib tozalash usulini, bir - biri bilan o'zaro aralashmaydigan ikkita suyuqlik chegarasida taqsimlanishli, yupqa qatlamlı, kolonkali va gel xromatografiya kabi tozalash usullari haqidagi ma'lumotlar keltirilgan. MualliflapHing xulosalariga ko'ra, keltirilgan usullarda SP bilan o'tkir zaharlanish holatlarida, ayniqsa, bioob'ektlarda chirish jarayonlari boshlangan bo'lsa, ulapHi to'liq ajratib olish imkoniyatlari cheklangan. SHundan kelib chiqib, ekstraksiya jarayoniga ta'sir qiluvchi bir qancha omillar ta'sirini e'tiborga olish tavsiya qilinadi. Tanlangan ekstraksiya va tahlil sharoitlari toksikologik kimyo nuqtai-nazaridan tekshirilgan hamda baholangan bo'lishi lozimligi ta'kidlanadi.

Pestitsid va uchuvchi birikmalar qo'llangan maydonlar havosidagi miqdorini aniqlash maqsadida ulapHi penopoliuretan bo'lagiga shimdirlish va undan ultratovush yordamida geksan bilan ekstraksiya qilish sharoitlari keltirilgan . Mazkur ishda ajratib olish sharoitlari to'liq o'r ganilmagan va uning qiyosiy tavsifi keltirilmagan.

Atrof - muhit va havo tarkibidagi 400 dan ortiq moddalar, shu jumladan, SP ni aniqlashning GX - MS sharoiti keltirilgan. Bunda tekshiriluvchi moddalar yarim o'tkazgich - membranali moslama yordamida yig'ib olinadi va tahlillar olib boriladi. Tahlillar natijasida 400 dan ortiq birikmalapHing 289 tasining tuzilishi aniqlangan . Turli ob'ektlardan ajratib olingan pestitsidlar miqdoriy baholanmagan.

Sipermetrinning turli ashyolar tarkibidan ajratib olishning mavjud usullari juda tarqoq holda bo'lib, ular bir tizimga keltirilmagan va yuqorida keltirilgan omillapHing ta'siri inobatga olinmagan. Bu esa olingan natjalapHing bir-biridan farq qilishi va xulosalar turlicha bo'lishiga olib keladi.

AdabiyotlapHi qiyosiy o'r ganish natijasida quyidagi xulosalarga keldik.

Xulosalar

1. Sipermetrindan noto‘g‘ri foydalanish hollarida zaharlanishlar kelib chiqishi mumkinligini inobatga olish lozim. Pestitsid bilan zaharlanish holatlari patologo-morfologik nuqtai nazardan xarakterli emasligi uni kimyo-toksikologik tahlil yordamida tasdiqlashni taqozo etadi.
2. Sipermetrinni turli ashylar tarkibidan aniqlashning YUQX sharoitlari etarli darajada ishlab chiqilmagan. YUQX usuli uchun sipermetringa xos spetsifik hamda arzon ochuvchi reaktiv tanlash lozim bo‘ladi.
3. Sipermetrinni adabiyotlarda keltirilgan aniqlash sharoitlaridan tashqari sezgirligi yuqori bo‘lgan, zamonaviy altepHativ tahlil uslublarini ishlab chiqish maqsadga muvofiq. So‘nggi vaqtida pestitsidlar tahlilida keng qo‘llanilayotgan GSX va YUSSX va birmuncha sodda UB- spektrofotometriya usullarida biologik ashyo va dorivor o‘simliklar tarkibidan ajratib olingen sipermetrinni tahlil qilish sharoitlari ishlab chiqilmagan va amaliyotga tatbiq etilmagan. Mavjud tahlil usullari kimyo-toksikologik tahlil nuqtai-nazardan baholanmagan.
4. Sipermetrinni turli ashylardan, jumladan, biologik ob’ektlar va suyuqliklar, o‘simlik xom ashylaridan ajratib olish sharoitlarini o‘rganib, eng qulay, mo‘tadil sharoitlarini ishlab chiqish lozim. SHuningdek, pestitsidni yuqorida keltirilgan ashylarda tarqalishi va saqlanishini o‘rganish muhim ahamiyatga ega.

**II BOB. SIPERMETRIN PESTITSIDINING TAHLIL USLUBLARINI
TAKOMILLASHTIRISH VA MO`TADIL SHAROITLAPHI ISHLAB
CHIQISH**

2.1. Sipermetrinni xromatografik (YUQX, GSX, YUSSX, GX-MS) usullarida tahlil qilish uslublarini takomillashtirish va yangi sharoitlapHi ishlab chiqish

Adabiyotlar sharhidan ma'lum bo'ldiki, murakkab tarkibli ashyolardan tekshiriluvchi pestitsidni ajratib olish, tahlil qilish haqidagi ma'lumotlar kam bo'lib, ularda turli omillapHing izlanishlar natijalariga ta'sir etishi inobatga olinmagan. Sud-kimyo va kimyo-toksikologiya ob'ektlari bo'lmish biologik ashyolardan olingan ajratmalapHing yot moddalarga boyligi, uning tarkibida boshqa moddalapHing mavjudligi va tekshiriluvchi pestitsidni kam miqdorlarda bo'lishi tahlil uchun sezgir, yuqori samarali va xususiy uslublapHi ishlab chiqishni talab etadi. Ayni talablarga javob beradigan usullar orasida xromatografiyaning o'pHi beqiyos.

Sipermetrinning adabiyotlarda keltirilgan tahlil uslublari, asosan, tashqi atrof-muhit ashyolari, oziq-ovqat mahsulotlari va boshqalar tarkibidan aniqlashga mo'jallangan. Mazkur ob'ektlardan yot moddalapHi kamroq ajralishi va olingan ajratmalapHi to'g'ridan-to'g'ri (tozalash jarayonisiz) tahlil etish mumkin. Tadqiqot maqsadidan kelib chiqib, sipermetrinni biologik ashyolar va suyuqliklar tarkibidan tahlil qilinishini nazarda tutsak, mazkur uslublapHi takomillashtirish va ularga ta'sir etadigan turli omillapHi o'rganish lozimligi ayon bo'ladi. SHuningdek, mavjud uslublapHing xususiyligi va sezgirligi sud-kimyo va kimyo-toksikologiya nuqtai-nazaridan tekshirilishi va baholanishi darkor. SHu munosabat bilan sipermetrinni turli biologik ashyolar tarkibidan aniqlashga qo'l keladigan xromatografiya tahlil uslublarini ishlab chiqilishi lozim bo'ladi.

YUQX usuli o‘zining oddiyligi, qo‘llash sohasining kengligi, sezgirligi tufayli hozirgi kungacha o‘z amaliy ahamiyatini yo‘qotgan emas. Aksincha, usul sud-kimyo, ekologiya va kimyo-toksikologiya tahlillarda bir tomondan modda sifatini aniqlovchi uslub sifatida, ikkinchi tomondan biologik ob’ektlardan olingan ajratmalapHi tozalash uchun qo‘llanilishi ma’lum. Bu esa mazkur tahlillarda muhim ahamiyat kasb etadi. SHuningdek, usul nafaqat moddalapHi xromatografik ajratishi, balki ulapHi miqdorini ham aniqlashga imkon berishi bilan ajralib turadi. YUqorida qayd etilganlardan kelib chiqib YUQX usulida tahlil sharoitlarini ishlab chiqishni ahamiyatga molik vazifa deb hisoblandi va uni quyidagi tartibda amalga oshirildi.

2.1.1. Sipermetrinni yupqa qatlam xromatografiyasи usulida tahlil qilish sharoitlarini ishlab chiqish

SP ni YUQX usulida tahlil qilish haqidagi ma’lumotlar adabiyotlarda keltirilgan. UlapHing aksariyat qismi barcha SP guruhi pestitsidlari uchun umumiyligida bo‘lib, alohida olingan sintetik piretroidlapHi tahlil qilish uchun ulapHi qayta o‘rganish lozim. CHunonchi, ushbu uslublarda yorituvchi reagent sifatida kumush nitrat eritmasi taklif qilingan [65]. Ma’lumki, kumush nitrat barcha xlor saqlovchi organik birikmalar hamda qaytaruvchi xususiyatiga ega bo‘lgan moddalar bilan qora-kul rangli dog‘lar hosil qiladi. Bu esa xromatografik plastinkadagi dog‘ning qanday moddaga taalluqli ekanligini aniqlashni murakkablashtiradi. Mavjud uslublapHing sezgirligi va xususiyigli o‘rganilmaganligi ham tahlillar natijalariga salbiy ta’sir etadi. SHu munosabat bilan sipermetrinni YUQX tahlil sharoitlarini ishlab chiqish maqsadida mavjud uslublapHi takomillashtirildi va yangi qulay, sezgir hamda mo‘‘tadil sharoitlar ishlab chiqildi .

Tajribalar sud-kimyo va kimyo-toksikologik laboratoriyalarda ko‘p qo‘llaniladigan ikki xil: “Silufol” va LS 5/40 markali silikageldan (13% gips

saqlagan) tayyorlangan xromatografik plastinkalarda olib borildi. O'tkazilgan izlanishlar natijalari "Silufol" plastinkalarida sipermetrin uchun xos dog'ning chegaralari aniq va uning rangi o'ziga xos emasligini (qatlam qalinligining kamligi va bog'lovchi vosita sifatida kraxmaldan foydalanilgan) ko'rsatdi. Aksincha, laboratoriya sharoitida tayyorlangan plastinkalarda sipermetrinning dog'lari aniq va ranglar intensivligi qoniqarli ekanligi ma'lum bo'ldi. SHu munosabat bilan keyingi tajribalar ushbu xromatografik plastinkalarda olib borildi.

LS 5/40 markali silikageldan (13% gips saqlagan) plastinkalar ko'rsatilgan tartibda tayyorlandi. Xromatografik plastinkalar xona haroratida quritildi va 105°S da 30 daqiqa davomida quritish javonida aktivlandi. Tayyor bo'lgan silikagel plastinkalar tahlilgacha maxsus idishlarda – eksikatorlarda saqlandi.

Sipermetrinni YUQX tahlil sharoitlarini ishlab chiqish uchun uning tarkibida 94 % modda saqlagan standart namunasidan tayyorlangan ishchi eritmalaridan foydalanildi. Buning uchun sipermetrinning standart namunasidan 0,01 g (aniq tortma) olinib 100 ml geksanda eritildi va tayyor bo'lgan eritma sovutgichda saqlandi.

Tajribalarda xromatografik plastinkalapHing start chizig'iga 2-3 sm oraliqda tarkibida 100 mkg/ml sipermetrinning standart namunasi saqlagan geksandagi eritmasidan MSH-10 mikroshpritsi yoki graduirlangan kapillyar naychalar yordamida diametri 4-5 mm kattalikdagi doira shaklida 25 mkl tomizildi va xona haroratida ($18\text{-}20^{\circ}\text{S}$) quritildi. So'ngra plastinkalardagi dog'lapHi yorituvchi reagentni tanlash uchun purkagichlar yordamida bir qator reaktivlapHi turli ketma-ketlikda purkab tajriba o'tkazildi. Ulardan ayrimlarining natijalari 2-jadvalda keltirilgan.

2-jadval**Sipermetrinni turli reaktivlar bilan reaksiyalari natijasi**

Reaktiv	Sipermetrin bilan reaksiya natijasi	Rang turg‘unligi
Difenilkarbazonning xloroformdagi 0,02% eritmasi va uning ketidan $HgSO_4$ 1% sulfat kislotasidagi 5% eritmasi	Rang hosil qilmadi	-
$K_4[Fe(CN)_6]$ 10% eritmasi	Rang hosil qilmadi	-
$FeCl_3$ 5% eritmasi	Rang hosil qilmadi	-
Beta-naftolning spirtli eritmasi		
$ClZnJ$ reaktivi	Rang hosil qilmadi	-
Marki reaktivi	Qo‘ng‘ir rangli fonda qora dog‘ oq fonda och pushti	Turg‘un dog‘ Noaniq va tez
Bushard reaktivi	rangli dog‘	o‘chuvchi
Mune bo‘yicha modifikatsiya- langan Dragendorf reaktivi	Rang hosil qilmadi Sarg‘ish zarg‘aldoq fonda qizil zarg‘aldoq rangli dog‘	- Turg‘un dog‘

Jadvalda keltirilgan ma’lumotlardan ko‘rinib turibdiki, sinab ko‘rilgan reagentlar ichida $ClZnJ$ hamda Mune bo‘yicha modifikatsiyalangan Dragendorf reaktivlari bilan sipermetrin hosil qilgan dog‘ ranglari boshqa reaktivlar bilan hosil qilgan natijalardan ajralib turadi. Sipermetrin $ClZnJ$ reaktivi bilan qo‘ng‘ir

rang fonda qora dog‘, Mune bo‘yicha modifikatsiyalangan Dragendorf reaktiv bilan sarg‘ish-zarg‘aldoq fonda qizil-zarg‘aldoq rangli dog‘ hosil qildi. Sipermetrinning boshqa reagentlar bilan hosil qilgan dog‘lari va xromatografik plastinka fonining rangini o‘ziga xos emasligi ma’lum bo‘ldi.

YUpqa qatlam xromatografiyasida moddalapHi taqsimlashda va bir-biridan ajratishda erituvchilar sistemasini to‘g‘ri tanlash muhim rol o‘ynaydi. Zero, to‘g‘ri tanlangan organik erituvchilar aralashmasi nainki ushbu modda uchun sifat ko‘rsatkichi (R_f qiymati bo‘yicha) bo‘lib, balki yot moddalardan tozalashda ham muhim o‘rin tutadi. SHuningdek, YUQX usulida moddalar tahlil qilinganda ulapHing R_f qiymatlari 0,4 - 0,8 oraliqda bo‘lishi taqozo etiladi va bunga organik erituvchilapHi turli nisbatlarda qo‘llash orqali erishiladi.

Ishning keyingi bosqichida turli organik erituvchilar va ulapHing aralashmalarida sipermetrinni taqsimlanishi tekshirildi. Asosiy e’tibor organik erituvchilapHing qutbligi va zararsizligi hamda tekshiriluvchi moddaning fizik-kimyoviy xususiyatlariga qaratildi.

SHunday qilib, xromatografik kameraga organik erituvchilar va ulapHing turli nisbatlardagi aralashmalari quyildi. Xromatografik kamera organik erituvchilar bilan yaxshi to‘yinshi uchun uning devorlariga uch- to‘rt tomondan filtr qog‘ozdan tayyorlangan tasmalar osib qo‘yildi. TasmalapHing pastki uchi organik erituvchiga tushirib qo‘yildi. Bu holat ayrim salbiy omillapHing (chetlanish effekti, dog‘lapHi noaniq shaklga kirishi va hokazo) oldini olishga xizmat qiladi. Kamera og‘zi darhol berkitilib, 15-20 daqiqa to‘yinshi uchun qoldirildi. Organik erituvchi bug‘lari bilan to‘yingan kameraga yuqorida keltirilgan tartibda sipermetrinning standart namuna eritmalaridan tomizilgan xromatografik plastinkalar tezda tushirildi va erituvchilar aralashmasi finish chizig‘iga etkuniga qadar qoldirildi. Xromatografiyalangan plastinkalar kameradan olindi va xona haroratida quritildi. So‘ngra yuqorida keltirilgan

reaktivlardan biri bilan purkaldi. Sipermetrinning organik erituvchilar aralashmalarida hosil qilgan dog'lapHing Rf qiymatlari aniqlandi.

Xromatografik jarayonning ayrim organik erituvchilapHing turli nisbatlarda aralashmalari yordamida o'tkazilgan natijalari 3-jadvalda keltirilgan.

3-jadval

Sipermetrinni organik erituvchilar aralashmalarida taqsimlanishi natijalari

Organik erituvchilar sistemasi	Rf qiymati
Geksan - atseton (2 : 1)	0,80 ± 0,02
Geksan - atseton (3 : 1)	0,71 ± 0,02
Geksan - atseton (5 : 1)	0,44 ± 0,02
Xloroform - metanol (3 : 1)	0,78 ± 0,02
Xloroform - atseton (17 : 3)	0,65 ± 0,02
Xloroform - metanol (17,5 : 2,5)	0,58 ± 0,02
Geksan - etilatsetat (3 : 1)	0,61 ± 0,02

YUqorida keltirilgan tahlil natijalaridan ko'rinish turibdiki, sipermetrin uchun organik erituvchilar aralashmalaridan geksan - atseton (5:1) ($Rf=0,44\pm0,02$); xloroform - metanol (17,5;2,5) ($Rf=0,58\pm0,02$); geksan - etilatsetat (3;1) ($Rf=0,61\pm0,02$) mo'tadil hisoblanib, ular ko'llanganda Rf qiymatlar talab darajasida bo'ladi. Tahlil uchun uch xil organik erituvchilapHi tavsiya etilishiga sabab, sipermetrinni biologik ob'ektlardan ajratib olishda ajratmalapHi yet moddalar bilan ifloslanishi mumkinligi va uni aniqlash hamda tozalashga imkon beradigan xromatografik sistemani tanlash edi.

Mazkur ma'lumotlarga tayanib, sipermetrin uchun YUQX usulida tahlil qilishning quyidagi mo'tadil sharoiti ishlab chiqildi va taklif qilindi:

Organik erituvchilar sistemasi: geksan - atseton (5:1), xloroform - metanol (17,5:2,5), geksan - etilatsetat (3:1);

YOrituvchi reaktivlar:

ClZnJ va Mune bo‘yicha modifikatsiyalangan Dragendorf reaktivi.

Xromatografiyalashda moddani aniqlovchi reaktivlapHing ayni modda uchun sezgirligini aniqlash muhim ahamiyatga ega. YUqori sezgirlikka ega bo‘lgan uslublar qo‘llanganda ob’ekt tarkibidagi zaharli moddaning eng kam miqdori ham aniqlanishi mumkin. Zero, zaharli moddalapHing qoldiq miqdorlari tekshiriluvchi ashylarda juda kam miqdorlarda bo‘lishi ma’lumdir. SHu munosabat bilan yuqorida tavsiya etilayotgan tahlil uslublarining sipermetrin uchun sezgirligi va xususiyligi o‘rganildi.

YUQX usulida tahlil uchun tanlangan ochuvchi reaktivlapHing sezgirlik darajasini aniqlash maqsadida pestitsidning standart namunasi eritmasidan konsentratsiyasi kamayib boruvchi bir qator ishchi standart eritmalar tayyorlandi. Mazkur eritmalaridan namunalar mikroshprits yordamida xromatografik plastinka start chizig‘iga bir-biridan 2 sm uzoqlikda 0,4 – 0,5 sm kenglikda doira shaklida tomizildi. Plastinka xona haroratida quritilib, yuqorida keltirilgan sharoitlarda xromatografiya jarayoni olib borildi. Xromatografiyalangan plastinkalarga tavsiya etilgan reaktivlar purkaldi. Olingan natijalar 4-jadvalda keltirilgan.

4-jadval

Sipermetrin dog‘ini ochish uchun tanlangan reaktivlar sezgirligini aniqlash natijalari

Sipermetrinning miqdori, mkg	Natijalar	
	ClZnJ	Mune bo‘yicha modifikatsiyalangan Dragendorf reaktivi
4,0	+	+
3,5	+	+

3,0	+	+
2,5	+	+
2,0	+	+
1,5	+	-
1,0	-	-

izoh: “+” -ijobiy, “-”-salbiy natijalar

Jadvaldagи ma’lumotlardan ko‘rinib turibdiki, ClZnJ reaktivи uchun sezgirlik 1,5 mkg/namuna; Mune bo‘yicha modifikatsiyalangan Dragendorf reaktivи uchun sezgirlik 2 mkg/namunani tashkil etadi. Har ikkala reaktivning sezgirligini o‘rganishdan maqsad ulapHi qo‘llash imkoniyatlarini kengaytirishdan iborat.

Murakkab tarkibli aralashmalapHi YUQX usulida tahlil qilganda tekshirilayotgan modda uchun aniqlash sharoitlarining xususiyligini o‘rganish muhim ahamiyatga ega. O‘tkazilgan tajriba natijalari aynan tekshiriluvchi moddaga xos ekanligi va boshqa birikmalar tekshiruv natijalariga halal bermasligi ham tahlillarda katta ahamiyatga ega. Bunda xromatografik plastinkadagi tekshirilayotgan modda yorituvchi reaktivlar purkalgach, hosil qilgan dog‘ning rangi va Rf qiymati bilan boshqa birikmalardan farqlanishi lozim. Zero, o‘xshash Rf qiymat va dog‘ ranglari noto‘g‘ri xulosalarga olib kelishi mumkin. ClZnJ va Mune bo‘yicha modifikatsiyalangan Dragendorf reaktivи kimyo-toksikologik tahlillarda ko‘plab qo‘llanishi ham bu tajribalapHi o‘tkazishni taqozo etadi. SHu munosabat bilan sipermetrin uchun taklif etilayotgan tahlil sharoitlarining xususiyligini o‘rganish muhim vazifalardan biridir. Ushbu vazifani bajarish uchun O‘zbekiston Respublikasi qishloq xo‘jaligida qo‘llashga ruxsat etilgan bir qator pestitsidlapping standart namunalarining etanoldagi (2,5 mg/ml) eritmalaridan foydalanildi. Turli pestitsidlar namunalarining eritmalarini tomizilgan xromatografik plastinkalar yuqorida tavsiya etilgan YUQX sharoitlarida tahlil qilindi va Rf qiymatlari aniqlandi.

5-jadvalda ayrim SP (tuzilishi jihatdan sipermetringa yaqin) uchun xromatografiyalash natijalari keltirilgan.

5-jadvaldagi ma'lumotlardan ko'rinib turibdiki, taklif etilayotgan YUQX tahlil sharoitlarida SP guruhiga oid pestitsidlar hosil qilgan dog'lar rangi hamda Rf qiymatlari bo'yicha farqlanadi va sipermetrinni aniqlashga halal bermaydi.

5-jadval

Ishlab chiqilgan YUQX tahlil sharoitlarining sipermetrin uchun xususiyligini o'rghanish natijalari

Tekshiriluvchi modda	Rf qiymati		Dog' rangi	
	geksan-atseton (5:1) erituvchilar aralashmasi	geksan-tilatsetat (3:1) erituvchilar aralashmasi	ClZnJ	Mune bo'yicha Dragendorf reaktiv
Sipermetrin	Rf=0,44±0,02	Rf=0,61±0,02	qo'ng'ir rang fonda qora dog'	sarg'ish-zarg'aldoq fonda qizil-zarg'aldoq rangli dog'
Danitol	Rf=0,65±0,02	Rf=0,74±0,02	zarg'aldoq dog'	pushti dog'
Sumi-alfa	Rf=0,32±0,02	Rf=0,24±0,02	to'q sariq dog'	jigar rang dog'
Deltametrin	Rf=0,33±0,02	Rf=0,85±0,02	zarg'aldoq rangli dog'	havo rang dog'

Izlanishlarimizning keyingi bosqichi sipermetrinni gaz-suyuqlik xromatografiya usulida tahlil qilish sharoitlarini ishlab chiqishga bag'ishlandi.

2.1.2. Sipermetrinni gaz-suyuqlik xromatografiyasi usulida tahlil qilish sharoitlarini ishlab chiqish

PestitsidlapHi turli ashylardan qoldiq miqdorlarini aniqlashda GSX usuli keng qo'llaniladi. Ushbu usul yuqori sezgirlikka ega va murakkab tarkibli aralashmalapHi aniq ajratib bera olishi bilan boshqa tahlil usullaridan ustun turadi. Adabiyotlarda sipermetrinni mazkur usulda tahlil qilish sharoitlari ishlab chiqilgan va taklif etilgan bo'lib, ular suvli muhit, havo, tuproq va o'simlik tarkibidagi pestitsid qoldiq miqdorlarini aniqlashda qo'llanilgan. Ushbu tavsiya etilgan usullapHi biologik ashyo tarkibidagi sipermetrinning sifat va miqdorini aniqlashga tatbiq etish va uslublapHing aniqligi, qaytalanuvchanligi, sezgirligi va xususiyagini o'rganish hamda kimyo-toksikologiya, shu jumladan, sud-kimyo nuqtai nazaridan baholash lozim bo'ladi. Bunda biologik ashydan olingan ajratmalar tarkibidagi yot - soekstraktiv moddalar tahlilga halal berib, natijalapHi noto'g'ri talqin qilishga olib kelishini nazarda tutish lozim bo'ladi. SHu munosabat bilan sipermetrinni qoldiq miqdorlarini tahlil qilishda yot moddalar halal berish holatlari kamaytirilgan usullapHi qo'llash maqsadga muvofiqdir.

SHuningdek, mazkur usul yordamida sipermetrinni dorivor o'simliklar xom ashylari tarkibidan aniqlashning sharoitlarini ham ishlab chiqish lozim bo'ladi.

Xromatografik tahlil sharoitlarini ishlab chiqish uchun CHexoslovakiyada ishlab chiqarilgan «Chrom 5» (LaboratopHi Pristroje, Praha) xromatografidan foydalanildi. Xromatograf o'zi yozib oluvchi qurilma, hamda hosil bo'lgan xromatografik cho'qqilapHing vaqtiga maydoni yuzasini avtomatik hisoblab beruvchi integrator bilan ta'minlangan.

Tashuvchi gaz sifatida azot, alanga-ionlanish detektori uchun vodorod va havo ishlatildi.

Sipermetrinni tahlil qilishda turli xususiyatga ega bo'lgan qo'zg'almas fazalardan, chunonchi, o'rtacha qutbli XE-60, qutbsiz SE-30 va OV-17 kabi

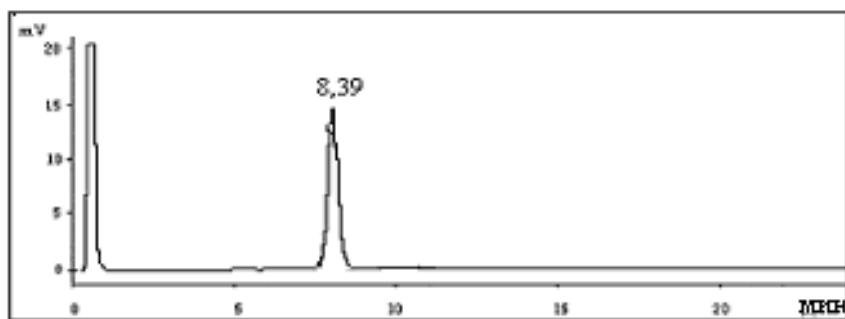
sorbentlar bilan to‘ldirilgan xromatografik kolonkalardan foydalanildi. Sipermetrining hosil qiladigan xromatografik cho‘qqisiga halal beruvchi boshqa moddalar cho‘qqilaridan halos bo‘lish uchun tahlillar kolonka termostati haroratini izotermik va dasturlash sharoitlarida olib borildi. Tahlil vaqtida detektor harorati 260°S , injektor harorati 250°S tashkil etdi. Tajribalarda qo‘zg‘almas suyuq fazalar va tekshirilayotgan moddaning fizik-kimyoviy xossalaridan kelib chiqib hamda tashuvchi gaz, havo va vodorod oqimlari tezligini o‘zgartirib qoniqarli tahlil sharoitlari tanlandi . Olingan natijalar yuqorida zikr etilgan suyuq fazalardan SE-30 qo‘zg‘almas suyuq fazasida sipermetrin hosil qilgan xromatografik cho‘qqining simmetrikligi va baza chizig‘ining turg‘unligi bilan ajralib turishini ko‘rsatdi.

Sipermetrinni turli murakkab tarkibli ashylardan aniqlanishi lozimligini va foydalanilayotgan asbobning imkoniyatlaridan kelib chiqib, haroratni dasturlashning yuqorida keltirilgan ustunliklarini inobatga olgan holda tahlilning quyidagi sharoitlari tanlandi va keyingi izlanishlapHi olib borish uchun tavsiya qilindi:

- «Chrom 5» (LaboratopHi Pristroje Praha) xromatografi;
- shishadan tayyorlangan kolonka, o‘lchami $130 \times 0,2$ sm;
- sorbent – xromaton N-AW-DMCS, $0,160 – 0,200$ m;
- qo‘zg‘almas faza SE-30, sorbent yuzasiga 5% miqdorida shimdirligani;
- tashuvchi gaz - azot, oqim tezligi - 30 ml/daq ;
- vodorod oqimi tezligi - 30 ml/daq ;
- havo oqimi tezligi - 400 ml/daq ;
- alanga ionlanish detektori harorati - 260°S ;
- injektor (dozator) harorati - 250°S ;
- kolonka termostatining harorati quyidagi tartibda dasturlandi: $180 – 220^{\circ}\text{S}$ gacha 10°S/daq va $220 - 245^{\circ}\text{S}$ gacha 3°S/daq tezlikda harorat o‘zgarib boradi;
- detektor sezgirligi - $16 \times 10 \text{ A}$;

- o‘zi yozib oluvchi qurilma sezgirligi – 20 mV;
- diagramma qog‘ozining tezligi - 0,3 sm/daq tashkil etadi;
- tahlil davomiyligi 15 daqiqa.

O‘tkazilgan tajribalar shuni ko‘rsatdiki, tavsiya etilgan tahlil sharoitlarida sipermetrinning ushlanish vaqtiga 8,39 daqiqani va ushlanish masofasi 25 mm tashkil etadi (1-rasm). Bu vaqt mobaynida ashyodan sipermetrin bilan birga ekstraksiya bo‘ladigan moddalar kolonkada uzoq vaqt ushlanmaydi va pestitsiddan avval chiqadi . Sipermetrin cho‘qqisi alohida simmetrik holatda xromatogrammada namoyon bo‘ladi. SHuningdek, sipermetrin tahlil qilingan kolonka va qo‘zg‘almas fazaga uchun nazariy tarelkalar soni va balandligi qiymatlari hisoblab chiqildi (6-jadval).



1-rasm. Sipermetrin standart namuna eritmasining GSX usulida olingan xromatogrammasi

6-jadval

Sipermetrining ishlab chiqilgan gaz suyuqlik xromatografiya tahlil sharoitlaridagi ko‘rsatkichlari

Ushlanish vaqtiga, daq.	N*	N** sm	CHiziqli diapazon, mkg	Sezgirlik, mkg
8,39±0,20	936	0,16	0,2-1,2	0,2

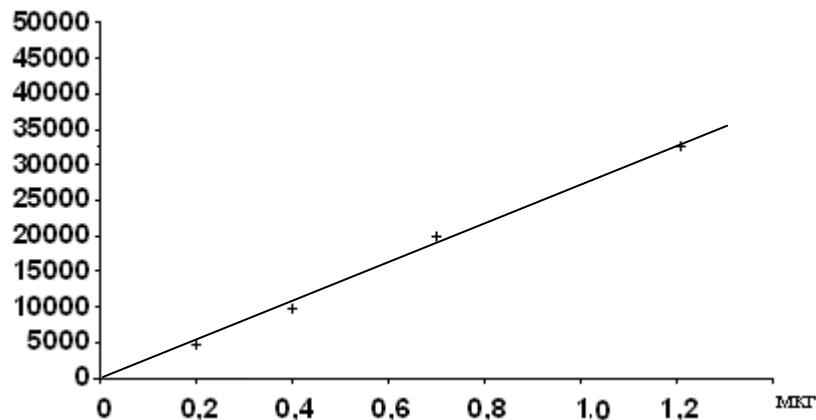
*- nazariy tarelkalar soni; ** - nazariy tarelkalar balandligi.

Rasm va jadvalda keltirilgan ma'lumotlardan ko'rinish turibdiki, ishlab chiqilgan tahlil sharoitlarida sipermetrining ushlanish vaqt, masofasi va nazariy tarelkalar soni hamda ulapHing balandligi pestitsidni chinligini aniqlashda foydalaniladi.

Ishlab chiqilgan xromatografiya sharoitlarining validatsiyasini, ya'ni chiziqliligi, aniqliligi, qaytalanuvchanligi va xususiyagini aniqlash maqsadida tarkibida aniq miqdorda sipermetrin saqlagan eritmardan foydalanildi. Buning uchun sipermetrining standart namunasidan aniq tortma (0,1 g) olinib, 100 ml geksanda eritildi. Mazkur eritmadan turli konsentratsiyali standart namuna ishchi eritmalar tayyorlandi.

Ishlab chiqilgan tahlil sharoitlarining chiziqliligini aniqlash maqsadida tarkibida 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 va 1,2 mkg/2,0 mkl sipermetrin saqlagan standart eritmasidan xromatograf dozatoriga yuborildi va yuqorida keltirilgan sharoitlarda tahlil qilindi. Turli miqdorlarda kolonkaga yuborilgan sipermetrin hosil qilgan cho'qqilapHing maydon yuzalari aniqlandi. Sipermetrin hosil qilgan cho'qqi yuzasining modda konsentratsiyasiga bog'liqlik chizmasi tuzildi. Turli konsentratsiyali eritmalapHi xromatografiyalash sipermetrin konsentratsiyasini xromatografik cho'qqining maydoni yuzasiga proporsionalligini ko'rsatdi . Sipermetrin xromatografik cho'qqi yuzasini uning konsentratsiyasiga bog'liqlik chizmasi 2-rasmda keltirilgan.

Olingan natijalar shuni ko'rsatdiki, tavsiya etilayotgan GSX tahlil sharoitlarining sipermetrin uchun sezgirligi 0,2 mkg va aniqlashlapHing chiziqli diapazoni 0,2 – 1,2 mkg ni tashkil etadi.



2 – rasm. Sipermetrining GSX tahlil sharoitlaridagi cho‘qqi maydon yuzasining eritma konsentratsiyasiga bog‘liqlik chizmasi

Tanlangan xromatografik sharoitlapHing aniqliligini o‘rganish maqsadida xromatografga 0,5 mkg/mkl konsentratsiyali sipermetrin eritmasidan 2,0 mkldan bir necha marotaba yuborilib, tahlillar olib borildi. Bunda tekshiriluvchi modda miqdorini aniqlash yuqorida keltirilgan kalibrlash grafigi asosida olib borildi. Olingan natijalar statistik hisoblandi va ular 7-jadvalda keltirilgan.

7-jadval

Ishlab chiqilgan GSX tahlil sharoitlarining aniqliligini o‘rganish natijalari*

Topilgan miqdor, mkg	Ushlanish vaqtı, daq	Olingan natijalapHi statistik qayta ishlash natijalari
0,99	8,37	$f=4; T(95\%,4)=2,78$
1,02	8,42	$X_{o\cdot r}=1,00; S^2=0,00025;$
1,01	8,39	$S=0,0158; S_x=0,0071;$
0,98	8,40	$\Delta X=0,0439; \Delta X_{o\cdot r}=0,0196$
1,00	8,38	$E=4,39\%; \varepsilon=1,96\%$

* - eritma konsentratsiyasi 0,5 mkg/mkl, har bir namunadagi sipermetrin miqdori 1,0 mkg.

YUqoridagi jadvaldagagi keltirilgan ma’lumotlardan ko‘rinib turibdiki, xromatografga sipermetrining bir xil konsentratsiyasidagi eritmasidan besh

marotaba yuborib tahlil qilinganda uning ushlanish vaqtining deyarli o‘zgarmaganligi va metrologik hisoblashlar o‘tkazilganda xatolik 1,96% dan oshmasligi aniqlandi. Mazkur xatolik GSX tahlil usullariga qo‘yiladigan talab darajasida ($\pm 5\%$) ekanligi bilan ham diqqatga sazovordir va ishlab chiqilgan uslubni aniq va qaytalanuvchanligidan dalolat beradi.

Ishlab chiqilgan uslubning xususiyligini (selektivligini) o‘rganish maqsadida O‘zbekiston Respublikasida qo‘llashga ruxsat etilgan turli kimyoviy guruhlarga mansub bir qator pestitsidlaridan foydalanildi. Buning uchun mazkur pestitsidlarning 1,0 mkg/mkl spirtli eritmalarini tayyorlanib, tavsiya etilayotgan sharoitlarda tahlil qilindi. Selektivlikni o‘tkazish borasida olingan natijalar 8-jadvalda keltirilgan.

8-jadval

Ishlab chiqilgan GSX tahlil sharoitlarining sipermetrin uchun xususiyligini o‘rganish natijalari

Tekshiriluvchi pestitsid	Ushlanish vaqt, daq
Xlorpirifos	4,6
Sevin	6,9
Danitol	7,2
Sipermetrin	8,4
Fozalon	9,3
Sumi-alfa	10,1
Deltametrin	11,6
Karate	13,3

Jadvalda keltirilgan ma’lumotlardan ko‘rinib turibdiki, hozirgi kunda keng ko‘lamda qo‘llashga ruxsat etilgan pestitsidlardan sevin, xlorpirifos, fozalon, sumi-alfa, deltametrin va boshqalar tavsiya etilgan sharoitlarda sipermetrinni

aniqlashga halal bermaydi. AshyolapHing ushbu moddalar bilan ifloslanganligi tahlil jarayoniga ta'sir etmaydi.

Izlanishlarimizning keyingi bosqichi sipermetrinni GX-MS usulida tahlil qilishga bag'ishlandi.

2.1.3. Sipermetrinni gaz-xromato-mass-spektrometriya usulida tahlil qilish sharoitlarini ishlab chiqish

Organik moddalar tahlilida qo'llaniladigan fizik-kimyoviy usullar orasida gaz-xromato-mass-spektrometriya usuli o'zining yuqori sezgirligi, aniqliligi va ayniqsa, murakkab aralashmalar tarkibidagi juda kam miqdordagi tekshiriluvchi moddalapHi ham topishga imkon berishi bilan ajralib turadi. SHuningdek, usul zaharlanishga olib kelgan modda noma'lum bo'lgan holatda yoki uning standart namunalari yo'q bo'lgan vaqtarda hamda organizmda kechgan metabolizm natijasida zaharli moddadan hosil bo'lgan metabolitlapHi aniqlashda ham keng qo'llaniladi.

Adabiyotlarda sipermetrinni gaz-xromato-mass-spektrometriya usuli bilan tahlil qilish sharoitlari keltirilgan bo'lib, ular tashqi muhit ob'ektlari bo'lmish suv, havo, tuproq va o'simlik a'zolaridan ajratib olib tahlil qilishda ko'llanilgan. SHuningdek, ishlab chiqilgan uslublapHing validatsiyasi o'tkazilmagan. Adabiyotlarda mavjud uslublapHi tadqiqotimiz ob'ektlari bo'lmish biologik ashyolapHi tahlil qilishda qo'llash holatlarini o'zida aks etgan ma'lumotlar keltirilmagan. SHu munosabat bilan sipermetrinning zamonaviy gaz xromato-mass-spektrometrik tahlilining mo'tadil sharoitlarini ishlab chiqishni oldimizga maqsad qilib qo'yildi.

Izlanishlar Hewlett-Packard firmasida ishlab chiqarilgan HP GC/MC 6890 rusumli gaz xromato-mass-spektrometr asbobida olib borildi.

Sipermetrinni tahlil qilish uchun quyidagi sharoitlar ishlab chiqildi:

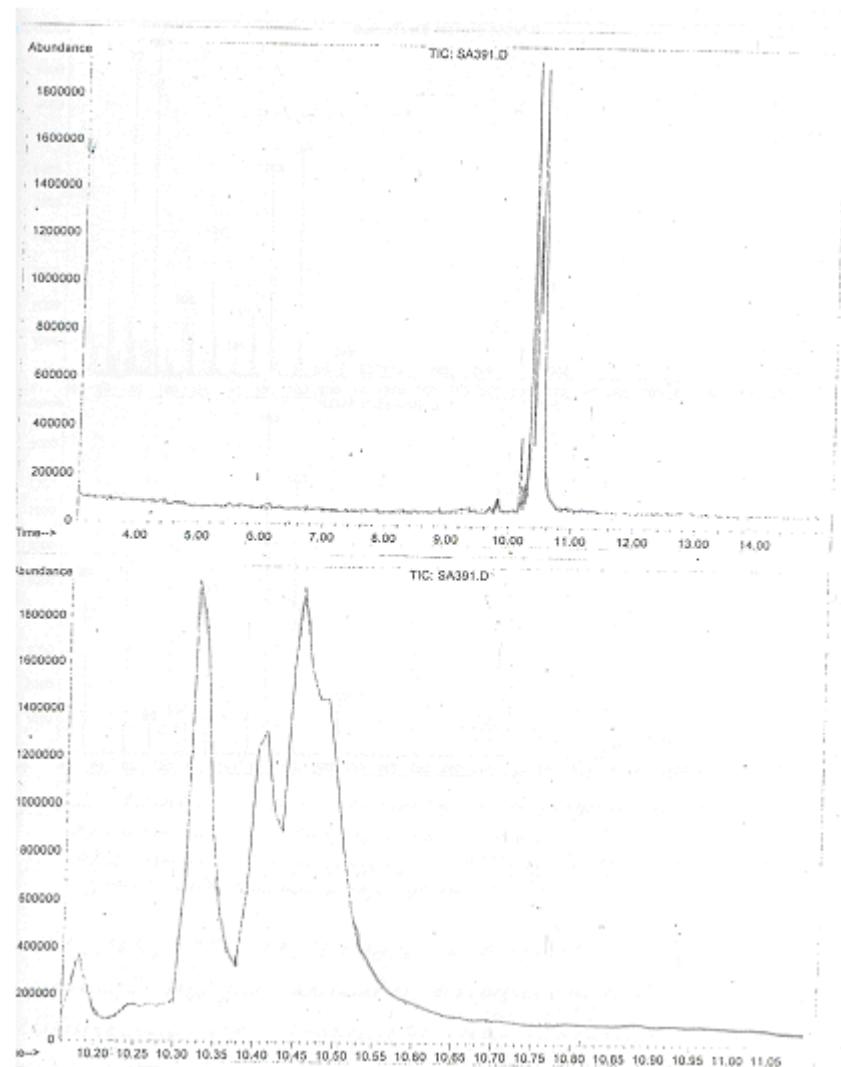
- uzunligi 30 m, ichki diametri 0,25 mm bo‘lgan metall kapillyar kolonka ichki devorlari sathi 0,25 mkm qalinlikda 5% metilfenilsilosan bilan qoplangan;
- injektor harorati 280°S ;
- kolonka termostati harorati 150 dan 280°S gacha, haroratning ko‘tarilish tezligi $15^{\circ}\text{S}/\text{daq.}$;
- qo‘zg‘aluvchi faza – geliy, tezligi 3,2 ml/daq;
- ionlanish energiyasi 70 e.v.;
- yuboriluvchi namuna hajmi 1 mkl;
- tahlil vaqt 15 daqiqa.

Tahlil uchun aniq miqdor (0,01 g a.t.) sipermetrin saqlagan standart namuna eritmasi asosida tayyorlangan 50 va 100 mkg/ml konsentratsiyali ishchi eritmalar olindi. Ishchi eritmalar yuqorida zikr etilgan sharoitda xromatograf kolonkasiga yuborildi. Tahlil vaqtida xromatogrammada sipermetringa xos bo‘lgan ushlanish vaqtiga ega bo‘lgan (10,33; 10,41; 10,45) cho‘qqilar paydo bo‘ldi. Mazkur usul yordamida olingan sipermetrin xromatogrammasi 3-rasmda keltirilgan.

Har bir cho‘qqi uchun mass-spektrometrik tahlil ko‘rib chiqildi. Xromatogrammadagi har bir cho‘qqi uchun ham spektrdagи ionlar (415; 209; 181; 163; 127; 77; 51 m/z massaga ega bo‘lgan fragment ionlar) to‘g‘ri kelishi aniqlandi (4-rasm).

Tajriba natijasida olingan sipermetrining xromatogrammasi va mass spektrlari kompyuter ma’lumotlar bankidagi ko‘rsatkichlar bilan solishtirildi va ulapHing tuzilishi sipermetrin strukturasiga mos kelishi aniqlandi.

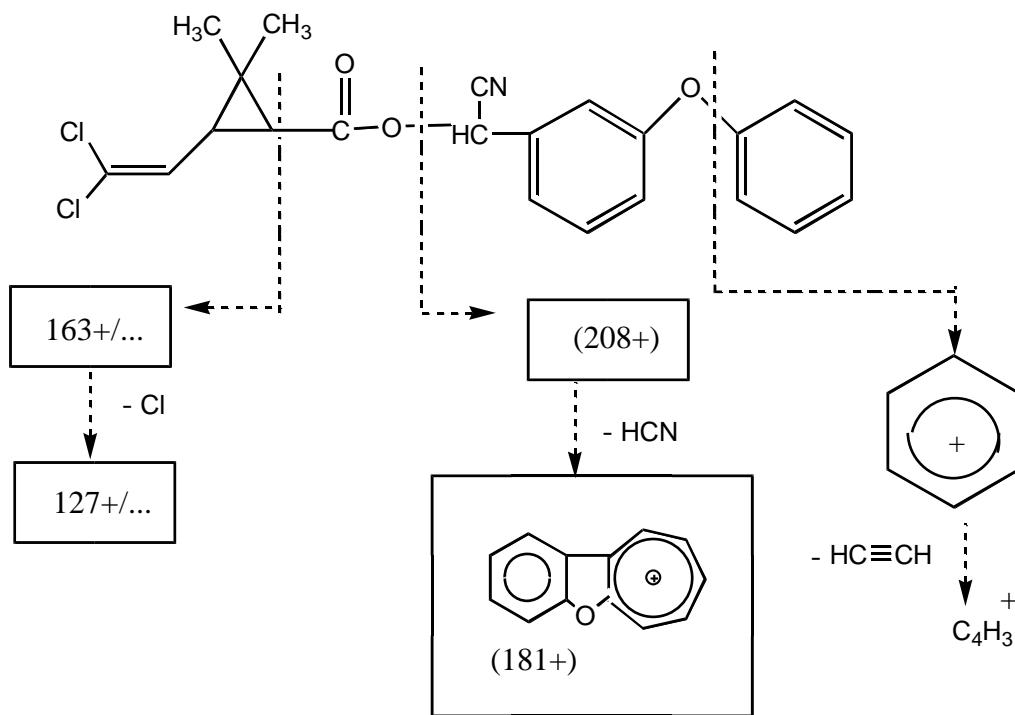
Tekshiriluvchi namunaning 1 mkl ekanligini inobatga olgan holda, usul sezgirligi sipermetrin uchun 0,1 mkg ekanligi aniqlandi. Olingan xromatogramma va mass-spektrlar asosida sipermetrining fragmentatsiya jarayonlari o‘rganildi. 5-6-rasmlardan ko‘rinib turibdiki, sipermetrin fragment ionlarga parchalanishdan oldin 415 m/z massaga ega bo‘lgan “yashash muddati” qisqa bo‘lgan molekulyar ionni hosil qiladi.



3-rasm. Sipermetrinni GX-MS usulida olingan xromatogrammasi

Bu xromato-mass-spektrometriya qonuniyatlariga to‘la javob beradi. CHunki “azot qoidasiga” asosan toq azot atomi saqlagan molekulalar toq m/z massaga ega bo‘lgan, juft azot atomini saqlagan molekulalar juft m/z massaga ega bo‘lgan molekulyar ion hosil qiladi.

Hosil bo‘lgan molekulyar ion asosan quyidagi yo‘nalishlarda parchalanadi:



4-rasm. Sipermetrin molekulasining parchalanish yo‘nalishlari

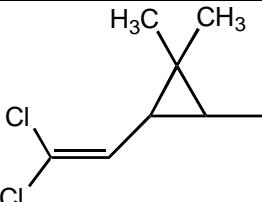
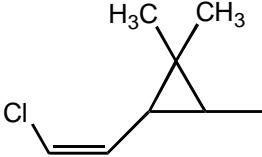
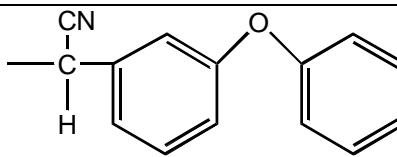
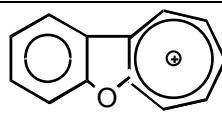
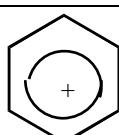
4-rasmdagi 92 va 108 m/z massaga mos keluvchi fragment ionlar asosiy fragmentatsiya jarayonlariga kirmaydi va ulapHing interpretatsiyada ahamiyati yo‘q. Asosiy fragment ionlapHing yonida deyarli uning m/z massasiga teng, lekin intensivligi past bo‘lgan boshqa fragment ionlapHing hosil bo‘lishi element izomerlarining mavjudligi tufaylidir.

“Elektron zarba” ta’sirida hosil bo‘lgan fragment ionlapHing tuzilishlari 9-jadvalda keltirilgan.

YUqorida keltirilgan ma’lumotlar va jadvaldagи bo‘lak ionlar sipermetrinning hamma izomerlari bir xildagi fragmentatsiya jarayoniga uchrashini ko‘rsatadi.

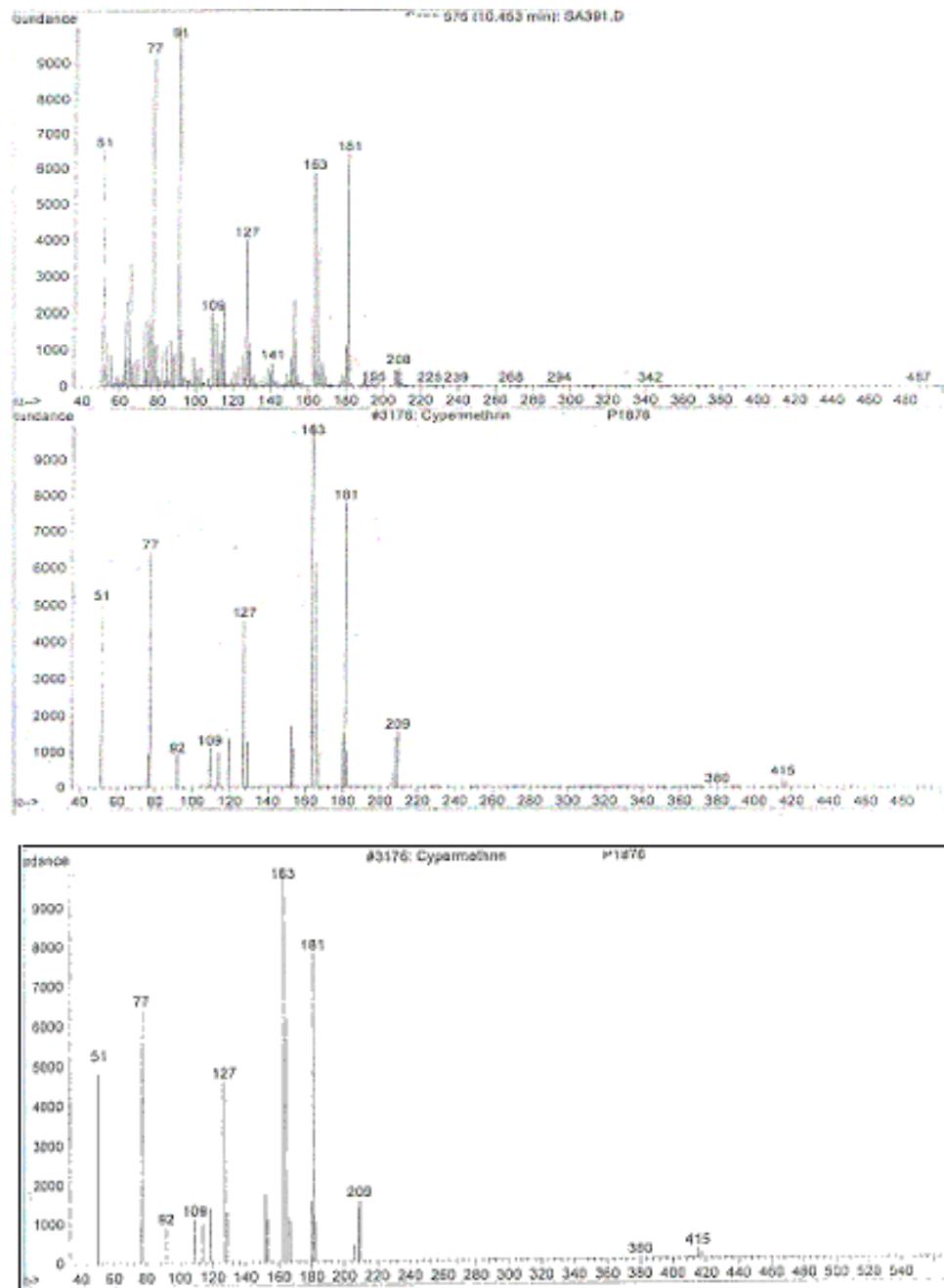
9-jadval

**Sipermetrin fragment ionlarining tuzilishi
va ularga mos keladigan m/z lar**

IonlapHing tuzilishlari	Fragment ion, m/z	Intensivlik, %
	163 ⁺ /167	100,00
	127 ⁺ /123	73,68
	209 ⁺	15,78
	181 ⁺	80,26
	77 ⁺	67,10
$\begin{array}{c} + \\ \text{C}_4\text{H}_3 \end{array}$	51 ⁺	78,68

TajribalapHing keyingi bosqichida miqdoriy tahlil sharoitlari ishlab chiqildi. Bunda aniq miqdordagi tekshiriluvchi moddaga mos keluvchi xromatografik cho‘qqining maydon yuzasi o‘lchami bo‘yicha kalibrash chizmasini tuzib, uning asosida tekshiriluvchi moddaning noma’lum miqdori aniqlandi. Kalibrash chizmasini tuzishda sipermetrin uchun eng xarakterli bo‘lgan 163 m/z fragment

ionning intensivligi bo‘yicha asbob orqali qayd qilingan xromatogramma chizmasi asos qilib olindi (6-rasm).



6-rasm. Sipermetrinni GX-MS usulida olingan mass-spektrlari

6-rasmdan ko‘rinib turibdiki, sipermetrin xromatogrammada hosil qilgan ionlari orasida m/z qiymatli ion intensivligi yuqoriligi bilan ajralib turadi. Ushbu fragment iondan yuqorida aytib o‘tilgan kalibrlash chizmasini tuzishda foydalanildi.

Izlanishlarimizning keyingi bosqichida sipermetrinni YUSSX usulida tahlil qilish sharoitlarini ishlab chiqishga bag‘ishlandi.

2.1.4. Sipermetrinni yuqori samarali suyuqlik xromatografiyası usulida tahlil qilish sharoitlarini ishlab chiqish

YUSSX tahlil usuli GSXga nisbatan bir qancha afzallikkarga ega. Masalan, murakkab tarkibli aralashmalar tarkibidagi yuqori harorat ta’sirida parchalanadigan moddalapHi xona va unga yaqin bo‘lgan haroratlarda aniqlash imkonini beradi. Uslubning afzalliklarini inobatga olgan holda YUSSX usulida sipermetrinning qoldiq miqdorlarini tahlil qilish sharoitlari ishlab chiqildi.

Tajribalar Amerikaning “Agilent Technologies” korxonasida ishlab chiqarilgan “Agilent 1100 series” rusumli yuqori samarali suyuqlik xromatografida olib borildi. Asbob yuqori bosimda ishlashga mo‘ljallangan to‘rt kanalli gradient tipidagi nasos, 190-600 nm to‘lqin uzunliklarida tahlil o‘tkazuvchi spektrofotometrik detektor, qo‘zg‘aluvchi faza tarkibidagi gazlapHi yo‘qotuvchi qurilma, 20 mkl hajmli o‘lchov uskuna – “Rheodyne” injektori va xromatografik kolonkadan tashkil topgan. Asbob to‘laligicha “Chemstation A.09.03” dasturi yordamida kompyuter orqali boshqariladi. Izlanishlar quyidagi sharoitlarda olib borildi:

- xromatografik shisha kolonka zarrachalar yirikligi 3,5 mkm bo‘lgan Zorbax Eclipse XDB C – 18 sorbent bilan to‘ldirilgan, o‘lchami 150 x 3 mm;
- qo‘zg‘aluvchi faza: atsetonitril (A) – KN₂RO₄ 10 mM eritmasi (B) (pH=3);
- gradient: 0 daq: A-80%, B-20%;

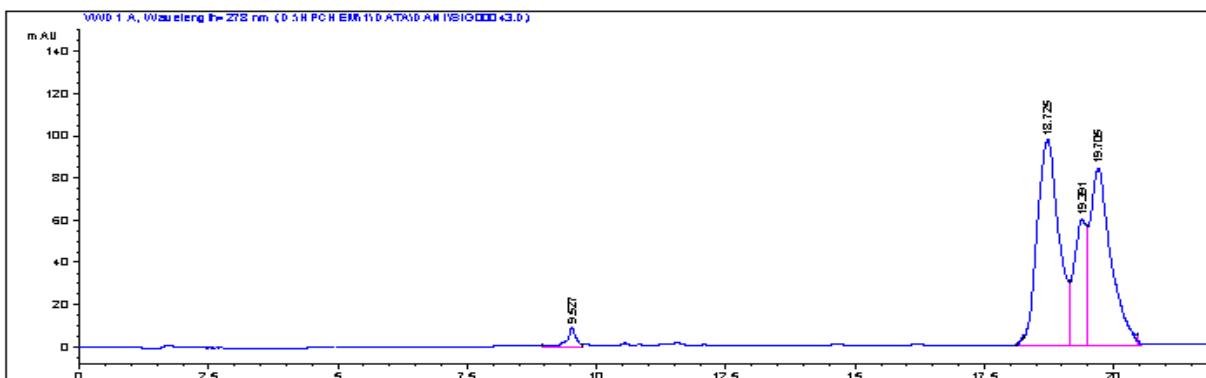
7-20 daq: A-25%, B-75%;

24 daq: A-80%, B-20%

- qo‘zg‘aluvchi faza sarfi 0,5 ml/daq;
- detektor UF-spektrofotometr;

- tahlil uchun namuna hajmi 20 mkl;
- detektorlash to‘lqin uzunligi 279 nm.

Tahlil davomiyligi 24 daqiqa. Ushbu sharoitlarda sipermetrin izomerlarining ushlanish vaqtisi 18,7; 19,1 va 19,7 daqiqani tashkil qiladi (7-rasm).



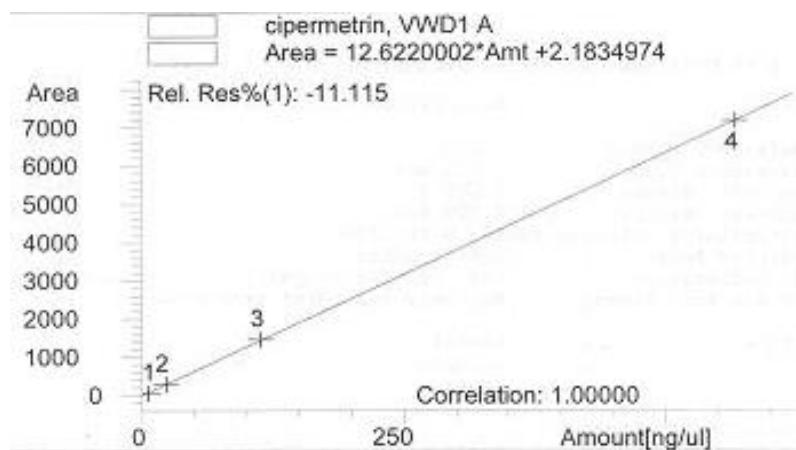
7-rasm. Sipermetrin standart namuna eritmasining YUSSX usulida olingan xromatogrammasi

Rasmda keltirilgan xromatogrammadan ko‘rinib turibdiki, tavsiya etilayotgan sharoitlarda sipermetrining uch izomeri bir-biridan ajraladi.

IzomerlapHing cho‘qqilarini hosil bo‘lishi va sis-trans-izomerlar orasidagi aniq nisbat sipermetrin pestitsidi uchun chinligini aniqlash ko‘rsatkichlaridan biri sifatida qo‘llanishi mumkin.

TajribalapHing keyingi bosqichida ushbu tahlil sharoitlarining chiziqliligi va sezgirlingi o‘rganildi. SHu maqsadda tarkibida ma’lum miqdorda sipermetrin moddasini saqlagan standart namuna eritmalaridan foydalanildi. Standart eritmalardan 20 mkl hajmda xromatograf kolonkasiga yuqoridagi sharoitlarda yuborildi va olingan xromatografik cho‘qqilapHing ko‘rsatkichlari hisoblandi. Natijalar asosida sipermetrin uchun konsentratsiyaning maydon yuzasiga bog‘liqlik chizmasi tuzildi (8-rasm). Ta’kidlash lozimki, adabiyotlar sharhida SP, shu jumladan, sipermetrinni izomerlarini ajratish uchun xiral kolonkadan foydalanishi haqida ma’lumot bo‘lgan edi. TajribalapHi o‘tkazish jarayonida

tahlilning ishlab chiqilgan sharoitlari sipermetrinni uchala izomerini ajratishga imkon berdi.



8 – rasm. YUSSX tahlil sharoitlaridagi cho‘qqi maydon yuzasi va eritma konsentratsiyasining bog‘liqlik chizmasi

Tajribalar natijasida uslubning sipermetrin uchun aniqlashlapHing chiziqli diapazoni 0,1-10 mkg va sezgirligi 0,1 mkg tashkil qilishi aniqlandi.

Ishlab chiqilgan xromatografik tahlil sharoitlapHing aniqliligini o‘rganish maqsadida sipermetrinning ma’lum konsentratsiyali standart spirtli eritmalar xromatografik kolonkaga 20 mkl hajmda kiritilib, tavsiya etilgan sharoitlarda tahlillar olib borildi. Sipermetrinning miqdori kalibrlash grafigi yordamida aniqlandi. Olingan natijalar statistik qayta ishlandi va xatoliklar aniqlandi. Ular 10-jadvalda keltirilgan.

10-jadvaldagagi ma’lumotlardan ko‘rinib turibdiki, tajriba natijalarining statistik ko‘rsatkichlari hisoblanganda xatolik 1,25% dan oshmadi. Bu esa ishlab chiqilgan xromatografiya sharoitlari etarli darajada aniqlik va qaytalanuvchanlikka ega ekanligidan dalolat beradi.

Sipermetrin uchun ishlab chiqilgan YUSSX usulining tahlil sharoitlarining xususiyligini o‘rganish maqsadida O‘zbekistonda qo‘llanadigan turli guruh pestitsidlarining spirtli eritmalarini tayyorlandi va tavsiya etilayotgan sharoitda tahlil qilindi.

10-jadval

Ishlab chiqilgan xromatografiya sharoitlarining aniqliligini o‘rganish natijalari^{*}

Topilgan miqdor, mkg	Olingan natijalapHi statistik qayta ishlash natijalari
0,98	$f=4; T(95\%, 4)=2,78$
0,98	$X_{o\cdot r}=0,99; S^2=0,0001;$
1,00	$S=0,0100; S_x=0,0045;$
0,99	$\Delta X=0,0278; \Delta X_{o\cdot r}=0,0124$
1,00	$E=2,80\%; \varepsilon=1,25\%$

* - eritma konsentratsiyasi 0,05 mkg/mkl, har bir namunadagi sipermetrin miqdori 1,0 mkg.

Bunda piretroidlardan sumi-alfa, danitol, deltametrin, fosfororganik pestitsidlardan fozalon, xlorpirifos, xlororganik pestitsidlardan geksaxloran, lindan, karbamin guruhiga oid sevin pestitsidlaridan foydalanildi.

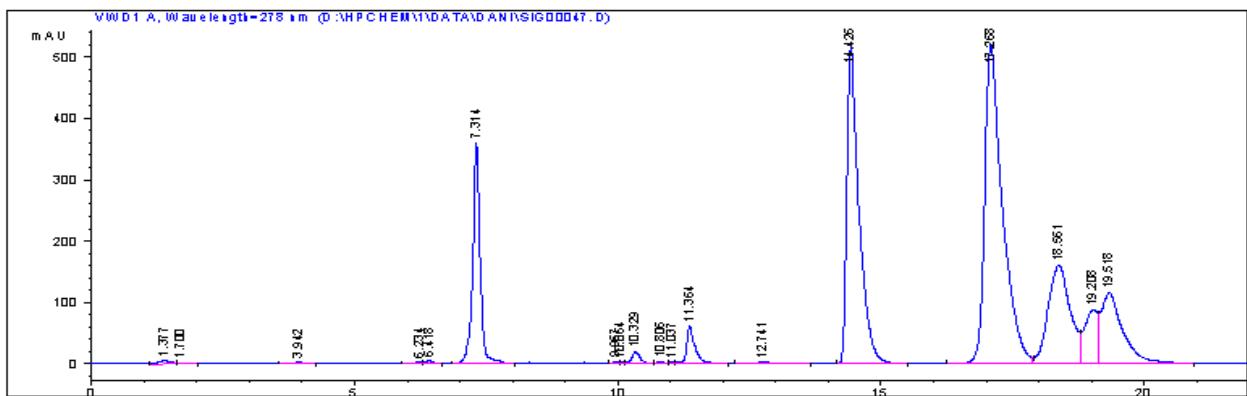
Tajriba natijalari 11-jadval va 9-rasmida keltirilgan.

11-jadval

Ishlab chiqilgan YUSSX tahlil sharoitlarining sipermetrin uchun

xususiyligini o‘rganish natijalari

Tekshiriluvchi pestitsid	Ushlanish vaqt, daq
Sevin	7,31
Lindan	9,65
Fozalon	10,80
Geksaxloran	11,36
Atrazin	12,74
Xlorpirifos	14,43
Danitol	17,45
Sipermetrin	18,7-19,7



9-rasm. Ishlab chiqilgan YUSSX tahlil sharoitlarining sipermetrin uchun xususiyligini o‘rganish natijalari

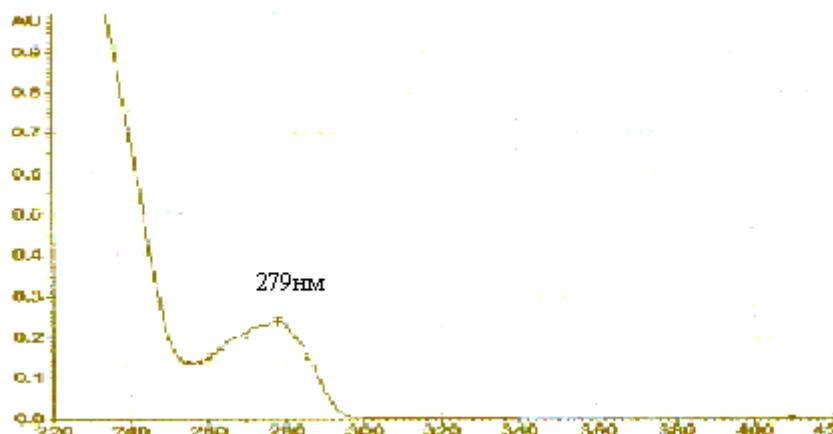
Jadval va rasmdan ko‘rinib turibdiki, yuqorida qayd etilgan pestitsidlar sipermetrinni tahlil qilish uchun tavsiya etilayotgan sharoitlarda uni aniqlashga halal bermaydi.

2.2. Sipermetrinni UB-spektrofotometriya usulida aniqlash sharoitlarini ishlab chiqish

UB-spektrofotometrik usul kundalik tahlillarda keng qo'llanilishi, tajribalapHi tez va oson bajarilishi hamda mazkur asbob bilan deyarli barcha laboratoriyalapHing ta'minlanganligini inobatga olib, uni GSX va YUSSX usullarga altepHativ sifatida ishlab chiqishni maqsadga muvofiq deb hisoblandi. Zero, usulning sezgirligi uni biologik ashyolar tarkibidan ajratib olingan ekstraktlapHi, ma'lum tozalashlardan so'ng tahlil qilishga imkon beradi. SHuningdek, sipermetrining strukturasida α -sianofenoksibenzil guruhning mavjudligi tufayli aromatik xalqalar o'zida π -elektronlar bulutini saqlaydi. Bu esa moddaning eritmasini UB-spektrofotometrik usulda tahlil qilish imkoniyatini yaratadi. Ana shu aromatik xalqalar evaziga sipermetrin UB-nur sohasida nur

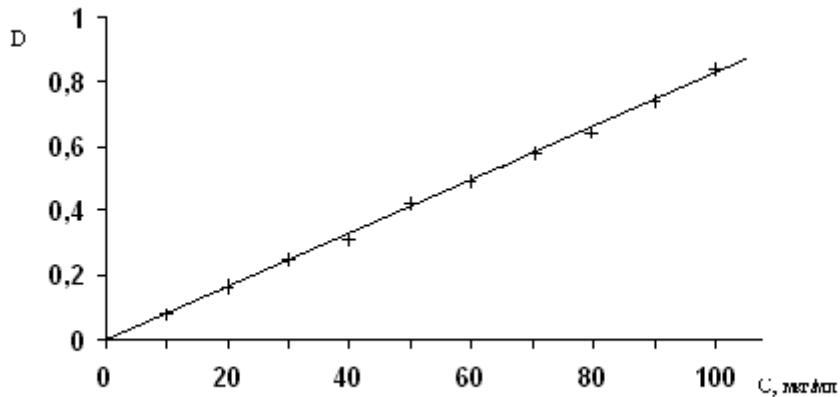
yutishi kerak. Adabiyotlarda sipermetrinni bu usulda tahlili haqida ma'lumotlar juda kam uchraganini inobatga olib, sipermetrinning UB-spektrofotometrik tahlil usulini ishlab chiqishni lozim topildi.

Sipermetrinning UB-spektrofotometrik tahlili BECKMAN DU-65 markali UB-spektrofotometrda olib borildi. 100 mkg/ml sipermetrinning geksandagi standart eritmasini 200 – 400 nm to'lqin uzunliklari sohasida optik zichligi o'lchab olindi. Solishtiruvchi eritma sifatida geksandan foydalanildi. Sipermetrin optik zichligining to'lqin uzunligiga bog'liqlik chizmasi – nur yutish spektri olindi va unga tavsif berildi. Bunda sipermetrin 279 nm to'lqin uzunligida eng yuqori nur yutish ko'rsatkichiga ega ekanligi aniqlandi (10-rasm).



10-rasm. Sipermetrinning UB-sohadagi nur yutish spektri

UB-spektrofotometrik usulda sipermetrinning miqdoriy tahlilini ishlab chiqish maqsadida tarkibida ma'lum miqdorda pestitsid standart namunasi (0,01 g a.t.) saqlagan 100 ml eritma tayyorlandi. Bu eritmadan suyultirish yo'li bilan ma'lum konsentratsiyalarda sipermetrin saqlovchi bir nechta geksanli ishchi eritmalar tayyorlandi va ulapHing optik zichliklari 279 nm to'lqin uzunligida aniqlandi. Olingan natijalar asosida sipermetrin optik zichligining konsentratsiyaga bog'liqlik chizmasi tuzildi (11-rasm).



11-rasm. Optik zichlikning konsentratsiyaga bog'liqlik chizmasi

O'tkazilgan tajribalar natijasida sipermetrin 10 – 100 mkg/ml konsentratsiyalarda Buger – Lambert – Ber umumiy qonuniga bo'y sunishi aniqlandi.

Sipermetrining tekshiriluvchi ashyolar tarkibidagi qoldiq miqdorlarini aniqlash quyidagi formula asosida olib boriladi.

$$X = \frac{D * 1 * V_1}{E_{1cm}^{1\%} * 100 * V_2}$$

bunda, D - eritmaning optik zichligi;

$E_{1cm}^{1\%}$ - sipermetrining molyar nur yutish ko'rsatkichi;

V_1 - tekshiriluvchi eritma hajmi, ml;

V_2 - tekshiriluvchi ashyo hajmi, ml.

Ushbu tahlil usulining sipermetrin uchun sezgirligini aniqlash maqsadida sipermetrining standart eritmasidan konsentratsiyasi kamayib boruvchi ishchi standart eritmalar tayyorlandi va ulapHing optik zichliklari 279 nm to'lqin uzunligida aniqlandi. Olingan natijalar asosida sipermetrin uchun UB-spektrofotometriya usulining sezgirligi 10 mkg/ml tashkil etishi aniqlandi. Sipermetrining molyar va solishtirma nur yutish ko'rsatkichlari aniqlandi.

Olib borilgan natijalar 12-jadvalda keltirilgan.

12-jadval

Sipermetrinning spektrofotometrik tahlili natijalari

Konsentratsiya, mkg/ml	Optik zichlik, D	$E^{1\%}_{1sm}$	ϵ
10,0	0,084	84,0	3494,4
20,0	0,175	87,5	3640,0
30,0	0,251	83,67	3480,67
40,0	0,323	80,75	3359,2
50,0	0,406	81,20	3377,92
60,0	0,482	80,33	3341,73
70,0	0,573	81,86	3405,38
80,0	0,649	81,13	3375,01
90,0	0,725	80,56	3351,29
100,0	0,812	81,20	3377,92
		82,22	3420,35

12-jadvaldan ko‘rinib turibdiki, sipermetrinning molyar va solishtirma nur yutish ko‘rsatkichlarining o‘rtacha qiymatlari mos ravishda, 82,22 va 3420,35 teng.

Izlanishlarimiz davomida ishlab chiqilgan tahlil sharoitini aniqligini tekshirish va miqdoriy tahlilni sinab ko‘rish maqsadida sipermetrinning preparatdagi miqdorini tahlil qilindi. Buning uchun sipermetrinning 2,5% konsentrat emulsiyasidan 5 ta namuna eritmalar tayyorlandi. EritmalapHing optik zichligi spektrofotometrda 279 nm to‘lqin uzunligida aniqlandi. Tuzilgan kalibrlash grafigi asosida sipermetrinning texnik preparatdagi miqdori aniqlandi.

Olingan natijalar statistik tahlil qilindi va ulapHing natijalari 13-jadvalda keltirildi.

13-jadval

Sipermetrin preparatining tahlili natijalari

Aniqlangan miqdor		Statistik hisoblash natijalari
g/100 ml	%	
2,31	92,4	f=4; T(95%,4)=2,78
2,34	93,6	X _{o·r} =93,72; S ² =1,3670;
2,32	92,8	S=1,1692; S _x =0,5229;
2,36	94,7	ΔX=3,2503; Δ X _{o·r} =1,4536
2,37	95,1	E=3,4681%; ε=1,5510%

Jadvalda keltirilgan nisbiy va absolyut xatolapHing qiymatlari tahlillarga qo‘yiladigan talablar darajasida ekanligi, natijalapHing ishonchliligin hamda ishlab chiqilgan uslubni pestitsidning miqdorini aniqlash uchun qo‘llash mumkinligini ko‘rsatadi.

Xulosalar

1. Sipermetrinni YUQX usulida tahlil qilishning quyidagi mo‘‘tadil sharoitlari ishlab chiqildi va tavsiya etildi:

erituvchilar sistemasi: geksan - atseton (5:1); xloroform - metanol (17,5:2,5); geksan - etilatsetat (3:1); yorituvchi reaktivlar: ClZnJ (sezgirligi 1,5 mkg/namuna); Mune bo‘yicha modifikatsiyalangan Dragendorf reaktivi (sezgirligi 2 mkg/namuna).

2. Sipermetrinni GSX usulida tahlil qilish sharoitlari ishlab chiqildi. Bunda quyidagi mo‘‘tadil sharoitlar tavsiya etildi:

«Chrom 5» xromatografi; shisha kolonka, o‘lchami 30 x 0,2 sm; sorbent – xromaton N-AW-DMCS; qo‘zg‘almas suyuq faza SE-30, sorbent yuzasiga 5%

miqdorida shimdirlilgan; tashuvchi gaz - azot, oqim tezligi 30 ml/daq; vodorod oqimi tezligi 30 ml/daq; havo oqimi tezligi 400 ml/daq; alanga ionlanish detektori harorati 260^0S ; injektor (dozator) harorati 250^0S ; kolonka termostatining harorati quyidagi tartibda dasturlandi: $180^0\text{S} - 220^0\text{S}$ gacha $10^0\text{S}/\text{daq}$ va $220^0\text{S} - 245^0\text{S}$ gacha $3^0\text{S}/\text{daq}$ tezlikda harorat o‘zgarib boradi; detektor sezgirligi $16 \times 10 \text{ A}$; o‘zi yozib oluvchi qurilma sezgirligi 20 mV; diagramma qog‘ozining tezligi 0,3 sm/daq ni tashkil etadi; tahlil davomiyligi 15 daqiqa.

Tavsiya etilayotgan sharoitlarda sipermetrin hosil qilgan xromatografik cho‘qqining maydon yuzasi konsentratsiyaga bog‘liqligi, usulning sezgirligi, chiziqli dinamik diapazoni va qaytariluvchanligi aniqlandi.

3. Sipermetrinni GX-MS usulida tahlil qilish sharoitlari ishlab chiqildi:

uzunligi 30 m, ichki diametri 0,25 mm bo‘lgan ichki devorlari yuzasiga 0,25 mkm qalinlikda 5% metilfenilsilosan bilan qoplangan kapillyar kolonka; injektor harorati 280^0S ; kolonka termostati harorati 150^0S dan 280^0 gacha, harorat ko‘tarilish tezligi $15^0\text{S}/\text{daq}$; qo‘zg‘aluvchi faza – geliy, tezligi 3,2 ml/daq; ionlanish energiyasi 70 e.v.; yuboriluvchi namuna hajmi 1 mkl; tahlil vaqt 15 daqiqa.

Hosil bo‘lgan fragment ionlar yordamida sipermetrinning struktura tuzilishi yordamida aniqlash mumkinligi ko‘rsatildi. Ushbu xromatografiya sharoitlarida sipermetrin izomerlari uchun ushlanish vaqt 10,33; 10,41; 10,45 tashkil qildi. Uslubning sezgirligi va chizikli-dinamik diapazoni aniklandi.

4. Sipermetrinni YUSSX usulida tahlil qilish sharoitlari ishlab chiqildi:

xromatografik kolonka zarrachalar yirikligi 3,5 mkm bo‘lgan Zorbax Eclipse XDB C-18 sorbent bilan to‘ldirilgan, o‘lchami $150 \times 3 \text{ mm}$; qo‘zg‘aluvchi faza atsetonitril (A) – KN_2RO_4 10 mM eritmasi (B) (pH3); gradient: 0 daq: A-80%, B-20%; 7-20 daq: A-25%, B-75%; 24 daq: A-80%, B-20%; detektor UF-spektrometr; qo‘zg‘aluvchi faza sarfi 0,5 ml/daq; tahlil uchun namuna hajmi 20 mkl; detektorlash to‘lqin uzunligi 279 nm.

TahlillapHing chiziqli diapazoni 0,1 – 10 mkg va sezgirlik 0,1 mkg ni tashkil qildi. Tavsiya etilayotgan tahlil sharoitlarining sipermetrin uchun xususiyligi o‘rganildi.

5. Sipermetrinni UB-spektrofotometriya usulida tahlil qilish sharoitlari takomillashtirildi. Sipermetrinni UB- nur sohasidagi eng yuqori nur yutish to‘lqin uzunligi 279 nm ekanligi aniqlandi. Solishtirma ($E^{1\%}_{1\text{sm}} = 82,22$) va molyar ($\varepsilon = 3420,35$) nur yutish ko‘rsatkichlari hisoblandi. Tahlil sharoitining sipermetrin uchun sezgirligi 10 mkg/ml, tahlilning chiziqli diapazoni 10-100 mkg/ml tashkil etadi.

III BOB. SIPERMETRIN PESTITSIDINI SUVLI MUHITDAN ORGANIK ERITUVCHILAR YORDAMIDA EKSTRAKSIYA QILISH SHAROITLARINI ISHLAB CHIQISH

Pestitsid qoldiq miqdorlarini turli ashylardan ajratib olish, asosan, organik erituvchilar va ulapHing aralashmalari yordamida amalga oshiriladi. Ushbu ashylar tarkibidan pestitsidni to‘liqroq ajratib olish uchun uni organik erituvchilarda eruvchanlik xususiyatlari bilan birga suvli muhitdan organik qatlamga ekstraksiyalanish darjalarini inobatga olish lozim bo‘ladi. SHuningdek, pestitsid qo‘llanilgan maydon atrofidagi tabiiy va oqava suvlar tarkibida uning qoldiq miqdorlarini nazorat qilish muhim vazifalardan biridir. Pestitsidlaphi turli ashylardan ajratib olishda uni ikki faza orasida taqsimlanishi katta ahamiyat kasb etadi. Bunda pestitsidni ajratib olishga ta’sir etadigan qator omillapHi ham e’tiborga olish lozim.

Ekstraksiya sharoitlarini ishlab chiqish, birinchidan, pestitsidni mazkur ashylardan maksimal ajratib olish uchun xizmat kilsa, ikkinchidan biologik ashylardan olingan ajratmalapHi yot moddalardan tozalashda ham qo‘llaniladi.

O‘rganilgan adabiyot manbalarida bu haqdagi ma’lumotlapHing kamligi va tarqoqligi hamda sipermetrinni ekstraksiyalashga turli omillapHing ta’sirlari inobatga olinmaganligi ma’lum bo‘ldi.

Sipermetrinning zaharlilik darajasini inobatga olib, u bilan o‘tkir zaharlanish holatlari yuz berganda insonlarga tez tibbiy yordam ko‘rsatish uchun to‘g‘ri diagnoz qo‘yish juda muhimdir. Bunda zaharlangan inson biologik suyuqliklari, oshqozon chayindi suvlaridagi zaharli moddani ajratib olib, aniqlash katta ahamiyat kasb etadi. Inson biologik suyuqliklarining asosini suv tashkil etishi ham bu masalani dolzarbligini ta’kidlaydi. SHu munosabat bilan sipermetrinni suvli muhitdan ajratib olishning mo‘tadil shart-sharoitlarini (pH muhitning ta’siri,

organik erituvchi tabiat, elektrolitlar va qayta takror ekstraksiyalash ta'siri) o'rganishni maqsad qilib qo'yildi.

3.1. Sipermetrinni suvli muhitdan ekstraksiyasiga organik erituvchi tabiat va muhitning pH ko'rsatkichi ta'sirlarini o'rganish

Ajratib olish jarayoniga organik erituvchining tabiatini ta'sirini o'rganish uchun toluol (GOST 5789-78), etilatsetat (GOST 22300-76), xloroform (R 64.228.297) va geksan (TU 6-09-3375-78) kabi erituvchilardan foydalanildi.

Tekshiriluvchi moddalapHi suvli muhitdan ekstraksiyalab olish jarayoniga muhitning pH ko'rsatkichi katta ta'sir ko'rsatadi. SHu tufayli sipermetrinning suvli muhitdan ajratib olinishiga pH ko'rsatkichining ta'siri o'rganildi. Buning uchun standart fiksanallar yordamida (GOST 8.135 – 74, pH metrik standart – titr) pH muhitining ko'rsatkichlari 1,56; 3,56; 4,01; 6,86; 9,18 va 12,45 ga teng bo'lgan eritmalar tayyorlandi.

Sig'imi 250 ml bo'lgan og'zi zich yopiladigan konussimon kolbalarga 50 ml dan turli pH ko'rsatkichli eritmalaridan olinib, unga 100 mkg/ml sipermetrinni saqlovchi ishchi eritmadan 1 ml qo'shildi va organik erituvchilardan 10 ml qo'shib, 15 daqiqa davomida mexanik chayqatgichda bir me'yorda chayqatildi.

KolbalapHi qatlamlar ajralishi uchun 5 daqiqa qoldirildi. Qatlamlar to'liq ajralgach, ajratish voronkasi yordamida organik erituvchi qatlami oldindan 5 g suvsiz natriy sulfat solib, erituvchi bilan namlangan filtr qog'oz orqali quruq chinni kosachalarga filtrlab olindi. Filtr qog'ozi 3-5 ml organik erituvchi bilan yuvildi va chayindi asosiy ekstraktga qo'shildi. Ekstraktlardan organik erituvchilar issiq havo oqimida quruq qoldiq qolguncha bug'latildi. Quruq qoldiq geksanda eritilib, 5 ml ga etkazildi va 2.2-bo'limda keltirilgan uslub yordamida tahlil qilindi. Suvli muhit tarkibidagi sipermetrin miqdori oldindan tuzib olingan kalibrlash grafigi asosida aniqlandi.

Tajriba natijalari 14-jadvalda keltirilgan.

14-jadval

Suvli muhitdan sipermetrinni qoldiq miqdorini ekstraksiyalashga organik erituvchi va pH ko'rsatkichining ta'sirini o'rganish natijalari

Muhit pH ko'rsat- kichi	Organik erituvchi							
	xloroform		etilatsetat		toluol		geksan	
	ekstraksiyalab olindi							
mkg	%	mkg	%	mkg	%	mkg	%	
1,68	39,8	39,8	28,3	28,3	36,8	36,8	14,7	14,7
3,56	52,5	52,5	45,6	45,6	37,7	37,7	23,6	23,6
4,01	62,7	62,7	56,6	56,6	40,6	40,6	25,9	25,9
6,86	66,8	66,8	62,1	62,1	48,6	48,6	28,3	28,3
9,18	80,4	80,4	72,4	72,4	63,9	63,9	47,3	47,3
12,45	68,1	68,1	54,3	54,3	72,9	72,9	42,7	42,7

YUqoridagi jadvalda keltirilgan ma'lumotlardan ko'rinish turibdiki, sipermetrin suvli muhitdan pH 9,18 ga teng bo'lgan sharoitda xloroform qavatiga maksimal miqdorda (80,4%) o'tadi. Ayrim adabiyotlarda sipermetrin kuchli ishqoriy sharoitlarda parchalanishga uchrashi haqidagi ma'lumotlar keltirilgan. Tavsiya etilayotgan pH muhitida sipermetrinning gidroliz jarayoni boshlanganligi sababli 80,4% miqdorda ajratib olishga muvaffaq bo'lingani ehtimoldan holi emas.

3.2. Sipermetrinni suvli muhitdan ekstraksiyasiga elektrolitlar va ekstraksiya sonining ta'sirlarini o'rganish

Adabiyotlar tahlili shuni ko'rsatdiki, aksariyat moddalapHi suvli qatlamdan organik erituvchilar yordamida ajratib olish darajasi ekstraksiyada elektrolitlapHing qatnashishiga bog'liq bo'ladi. Ko'pgina hollarda elektrolitlar

moddalapHi suvli qatlamdan ko‘proq miqdorda ajratib olishga yordam beradi. Bunda elektrolitlar ta’sirida moddaning suvdagi eruvchanligi kamayadi, shuningdek, hosil bo‘lgan emulsiyalapHi parchalash yoki oqsil moddalapHi cho‘ktirishda ham ulardan foydalilanildi. Ammo ba’zi hollarda moddalapHi suvli eritmalaridan ajratib olish darajasi elektrolitlar ta’sirida sezilarli darajada kamayadi.

Kimyo-toksikologiya amaliyotida ammoniy sulfat va natriy xlorid tuzlari elektrolit sifatida keng qo’llaniladi, shuningdek, ular yuqorida keltirilgan xususiyatlarga ega [104,105]. SHundan kelib chiqqan holda ushbu elektrolitlapHing sipermetrinni suvli qatlamdan ekstraksiya qilish jarayoniga ta’siri o‘rganildi.

ElektrolitlapHing ekstraksiya darajasiga ta’sirini o‘rganish quyidagicha olib borildi. Natriy xlorid hamda ammoniy sulfatning to‘yingan eritmalaridan 50 ml suvli muhitga 10 ml miqdorda qo‘sildi va ularga 100 mkg/ml sipermetrin pestitsidini saqlovchi ishchi eritmadan 1 ml qo‘sildi, so‘ngra yuqorida keltirilgan sharoitda sipermetrinni ekstraksiya qilindi. SHu bilan birga pestitsidning organik qatlamga to‘liq o‘tishiga ekstraksiya sonining ta’sirini o‘rganish maqsadida xloroform bilan 2, 3, 4 marta ekstraksiya olib borildi. Tajriba natijalari 15-jadvalda keltirilgan.

15-jadval

Sipermetrin ekstraksiyasiga elektrolit va ekstraksiya sonining ta’siri

Elektrolit	Ekstraksiya soni va ajratib olingan sipermetrin miqdori							
	1 marta		2 marta		3 marta		4 marta	
	mkg	%	mkg	%	mkg	%	mkg	%
(NH ₄) ₂ SO ₄	80,9	80,9	82,7	82,7	84,3	84,3	84,9	84,9
NaCl	82,9	82,9	85,4	85,4	87,6	87,6	87,8	87,8

Jadvalda keltirilgan ma'lumotlardan ko'rinib turibdiki, sipermetrinni suvli muhitdan to'yingan natriy xlorid elektroliti ishtirokida, pH muhiti 9 bo'lganda xloroform bilan 3 marta ekstraksiya qilish natijasida 87,6% miqdorda ajratib olishga erishildi.

To'rt qayta ekstraksiyalash natijasida sipermetrinning miqdori sezilarli oshmaganligi sababli va organik erituvchini tejash uchun uni suvli ajratmadan 3 qayta ekstraksiyalash maqsadga muvofiqdir.

3.3. Sipermetrinni biologik suyuqliklardan (qon va peshob) ekstraksiyalash sharoitlarini ishlab chiqish

Pestitsidni qo'llash vaqtida suv, havo, tuproq orqali, ba'zi hollarda texnika havfsizligi qoidalarining buzilishi natijasida u inson organizmiga tushib, zaharlanish holatini chaqiradi. Bunda kimyo - toksikologik tekshirish olib borish uchun asosiy ashyoviy dalil sifatida biologik suyuqliklar (qon, peshob va oshqozon chayindi suvlari) olinadi. Adabiyotlarda sipermetrinning biologik suyuqliklardan ajratib olish sharoitlari to'liq keltirilmagan. SHuning uchun izlanishlar davomida biologik suyuqliklardan sipermetrinni ekstraksiyasi o'rGANildi.

Sipermetrinni biologik suyuqliklardan ajratib olishda uni suvli qatlamdan ekstraksiya qilish sharoitlaridan foydalanildi.

Sipermetrinni qondan ekstraksiya qilish sharoitlarini ishlab chiqish.

5 ml qon namunasi olinib, 0,1 M natriy ishqori eritmasi bilan pH muhiti 9 ga keltirildi va 2 ml natriy xloridning to'yingan eritmasidan qo'shildi. So'ngra 10 ml xloroform qo'shib, 15 daqiqa davomida mexanik chayqatgichda chayqatildi. SHundan so'ng aralashmadagi qonning shaklli elementlarini cho'ktirish maqsadida sentrifugalandi (3000 ayl/daq). Sentrifugat ajratgich voronkasiga olinib, xloroform qatlami ajratib olindi. Ekstraksiya shu sharoitda yana 2 marta

olib borildi. Ekstraktlar birlashtirilib suvsizlantirilgan natriy sulfat saqlagan filtr qog‘ozidan o‘tkazildi. Filtr 2-3 ml xloroform bilan yuvildi va chayindi asosiy filtratga qo‘shildi. Filtratdan organik erituvchi xona haroratida uchirildi. Quruq qoldiq 5 ml geksanda eritilib, 2.2 – bo‘limda keltirilgan UB- spektrofotometriya usulida tahlil qilindi.

Tahlil natijalari 16-jadvalda keltirilgan.

Sipermetrinni peshobdan ekstraksiya qilish sharoitlarini ishlab chiqish.

Ajratgich voronkasiga 25 ml peshob namunasi olinib, 3 g natriy xlorid qo‘shildi va yaxshilab aralashtirib, 0,1 M natriy ishqori eritmasi bilan pH 9 ga keltirildi. So‘ngra xloroform bilan 3 marta ekstraksiya olib borildi. Ekstrakt suvsizlantirilgan natriy sulfat saqlagan filtr qog‘ozi orqali filtrlandi. Filtr qog‘oz 3-5 ml organik erituvchi bilan yuvildi va u asosiy ekstraktga qo‘shildi. Mazkur ekstraktdan organik erituvchi xona haroratida uchirildi. Quruq qoldiq 5 ml geksanda eritilib, 2.2 – bo‘limda keltirilgan UB- spektrofotometriya usulida tahlil qilindi.

Olingan natijalar 16-jadvalda keltirilgan.

Jadvalda keltirilgan ma’lumotlardan ko‘rinib turibdiki, tavsiya etilayotgan ekstraksiya sharoitlarida sipermetrin biologik suyuqliklar tarkibida (qon, peshob), mos ravishda, 79,50 va 75,66 % miqdorida ajratib olinadi.

Ushbu olingan natijalar tavsiya etilayotgan uslubning sipermetrin bilan o‘tkir zaharlanish holatlari yuz bergen vaqtida uni biologik suyuqliklar tarkibidan ajratib olishga qo‘llash mumkinligini ko‘rsatdi.

16-jadval**Sipermetrinni qon va peshobdan ekstraksiyalab olish natijalari**

Aniqlangan miqdor		Olingan natijalapHi statistik qayta ishslash
mkg	%	
QON		
80,3	80,3	$f=4; T(95%,4)=2,78$
79,4	79,4	$X_{o\cdot r}=79,50; S^2=0,4250;$
78,7	78,7	$S=0,6519; S_x=0,2915;$
80,0	80,0	$\Delta X=1,8123; \Delta X_{o\cdot r}=0,8105$
79,1	79,1	$E=2,27\%; \varepsilon=1,02\%$
PESHOB		
74,8	74,8	$f=4; T(95%,4)=2,78$
75,7	75,7	$X_{o\cdot r}=75,66; S^2=0,3531;$
76,3	76,3	$S=0,5941; S_x=0,2657;$
72,1	72,1	$\Delta X=1,6515; \Delta X_{o\cdot r}=0,7386$
75,4	75,4	$E=2,18\%; \varepsilon=0,97\%$

Xulosalar

1. Suvli muhitdan sipermetrinni ajratib olishda ta'sir etuvchi omillar o'rganildi. Bunda muhitning pH ko'rsatkichi 9,18 bo'lganda va ekstragent sifatida xloroformdan foydalanilganda pestitsidning 80,4 % miqdorini ajratib olish mumkin.
2. Suvli muhitdan sipermetrinni ajratib olishda elektrolitlapHing ta'siri o'rganildi va natriy xloridning to'yingan eritmasi qo'llanib, ekstraksiya soni 3 martaga etkazilganda eng yaxshi natija – 87,6 % miqdorda pestitsid ajratib olish mumkinligi aniqlandi.
3. Biosuyuqliklardan (qon va peshob) sipermetrinni ajratib olishda ishlab chiqilgan sharoitlar sinab ko'rildi. Bunda sipermetrinni model ashyolar bo'lmish qondan 79,5 % va peshobdan 75,66 % miqdorda ajratib olindi.

IV BOB. SIPERMETRIN PESTITSIDINI BIOLOGIK ASHYOLARDAN AJRATIB OLİSH SHAROITLARINI ISHLAB CHIQISH

4.1. Sipermetrinni biologik ashylardan (laboratoriya hayvonlari ichki a'zolari) ajratib olish sharoitlarini ishlab chiqish

Sipermetrinni biologik ashyo namunalaridan ajratib olish va tahlilga tayyorlash uchun hayvon ichki a'zolaridan olingan namunani (maydalangan jigar) 10 g tortib olib, konussimon kolbalarga solindi. Unga 400 mkg/ml sipermetrin saqlagan spirtli eritmadan 1 ml solinib, yaxshilab aralashtirildi va spirti uchib ketguncha xona sharoitida qoldirildi. So'ngra idishning og'zi yopilib, 24 soatga xona haroratida qoldirildi. Vaqt o'tgach, ashyo pH ko'rsatkichi natriy ishqorining 0,1 M eritmasi bilan universal indikator qog'ozi bo'yicha 9,0-9,5 ga keltirildi. Ashyoga 15 ml xloroform va natriy xloridning tuyingan eritmasidan 5 ml qo'shib, vaqtiga bilan aralashtirib turgan holda 1 soatga qoldirildi. SHundan so'ng organik erituvchi qatlami ajratib olindi. Ushbu jarayon 15 ml xloroform bilan yana 2 marta takrorlandi. Olingan ajratmalar birlashtirildi va 5 g miqdorda suvsiz natriy sulfat solingan va xloroform bilan namlangan filtr qog'ozi orqali tagi yumaloq kolbaga o'tkazildi. Konussimon kolba va filtr qog'oz 5 ml xloroform bilan yuvildi. Birlashgan xloroformli ajratma rotor-vakuum bug'latgich asbobida 40^0S dan yuqori bo'limgan haroratda 0,5 ml gacha uchirildi va qoldiq chinni tovoqchaga o'tkazildi. CHinni tovoqchadagi ajratma iliq havo oqimida quruq qoldiq qolguncha uchirildi. Quruq qoldiq 1 ml geksanda eritildi va sipermetrin 2.1.2-bo'limda keltirilgan sharoitda tahlil qilindi.

Miqdoriy tahlillarda 100 g biologik ashyo tarkibidagi sipermetrinning milligrammlardagi miqdorini hisoblash quyidagi formula asosida olib borildi:

$$X = \frac{S * 100}{2 * A * 50,54}$$

bu erda,

S – tekshiriluvchi ajratma asosida olingan uchta parallel tahlil natijalaridagi o‘rtacha sipermetrining xromatografik cho‘qqi maydoni yuzasi kattaligi;

2 – tahlil uchun olingan alikvota hajmi, ml;

A – tahlil uchun olingan biologik ashyo og‘irligi, g;

50,54 – ekstraksiyalanuvchi sipermetrining o‘rtacha miqdori, %;

100 – 100 g ashyoga nisbatan hisoblash koeffitsienti.

Olingan natijalar tahlil qilinib, statistik qayta ishlab chiqildi va 17-jadvalda keltirildi.

17-jadval

Sipermetrinni biologik ob’ekt tarkibida aniqlash natijalari

Aniqlangan pestitsid miqdori		Olingan natijalap Hi statistik qayta ishslash
mkg	%	
198,0	49,50	f=4; T (95%, 4)=2,78;
197,1	49,25	X _{o·r} =50,54; S ² =1,2527;
206,0	51,5	S=1,1193; S _x =0,5005;
203,0	50,75	ΔX=3,1115; X _{o·r} =1,3915;
206,7	51,68	E=6,15%; ε=2,75%

Jadvaldagagi ma’lumotlardan ko‘rinib turibdiki, ushbu tahlil sharoitlarida biologik ashyo tarkibidagi sipermetrinni 50,54% miqdorda ajratib olib uni 2,75% nisbiy xatolik bilan aniqlash mumkin.

4.2. Sipermetrinni tajriba hayvonlari ichki a'zolarida tarqalishi va to'planishini o'rganish

Turli omillar ta'sirida pestitsidlar bilan zaharlangan organizmda zaharli modda ichki a'zolarda tarqalib, ulapHi zaharlaydi va turli yo'llar bilan chiqib ketadi yoki biror a'zolarda yig'iladi. Adabiyotlarda sipermetrinning hayvon organizmidagi metabolizmi haqida ancha qisqa ma'lumotlar keltirilgan bo'lib, ularda sipermetrin tez fursatda ekskretsiyaga uchrab, uning kam miqdori organizm yog' to'qimalarida qolishi ko'rsatilgan [37, 77]. Zaharlanish sabablari tekshirilayotganda sud kimyogari taxmin qilinayotgan zahapHing qaysi a'zoda to'planishini bilishi muhim ahamiyatga ega. SHu sababdan sipermetrin bilan zaharlanish holatida uni organizmning ichki a'zolariga tarqalishini o'rganib chiqishni lozim deb topildi. Buning uchun tajriba hayvonlaridan quyonlar oshqozoniga zond yordamida 600 mg/kg miqdorda sipermetrinning o'simlik moyidagi eritmasi yuborildi va moddaning ta'sirini bevosita kuzatib turildi.

3 soatdan so'ng halok bo'lgan hayvonlapHing ichki a'zolari ajratib olinib, tahlil qilindi. Biologik ashyolardan sipermetrin 4.1-bo'limda keltirilgan uslublar yordamida ajratib olindi va 2.1.2-bo'limda keltirilgan sharoitda tahlil qilindi.

Natijalar 18-jadvalda keltirilgan.

18-jadvaldagagi natijalardan ko'rinish turibdiki, sipermetrin bilan o'tkir zaharlanish hollarida u ko'p miqdorda oshqozon-ichak tizimi, jigar va qonda aniqlanadi. Sipermetrin bilan zaharlanish holatlarida sud-kimyo ekspertlariga qon, peshob, oshqozon chayindi suvlari, agar o'lim hollari yuz bergen bo'lsa, jigar, oshqozon bo'laklari va qondan namuna yuborilishi maqsadga muvofiqli.

18-jadval

**Sipermetrinni tajriba hayvonlari ichki a'zolarida tarqalishini o'rganish
natijalari.**

Hayvon og'irligi, kg	Tahlil uchun olingan namuna	A'zo miqdori, g, ml	Tahlil uchun olingan miqdor, g, ml	Aniqlangan sipermetrin miqdori, mg	
				namunada	100 g a'zoda
2,4	Oshqozon	194,9	20,0	38,4	192,0
	Yo'g'on ichak	194,5	20,0	0,12	0,6
	Ingichka ichak	99,9	20,0	2,14	10,7
	Jigar	55,2	10,0	0,12	1,2
	Buyrak	20,5	20,5	0,20	0,9
	Qora taloq	20,5	20,5	0,14	0,68
	YUrak	8,7	8,7	0,02	0,29
	O'pka	21,6	10,0	0,014	0,14
	Miya	12,8	12,8	-	-
	Mushak to'qimalari	152,4	20,0	-	-
2,6	Qon	20,2	10,0	0,17	1,7
	Peshob	15,3	10,0	-	-
	Oshqozon	195,0	20,0	33,6	168,0
	Yo'g'on ichak	234,8	20,0	0,15	0,75
	Ingichka ichak	118,4	20,0	1,12	5,60
	Jigar	63,6	10,0	0,18	1,84
	Buyrak	17,2	17,2	0,17	0,98
	Qora taloq	25,9	20,0	0,12	0,60
	YUrak	9,3	9,3	0,02	0,30
	O'pka	18,9	10,0	0,016	0,16

4.3. Sipermetrinni dorivor o'simlik xom ashyolaridan ajratib olish sharoitlarini ishlab chiqish

O'rganilgan adabiyotlarda yovvoyi holda o'suvchi hamda ixtisoslashtirilgan xo'jaliklarda etishtiriluvchi dorivor o'simliklapHing turli pestitsidlar bilan ifloslanish holatlari haqida ma'lumotlar keltirilgan. Hatto pestitsidlar qo'llanilmaydigan joylarda tayyorlangan dorivor o'simliklar xom ashyolari tarkibida ulapHing qoldiq miqdorlari topilgan. Buning asosiy sabablaridan biri pestitsidlapHing oqava suvlar va havo orqali tarqalishidir. Adabiyotlarda SP atrof-muhit, o'simliklar, oziq-ovqat mahsulotlarida aniqlashning bir qancha usullari keltirilgan. Biroq dorivor o'simlik mahsuloti tarkibida SP qoldiq miqdorlarini tahlil usullarini ishlab chiqishga taalluqli ma'lumotlar yoritilmagan.

Izlanishlarimiz avvalida sipermetrinning suvli muhit va biologik suyuqliklardan ajratib olish hamda YUQX hamda UB-spektrofotometriya usullarida tahlili sharoitlarini taklif qilgan edik. Keyingi navbatda pestitsidni dorivor o'simlik tarkibida qoldiq miqdorlarini aniqlashning YUSSX usuli uchun sharoitlar o'rganildi.

Hozirgi kunda yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi va mass-spektrometrik detektorli gaz-suyuqlik xromatografiyasi usullari moddalapHi identifikatsiyalashdan tashqari, ulapHing murakkab aralashmalarini ajratish, miqdorini aniqlash imkonini beradi. SHularga asoslangan holda dorivor o'simlik tarkibidan pestitsidlapHi ajratib olish va miqdorini tahlil qilish uchun YUSSX usulida ish olib borildi.

Izlanishlar institut tajriba maydonidagi issiqxonada ekib o'stirilgan steviya rebo va dorivor moychechak o'simliklarida olib borildi.

Steviya rebo (*Stevia rebaudiana Bertoni*) – farmatsevtika sanoati uchun qimmatbaho xom ashyo hisoblanib, hozirgi kunda izchil o'rganilmoqda va etishtirilmoqda.

Dorivor moychechak (*Matricaria recutita* (Chamomilla L.)) – keng tarqalgan dorivor o’simlik bo‘lib, tarkibida efir moylari saqlaydi. Amaliy tibbiyotda keng qo‘llaniladi.

Sipermetrinni turli mahsulotlardan ajratib olish va tahlil qilish usulini ishlab chiqish ulapHing fizik – kimyoviy xususiyatlaridan kelib chiqqan holda olib borildi. Suvli muhit va biologik ashyolardan ajratib olishda qo‘llanilgan organik erituvchi xloroformdan ekstragent sifatida foydalanilganda o’simlikdan olingan xloroformli ajratma haddan ziyod ifloslanganligi va yot moddalar, jumladan, xlorofill donachalari tahlilga halal berdi. Ko‘pchilik SP organik erituvchilarda, jumladan, atsetonitrilda oson eriydi. SHulapHi inobatga olgan holda sipermetrinni dorivor o’simlik mahsulotidan ajratib olish uchun ekstragent sifatida yangi haydab olingan atsetonitrildan foydalanildi. Tajribalar avval model o’simlik mahsulotlarida olib borildi. Buning uchun 10 g maydalangan o’simlik mahsulotiga 50,0 mkg pestitsid saqlagan geksandan mahsulotni to‘liq qoplaguncha qo‘yildi (20 ml), yaxshilab aralashtirilib, xona haroratida 3-4 soatga qoldirildi. Organik erituvchi to‘liq uchib ketgach, quruq mahsulot ustiga 50 ml atsetonitri qo‘sib, 30 daqiqa davomida mexanik chayqatgichda chayqatildi. Organik qatlama sig‘imi 500 ml bo‘lgan ajratgich voronkasiga filtr qog‘oz orqali filtrlab olindi. Kolbada qolgan o’simlik mahsuloti ustiga yana 2 marotaba 30 ml dan atsetonitri qo‘sib, 10 daqiqa chayqatildi. Organik erituvchi qatlami ajratib olindi. Olingan ekstraktlar birlashtirilib, yot moddalardan tozalash maqsadida petroleyn efiri bilan 3 marta ishlandi (30, 20, 20 ml). Atsetonitri qavati ajratib olindi va unga 50 ml suv, 10 ml natriy xloridning to‘yingan eritmasidan qo‘sib, 50 ml geksan bilan 10 daqiqa davomida yaxshilab chayqatildi va qatlamlar ajralishi uchun 15 daqiqaga qoldirildi. Geksanli qatlama sig‘imi 250 ml bo‘lgan tagi yumaloq kolbaga 5 g suvsizlantirilgan natriy sulfat solingan filtr qog‘ozni orqali filtrlab o‘tkazildi. Ekstraksiyalash jarayoni yana 25 ml geksan bilan 2 marta 10 daqiqa davomida qaytarildi. Geksanli ekstraktlar birlashtirilib, rotor-vakuumli bug‘latgichda 40⁰S

haroratda 1-2 ml gacha bug‘latildi. Olingan ekstrakt chinni kosachaga o‘tkazildi, kolba 1-2 ml geksan bilan chayilib, dastlabki ekstraktga qo‘shildi. Birlashtirilgan ekstraktlar havo oqimida quritildi. Quruq qoldiq 1,0 ml atsetonitrilda erilib, teshiklari o‘lchami 0,45 mkm bo‘lgan “Millipor” filtri orqali o‘tkazildi va xromatografik tahlil olib borildi. Natijalar 19- va 20-jadvallarda keltirilgan.

19-jadval

Steviya o‘simligi tarkibidan sipermetrinni aniqlash natijalari

Aniqlangan pestitsid miqdori		Olingan natijalapHi statistik qayta ishlash
mkg	%	
29,03	58,06	$f=4; T (95\%, 4)=2,78;$
29,45	58,90	$X_{o\cdot r}=61,99; S^2=6,3032;$
29,93	59,86	$S=2,513; S_x=1,112;$
31,38	62,76	$\Delta X=6,979; \Delta X_{o\cdot r}=1,959$
35,20	70,40	$E=12,88\%; \varepsilon=5,76\%$

20-jadval

Dorivor moychechak o‘simligi tarkibidan sipermetrinni aniqlash natijalari

Aniqlangan pestitsid miqdori		Olingan natijalapHi statistik qayta ishlash
mkg	%	
40,05	80,10	$f=4; T (95\%, 4)=2,78;$
40,48	80,96	$X_{o\cdot r}=81,45; S^2=4,8070;$
42,41	84,82	$S=2,1924; S_x=0,9851;$
40,96	81,92	$\Delta X=6,0951; \Delta X_{o\cdot r}=2,7258$
35,23	79,46	$E=7,48\%; \varepsilon=3,34\%$

Jadvallardagi ma'lumotlardan ko'rinish turibdiki, ushbu tahlil sharoitlarida steviya rebo o'simligi mahsuloti tarkibidan sipermetrinni 62% va dorivor moychechak o'simligi mahsuloti tarkibidan 81,4% miqdorda ajratib olish mumkin.

4.4. Sipermetrinni qo'llanilgan dorivor o'simlikning turli mahsulotlaridan ajratib olish sharoitlarini ishlab chiqish

Dorivor o'simliklapHi etishtirish davrida ular pestitsidlar, jumladan, sipermetrin bilan turli sabablarga ko'ra ifloslanishi mumkin. SHu munosabat bilan dorivor o'simlikni tahlil qilayotganda nafaqat uning mahsuloti balki shu mahsulotdan tayyorlangan dori shakllari tarkibidan pestitsidlapHing qoldiq miqdorlarini nazorat qilish ham muhim ahamiyatga ega. SHu maqsadda yuqorida tahlil qilingan dorivor o'simliklar mahsulotlaridan tegishli me'yoriy texnik hujjatlar [DFXI] asosida damlamalar tayyorlandi.

Tayyorlangan damlamalar tarkibidan sipermetrinni 3.1. - bo'limda keltirilgan tartibda ajratib olindi va 2.2-bo'limda keltirilgan uslubda tahlil qilindi. Olingan natijalar 21 va 22-jadvallarda keltirilgan.

21-jadval

Steviya o'simligi mahsuloti tarkibidan sipermetrinni aniqlash natijalari

Aniqlangan pestitsid miqdori		Olingan natijalapHi statistik qayta ishlash
mkg	%	
20,15	40,39	f=4; T (95%, 4)=2,78;
19,90	39,80	X _{o·r} =39,85; S ² =1,2171;
19,35	38,71	S=1,1032; S _x =0,4934;
15,90	38,95	ΔX=3,0670; X _{o·r} =1,3716
21,20	41,42	E=7,69%; ε=3,44%

22-jadval

**Dorivor moychechak o'simligi mahsuloti tarkibidan sipermetrinni
aniqlash natijalari**

Topilgan pestitsid miqdori		Olingan natijalapHi statistik qayta ishlash
mkg	%	
30,65	61,3	f=4; T (95%, 4)=2,78;
31,25	62,5	X _{o·r} =62,44; S ² =1,6280;
32,15	64,3	S=1,2706; S _x =0,5706;
30,60	61,2	ΔX=3,5471; ΔX _{o·r} =1,5863
31,45	62,9	E=5,68%; ε=2,54%

Jadvallardan ko‘rinib turibdiki, ushbu tahlil sharoitlarida damlamalar tarkibiga sipermetrin 39,85 (steviya) va 62,44% (dorivor moychechak) miqdorda o‘tishi mumkin.

Xulosalar

1. Laboratoriya hayvonlari ichki a’zolari (jigar) tarkibidan sipermetrinni ajratib olish sharoitlari o‘rganildi. Bunda biologik ashyo tarkibidagi pestitsidni 50,54% miqdorda ajratib olib, 2,75% nisbiy xatolik bilan aniqlash mumkinligi aniqlandi.

2. Sipermetrinni tajriba hayvonlari ichki a’zolarida tarqalishi o‘rganildi. Bunda sipermetrin o’tkir zaharlanish hollarida ko‘p miqdorda oshqozon-ichak tizimi, jigar va qonda aniqlanadi. Sud-kimyo ekspertlariga tahlil uchun sipermetrin bilan zaharlanish hollari yuz berganda qon, peshob, oshqozon chayindi suvlari, agar o‘lim hollari yuz bergen bo‘lsa, jigar, oshqozon bo‘laklari va qondan namuna yuborilishi tavsiya etildi.

3. Sipermetrinni dorivor o’simlik mahsulotlari hamda ulardan tayyorlangan dori shakllari tarkibidan ajratib olib, tahlil qilindi. Steviya rebo o’simligi

mahsulotlari (xom ashyo va damlama) tarkibidan sipermetrinni 62% va 39,85% hamda dorivor moychechak o'simligi mahsulotlari (xom ashyo va damlama) tarkibidan 81,4% va 62,44 % miqdorda ajratib olindi.

V BOB. SIPERMETRIN PESTITSIDINI TURLI ASHYOLARDA SAQLANISH MUDDATLARINI O'RGANISH

5.1. Sipermetrinni biologik ashylarda saqlanish muddatlari va ularga ta'sir qiluvchi omillapHi o'rganish

Sud-kimyogarlariga ba'zi hollarda zaharlangan ashylar bir oz muddat o'tgandan so'ng keltirilishi mumkin. Bunday hollarda ashylarda chirish jarayoni boshlanib, bu esa ulapHing tarkibidagi moddani aniqlanishida bir oz qiyinchilik tug'dirishi mumkin. Tahlil jarayonini engillashtirish uchun zaharli moddaning ashylarda saqlanish muddatlarini bilish muhim ahamiyatga ega. O'rganilgan adabiyotlarda sipermetrinning atrof-muhit, ya'ni suv, havo va tuproqda saqlanishi haqida ba'zi ma'lumotlar keltirilgan [65]. Kimyo-toksikologik (sud-kimyo) tekshiruv amaliyotida ashyoviy dalillapHi tashqi muhit omillari ta'siridan saqlash maqsadida konservatsiyalashdan foydalilanildi. Bunda konservant qo'shilgan va qo'shilmagan ashylarda chirish jarayonlari turlicha kechadi, shu tufayli zaharovchi moddaning saqlanish muddatlarida ham farq bo'lishi kuzatiladi. Ammo sipermetrinni biologik ashylar va o'simlik xom ashylarida saqlanish muddatlari o'rganilmagan. SHuningdek, sipermetrinni biologik ashylarda saqlanishiga turli omillar, chunonchi konservant sifatida qo'llaniladigan etil spirtining ta'sirini o'rganish ham lozim bo'ladi. SHundan kelib chiqqan holda, sipermetrinni turli ashylarda saqlanish muddatlarini va ularga konservantning ta'sirini o'rganishni lozim deb topildi.

Buning uchun 10,0 g miqdordan hayvon ichki a'zolaridan (maydalangan jigar) tortib olib, bir qancha namunalar tayyorlab, konussimon kolbalarga solindi. Ularga 400 mkg/ml sipermetrin saqlagan spirtli eritmasidan 1 ml dan solinib, yaxshilab aralashtirildi va spirti uchib ketguncha xona sharoitida qoldirildi. Biologik ashylar ikki guruhgaga bo'lindi. Birinchi guruhgaga jigar bo'laklarini qoplaguncha 95% etil spirtidan qo'shildi. Ikkinci guruh esa shunday qoldirildi. Idishlar og'zi berkitilib, xona haroratida qoldirildi. So'ngra turli muddatlarda namunalar tarkibidan sipermetrinni ajratib olib, tahlil qilindi. Pestitsidni ajratib olish 4.1-bo'limda, tahlili esa 2.1.2-bo'limda keltirilgan sharoitda olib borildi. Natijalar 23-jadvalda keltirilgan.

23-jadvalda keltirilgan natijalar biologik ashyo 95% etil spirti bilan konservatsiyalanganda uning tarkibidagi zaharli modda uzoqroq saqlanishi va unda kechadigan chirish jarayonlarini sekinlashishidan dalolat beradi. SHunday qilib, sipermetrin bilan zaharlanish gumon qilinganda biologik ashyo etil spirti bilan konservatsiyalanganda 60 kun, konservatsiyalanmaganda 25 kun saqlanishi aniqlandi.

5.2. Sipermetrinning ba'zi bir dorivor o'simlik xom ashyolarida saqlanish muddatlarini o'rganish

Pestitsidlar o'simliklapHi kimyoviy himoya vositasi sifatida qo'llanilganda zararkunandalapHi nobud qilish bilan birga ma'lum miqdorlari o'simlikning qismlarida saqlanib qoladi. Turli tashqi omillar – harorat, quyosh nuri, namlik ta'sirida ular yo'qolishi, biroq etishtirilayotgan o'simlik tarkibida oz bo'lsa-da qoldiq miqdorlari qolishi mumkin. SHuning uchun agar pestitsid dorivor o'simlikka qo'llaniladigan bo'lsa, ulapHi yig'ishdan avval o'simlik tarkibida pestitsidning qoldiq miqdorlari qancha vaqt saqlanib qolishi mumkinligini bilish zarur.

23-jadval

**Sipermetrinni biologik ashylarda saqlanish muddatlarini o‘rganish
natijalari**

(5 ta parallel natijalapHing o‘rtacha kiymati)

Biologik ashyo saqlangan kunlar	Sipermetrin qo‘shilgan miqdor, mkg	Topilgan miqdor	
		mkg	%
1	400,0	202,16	50,54
3	400,0	195,80	48,95
5	400,0	160,92	40,23
7	400,0	145,92	36,48
10	400,0	134,24	33,56
15	400,0	43,76	10,94
20	400,0	4,36	1,09
25	400,0	3,36	0,84
30	400,0	-	-

95 % etil spirti bilan konservatsiyalangan biologik ashylarda saqlanish

muddatlari

1	400,0	207,40	51,85
3	400,0	197,92	49,48
5	400,0	180,96	45,24
7	400,0	159,32	39,83
10	400,0	124,60	31,15
15	400,0	93,76	23,44
20	400,0	78,72	19,68
25	400,0	42,96	10,74
30	400,0	30,24	7,56
60	400,0	5,12	1,28

SHu maqsadda sipermetrinni dorivor o'simliklar tarkibida qoldiq miqdorlarining saqlanish muddatlari o'rganildi.

Buning uchun issiqxona va ochiq dala sharoitlarida steviya hamda dorivor moychechak o'simliklari tajriba uchun ajratilgan 10 m^2 maydonlarga ekib, etishtirildi. Dorivor o'simliklar ayni hasharotlar bilan zararlangan davrda sipermetrinning 25% konsentrat emulsiyasidan 1,0 ml olib, 7,5 l suvda eritib, o'simliklarga bir tekisda purkab sepildi. O'simlik tarkibida pestitsidning saqlanish muddatlarini o'rganish maqsadida ishlov berilgandan 1 soat o'tgach, shuningdek, 2, 3, 5, 7, 10, 15, 20 kunlardan so'ng mahsulotlar yig'ib olinib, tegishli qoidalar bo'yicha quritildi. Quritilgan mahsulotlar tarkibidagi pestitsid qoldiq miqdorlari tavsiya qilingan YUSSX usuli bo'yicha tahlil qilindi. Natijalar 24-jadvalda keltirilgan.

Tajriba natijalaridan xulosa qilish mumkinki, sipermetrin qo'llanilgan dorivor o'simlik tarkibida 15 kungacha saqlanishi mumkin.

24-jadval

Sipermetrinni dorivor o'simliklarda qoldiq miqdorlarining saqlanish muddatlari

Kunlar	Topilgan pestitsid miqdori, mkg/g		
	Steviya rebo		Dorivor moychechak
	issiqxona sharoitida	issiqxona sharoitida	dala sharoitida
1	62,90	80,56	81,50
2	53,12	71,44	64,33
3	46,34	49,83	48,78
5	27,14	31,24	35,15
7	14,25	20,78	18,95
10	9,81	13,63	12,54
15	0,95	4,69	3,28
20	-	-	-

Xulosalar

1. Sipermetrinning biologik ashylar tarkibida saqlanish muddatlari o‘rganildi. Bunda xona sharoitida biologik ashyo tarkibidagi pestitsid 25 kun, etil spirti bilan konservatsiyalangan biologik ashylarda esa 60 kun davomida saqlanishi aniqlandi.
2. Sipermetrin dorivor o‘simliklar zararkunandalariga qarshi qo‘llanilib, o‘simlik mahsuloti tarkibida kamayish dinamikasi o‘rganildi. Bunda pestitsid qo‘llanilgandan 15 kun o‘tgach aniqlanmadi va dorivor o‘simlik mahsulotini shu muddatlarda yig‘ish mumkin.

UMUMIY XULOSALAR

1. Sipermetrinni chinligini va miqdorini yupqa qatlam, gaz suyuqlik, yuqori samarali suyuqlik xromatografiya, UB-spektrofotometriya va gaz xromato-mass spektrometriya usullarida aniqlashning mavjud sharoitlari takomillashtirildi va yangi uslublar ishlab chiqildi. Ishlab chiqilgan tahlil uslublapHing sezgirligi va xususiyligi aniqlandi hamda turli ob'ektlar tarkibidan ajratib olingan sipermetrinni aniqlashga yaroqliligi o'rganildi.
2. Sipermetrinni suvli muhitdan ajratib olishning sharoitlari ishlab chiqildi va ularga ta'sir etuvchi omillar o'rganildi. Pestitsid bilan o'tkir zaharlanish holatlarida uni qon va peshobdan ekstraksiya qilish uslublari ishlab chiqildi.
3. Biologik ob'ektdan sipermetrinni ajratib olishning mavjud usullari takomillashtirildi va yangi sharoitlar ishlab chiqildi. Laboratoriya hayvonlari ichki a'zolarida sipermetrinni tarqalishi va to'planishi o'rganildi. Olingan natijalar asosida sipermetrin bilan o'tkir zaharlanish holatlarida kimyo-toksikologik tekshiruvlarga oshqozon-ichak yo'lining ayrim qismlari (ichidagi mahsulotlari bilan), jigar va qon yuborilishi tavsiya etildi.
4. Dorivor o'simlik xom ashyosi va undan olingan mahsulotlardan sipermetrinni ekstraksiya qilish sharoitlari ishlab chiqildi.
5. CHirigan biologik ashyolar tarkibida sipermetrinning saqlanishi va bu jarayonga konservant sifatida qo'shilgan etil spirtining ta'siri o'rganildi.
6. Sipermetrinni dorivor moychechak va steviya rebo o'simliklarida saqlanishini o'rganish natijalari asosida dorivor o'simlik xom ashyosini tayyorlashning mo"tadil muddatlari tavsiya qilindi.

ADABIYOTLAR RO'YXATI

1. Акарицидный препарат Биорекс. Пат. 2097043. Россия. МКИ⁶/ A61K 31/765.
2. Аллазов С. Нефротоксичность пестицидов//Урол. и нефрол. -1998. -№6. - С. 47-49.
3. Аллазов С. Течение некоторых урологических заболеваний в условиях воздействия пестицидов//Актуальные проблемы биологии и медицины Юго-западного Узбекистана. Сб. науч. тр. –Самарканд, 1995. -Вып.1. -С. 20-21.
4. Асадулин М.Г. Экологический мониторинг дикорастущих лекарственных растений Татарстана// Казан. Мед. Журн. -1993. -№5. -С. 357-359.
5. Ахмедов Ў.А., Хасanova М.А. Изучение ресурсов тысячелистника обыкновенного //Кимё ва фармация. -1997. -№3. –С. 14-15.
6. Бадюгин И.С., Карапай Ш.С., Константинова Т.К. Экстремальная токсикология : руководство для врачей / Под ред. Е.А.Лужникова. - М.: ГЭОТАР-Медиа, 2006. - 416 с.
7. Беспалова Т.С., Лебедева Т.Н. Опасность инсектоакарицидов, применяемых в растениеводстве, для пчел//Актуальные проблемы биологии и медицины Юго-западного Узбекистана: Сб. науч. тр. –Самарканд, 1995. - Вып.1. -С. 31-32.
8. Горбачева Н. А., Орлова А. М. Методы анализа синтетических пиретроидов //Суд.-мед. эксперт. -2001. -№6. -С.40-45.
9. Горбачева Н.А., Орлова А.М. Пробоподготовка при анализе синтетических пиретроидов в биологических объектах //Суд.-мед. эксперт. - 2002. -№2.-С. 41-46.
10. Демиденко Н.М. Пестицидларни қўллаш гигиенаси ва уларни айрим, биргаликда, кетма-кет ва қўшилган ҳолдаги таъсири токсикологияси//Патология. 2000. -№3. -С. 98-99.

- 11.Джамалов А.Д. Влияние цимбуша на организм крупнорогатого скота и его эффективность против иксодовых клещей в условиях Кызыл кума //Актуальные проблемы биологии и медицины Юго-западного Узбекистана: Сб. науч. тр.-Самарканд, 1995. -Вып.1. -С. 155-156.
12. Жалилов Х.К., Пўлатова Т.П. Ўсимлик хом ашёларини стандартлаш муаммолари//Ўзбекистон фармацевтик хабарномаси. -2002. -№1.-Б. 40-42.
- 13.Ибрагимов А.Ё. Доривор ўсимликларнинг хом ашё манбалари // Кимё ва фармация. 1992. -№1. -Б. 21-27.
14. Ибрагимов А.Я. Обеспеченность Республики Узбекистан лекарственным растительным сырьем. Перспективы и рекомендации// Кимё ва фармация. - 1993. -№5. -С.70-73.
- 15.Кивачицкая, М.М. Детоксикация инсектицидов в растениях ячменя / М.М.Кивачицкая, С.В.Маслякова // Защита растений (Белорус НИИ защиты растений).-2008.-Вып. 25.-С. 243-247.
- 16.Кимсанбоев X.X., Йўлдошев А.И. Ўсимликларни кимёвий ҳимоя қилиш. - Т.:Ўқитувчи,. 1997. -276 б.
- 17.Кленцова И.А., Волкотруб Л.П., Караваев Н.Р. Особенности техногенного загрязнения лекарственных растений// Фармация. -2001. -№5. –С. 28-29.
18. Крейнгольд С.У., Шестаков К. Оптические характеристики некоторых инсектицидов и ратицидов и методы их определения в дезинфекционных средствах//Дезинфекционное дело. -1998. –Т 1.-С. 58-61.
19. Лужников Е.А., Костомарова Л.Г. Острые отравления: руководство. - М.: Медицина, 2000. - 434 с.
20. Масляный инсектицидный препарат на основе пиретроидов. Пат. 2179805. Россия. МПК⁷ A01N53/08. ЗАО Щелковская АгроХимия.
21. Методы определения микроколичеств пестицидов/Под. ред. М.А.Клисенко. Совместное изд-е СССР-НРБ-ГДР-ВНР-ЧССР.- М.: Медицина, 1992. -С. 296-309.

22. Нестерова А.В., Шорманов В.К. Экстракция метаболитов коротана из водных растворов // Суд. мед. эксперт. -1991. -№2. -С. 41-43.
- 23.Пестициды: Справочник /Мартыненков В.И. и др. –М.: Агропромиздат, 1992. –368 с.
24. Пестициды: Справочник/ В.И. Мартыненко, В.К. Промоненков и др. -М.: Агропромиздат, 1992. -С. 93, 121, 368.
25. Садыков З.К., Икрамов Л.Т. Изучение влияние отдельных факторов на экстракцию новокаина из водных растворов // Суд. мед. эксперт. -1991. -№2. -С. 39-41.
- 26.Ситчихина С.В. Эффективность брикетов БИД против моли// Актуальные проблемы биологии и медицины Юго-западного Узбекистана.: Сб. науч. тр. Самарканд, 1995. -Вып.1. -С. 124-125.
27. Список химических и биологических средств борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками, дефолиантов и регуляторов роста растений, разрешенных для применения в сельском хозяйстве Республики Узбекистан на 2003-2007 годы. –Ташкент, 2003. –200 с.
- 28.Тихомиров, В. А. Изучение особенности светопоглощения дельтаметрина и циперметрина в УФ- области спектра / В.А.Тихомиров // Материалы 67 межвуз. науч. конф. студентов и молодых учёных Курского региона.- Курск, 2002.-С. 139-140.
- 29.Токсикологическая химия: учебник / под ред. Е. Н. Вергейчик. - М.: МЕДпресс-информ, 2009. – 400 с.
- 30.Токсикологическая химия. Метаболизм и анализ токсикантов: учебник для вузов / Под ред. Н.И. Калетиной. - М., ГЭОТАР-МЕД, 2008. -1015 с.
31. Токсикологическая химия/ Под. ред. проф. Т.В.Плетеновой.- М.: «Геотар-Медиа», 2005. –С. 340-356.
- 32.Узаков У.Я. Байтикол в борьбе с паразитарными клещами сельскохозяйственных животных// Актуальные проблемы биологии и

медицины Юго-западного Узбекистана: Сб. науч. тр. Самарканд, 1995. - Вып.1. -С. 151-153.

33.Шадиев К.К. Фармацевтическая промышленность: вчера, сегодня, завтра //Тошкент фармацевтика институтининг 65-йиллигига бағишиланган “Фармацияда таълим, фан ва ишлаб чиқариш интеграцияси” мавзуидаги илмий амалий анжумани: Маъruzалар тўплами. –Тошкент, 2002.-Б. 100-103.

34.Шадманова Д.А., Юлдашев З.А., Бекчанов Х.Н. Разработка условий анализа пестицида циперметрин методами тонкослойной хроматографии и УФ-спектрофотометрии//Фармацевтика журнали 2004. -№3. -С. 40-42.

35.Шорманов, В.К. Особенности изолирования альфациперметрина из биологического материала / В.К.Шорманов, Е.Н.Чигарёва // Судебно-мед. экспертиза.-2006.-Т. 49, № 4.-С. 34-37.

36. Шорманов В.К., Ким А.В., Дурицын Е.П., Баранов Ю.Н. Особенности определения ТМТД в биологическом материале. Судебно-медицинская экспертиза. 2010;53(2):45-49.

37. Шорманов В.К., Чигарёва Е.Н., Маслов С.В., Прониченко Е.И., Гониев С.В. Определение бета-циперметрина при судебно-химическом исследовании биологического материала. //Судебно-медицинская экспертиза. 2011;54(5):37-40.

38. Юлдашев З.А., Бекчанов Х.Н., Шодмонова Д.А. ва бошқ. Циперметрин пестицидини газ-суюқлик хроматографияси усулида таҳлил қилиш// Фармацевтика журнали.- 2005. -№1.-Б.18-19.

39. Юлдашев З.А. Анализ синтетических пиретроидов в лекарственном пастительном сырье стевии методом ВЭЖХ / З.А.Юлдашев, Х.Н.Бекчанов, Д.А.Шодмонова// Фармацевт. журн.-2004.-№ 2.-С. 41-42.

40. Юлдашев, З.А., Шодмонова Д.А. Выделение пестицида циперметрина из промывных вод желудка / З.А.Юлдашев // Гастроэнтерология Санкт-Петербурга.-2003.-№ 2-3.-С.191.

- 41.Юлдашев З.А. Определение циперметрина в биологических жидкостях / З.А.Юлдашев, Д.А.Шадманова // Актуальные проблемы и перспективы развития фармации: I съезд фармацевтов Кыргызской Республики.-Бишкек, 2003.-С. 116-118.
42. Юлдашев З.А. Разработка условий анализа пестицида циперметрина методами тонкослойной хроматографии и УФ-спектрофотометрии / З.А.Юлдашев, Х.Н.Бекчанов, Д.А.Шадманова // Фармацевт. журн.-2004.-№ 3.-С. 40-42.
43. Юлдашев З.А. Химико-токсикологическое исследование синтетических пиретроидов / З.А.Юлдашев, В.А.Попков.-М: Изд-во Моск. ун-та, 2006.-226 с.
- 44.Юлдашев, З.А. Циперметрин пестицидини газ-суюклик хроматографияси усулида тахлил килиш / З.А.Юлдашев, Х.Н.Бекчанов, Д.А.Шодмонова, на бошкалар// Farmatsevtika jourHali.-2005.-№ 5.-Б. 18-19.
45. Ahmad, M. Detection of resistance to pyrethroids in field populations of cotton jassid (Homoptera: Cicadellidae) from Pakistan / M. Ahmad, M:I.Arif, Z.Ahmad // J. econ. Entomol.-1999.-Vol. 92, N 6.-P. 1246-1250.
46. Bravo R., Borr D. B.. E The method of the simultaneous determination many modepH pesticides in whey and plasma shelters people with use the masses-spectrometry high permit. PITTCON-2002 Global Technical Conference and Exposition: Book Abstr. -2002. New Orleans (La).-P. 568.
47. British pharmacopoeia. –L.,1998. P-456.
48. Colume A., Cardenas S., Gallego M. et al. Semiautomatic gas-chromatographic method of the determination remainder pyretroid pesticides in plants./J.Anal. Chim. Acta. -2001. –v. 436, -№1. -P. 153-162.
49. Cross-resistance to alfa-cypermethryn after xanthotoxin ingestion in Helicoverpa zea (Lepidoptera: Noctuidae) / X.Li, A.R.Zangerl, M.A.Schuler, M.R.Berenbaum// J. econEntomol.-2000.-Vol. 93, N 1.-P. 18-25.

50. Dondi M., Flieger M. Study by method HPLC division crysanthem of the acid and its analogue on still phase, founded on tergurids //J. Chromatogr. -1999. - V. 859. -№2. -P.133-142.
51. European pharmacopoeia,-Strusburg, 1997.- P.-122-127.
52. FepHandez-Gutierrez A., Martinez-Vidal J.L. The determination endosulfan and some pyretroids in sample of water by combinations microextraction and is limped-masses-spectrometry//Fresenius J. Anal.Chem. -1998. –V. 360. -N5. -P. 568-572.
53. Godbey S.E., Walther L.A. Gas-chromatographic methods of the determination pyretrins in water sample. // Pittsburgh Conf. Anal. Chem. and Appl. Spectrosc.: PITTCOM'97: Book Abstr. – Atlanta, [La], 1997.- P. 391.
54. Gupta S., Sharma K.K., Handa S.K. The determination fenvaleriat in emulsion concentrated preparation by method IK- spectroscopy. //J. Assoc. Offic. Anal. Chem. -1996. –V. 79. -N6. -P. 1260-1262.
55. Hafes, H.F.H. Isolation and identification- of pyrethroid insecticides-degrading bacteria from soil / H.F.H. Hafes, M.A.O.Al-Mohandes // Ann. Agtr. Sc.-1999,-Vol. 44, N 1.-P. 123-137.
56. Hogenboom A.C., Malmqvist U.K. The quick determination organic microzam in water surrounding ambiences// J. Chromatogr. A. -1997. –V. 759. - N1-2. –p.55-64.
57. Li Jinpei., Fenxi Huaxue. Determination remainder piretrums in tobacco by method to capillary gas chromatography // Anal. Chem. -2001. –V. 29. -N7. -P. 793-795.
58. Li Yongjun, Huang Zhiqiang The determination remainder pyretroid pesticides in tea by methods to gas chromatography and masses-spectrometry..// Fenxi huaxue. Anal. Chem. -2002. –V. 30. -№7. -P.865-868.

59. Matveeva E., Shan Guomin The determinations pyretroids metabolits in urine by method homogeneous fluorimetric, immunology of the analysis. //J. Anal. Chim. acta. -2001.-V. 444. -№ 1. -P.103-117.
60. N. Lee, D. P. McAdam, J. H. Skerritt, Csiro Plant Ind., GPO BOX1600. J. Agric. Food Chem. 46, 520-534 (1998). P-21-22.
61. Pasha, Y. M. Vijayashanka Infest. Cont. And Protec., Cent. Food Technol. Res. Inst. Analyst 118. 777-778 (1993). P-25.
62. Petlick S., Kwok J., Hore P. The comparison to concentrations active pesticides with concentration of the flying organic joining in controlled surrounding ambience when use the designed method of the determination of the subject active pesticides. // The Pittsburgh Conf. Anal. Chem. and Appl. Spectrosc., "Science for 21 st Century": Book Abstr. New Orleans, 2000. –P. 768.
63. Petty J. D. The use of semi-permeable membrane devices as samplers for the determination of pollutants in the ambient air. // The Pittsburgh Conf. Anal. Chem. and Appl. Spectrosc: Book Abstr. New Orleans, -2002. –P. 425-426.
64. Seki Toshihiko, Fujii Seishiro. The General Hospital Corp. Пат. 6288112 США.МПК⁷ Ф61К31/275 №09/444.420 11.08.2001.
65. Sharma K.S. Determination of active ingredients in synthetic pyrethroid formulation by high-performance thin-layer chromatography/densitometry. //JAOAC. -2000. -№ 285. P.1420-1424.
66. Takahashi K., Takimoto Y. Division syntetic pyretroid insecticides by method supercritical fluids to chromatographies on xiral to still phase // Pittsburgh Conf. Anal. Chem. and Appl. Spectrosc.: PITTCON'97: Book Abstr. –Atlanta (Ga), - 1997. P. 167.
67. Tanabe A., Mitobe H. The simultaneous determination pesticides in hard grain of river water.// Bunseki kadaku. -1998. -47. N8. P. 481-489.
68. V. B. Patil, M. S. Shingare Dept. of Chem.// J. of Planar Chromatogr. –1995.- V.8. -P-32.

69. V. B. Patil, M.T. Sevalkar, S. V. Padalikar Reg. Forensic Sci. Lab. Analyst 117, 75-76 (1992). P-34.
70. V. Laabs, W. Amelung, G. Fent, etc. Inst. of Soil Sci. and Soil Geogr. J. Agric. Food Chem. 50 (2002). P-21-22.
71. Watanabe T., Shan G. The development immunology analysis specific pyretroid for class insecticides type I. // J.Anal. Chim. Acta. - 2001. -V. 444. -N1. -P. 119-129.
72. Wenclawiak B. Capillary supercritical fluid chromatography pyretrins and pyretroids with positive gradient of the pressure and negative warm-up gradient//L. Biochem. and Biophys. meth. -2000. -V. 43. -N 1-3. -P.197-207.