

Методические подходы к определению инсектицидных субстанций в микрокапсулированных композициях

Носикова Л. А.^{1,2}, Кочетов А. Н.^{1,3}, Матвеев А. А.³

¹ Российский технологический университет (Институт тонких химических технологий), 119571, Россия, Москва, пр. Вернадского, 86.

² ФГБУН Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина (ИФХЭ) РАН: 119991, Россия, г. Москва, Ленинский пр., 31.

³ ГУП «Московский городской центр дезинфекции» (Испытательный лабораторный центр) 129348, Россия, г. Москва, Ярославское ш., 9. E-mail: kochchem@mail.ru

Рассмотрены методические подходы к определению основных инсектицидных субстанций в микрокапсулированных средствах на основе капсулообразователей природного (липиды) и синтетического (полимеры) происхождения. Предложен возможный вариант на основе метода ГЖХ с использованием оборудования отечественного производства в минимально возможной комплектации и капиллярной аналитической колонки. Проведен анализ в выбранных хроматографических условиях модельных растворов инсектицидов и конкретных микрокапсулированных средств, содержащих перметрин, циперметрин (изомеры), дельтаметрин, лямбдацигалотрин и хлорпирифос. Предложенные условия хроматографирования позволяют осуществлять скрининговые исследования рабочих растворов микрокапсулированных препаратов вплоть до концентраций 0,01–0,005% по действующему веществу для пиретроидных инсектицидов. Отдельно стоит отметить возможность совместного определения в микрокапсулированных средствах всех рассмотренных инсектицидных субстанций, в том числе и близких по полярности циперметрина и лямбдацигалотрина, определявшихся ранее методом ВЭЖХ суммарно.

Ключевые слова: микрокапсулированные средства, инсектицидные субстанции, определение, ГЖХ, дельтаметрин, пест-контроль, действующее вещество.

Введение

Микрокапсулированная форма [1] включения пестицидов в состав композиций является одной из самых успешных с точки зрения удобства использования, стабильности и безопасности, и находит применение для целей медицинской дезинсекции [2–4]. Иногда использование с применением одних и тех же строительных материалов (капсулообразователей) различных технологий инкапсулирования позволяет добиваться разных типов внесения инсектицидов в матрицу строительных блоков с образованием микрокапсул, нанокapsул, микросфер, наносфер, липосом и ниосом, как это принимается в медицинской практике [5].

Микрокапсулированные инсектицидные субстанции зачастую превосходят другие препаративные формы по таким показателям как остаточное действие, слабый запах (подавление репеллентных свойств), низкая токсичность для теплокровных и человека. Лишь высокая стоимость и технологические особенности процесса получения таких форм являются сдерживающими фактора-

ми их более широкого внедрения большинством производителей средств пест-контроля. Ассортимент микрокапсулированных инсектицидных субстанций, включая пиретроидные [6–9], фосфорорганические [6, 10, 11] производные и карбаматы [4], при осуществлении мероприятий в рамках пест-контроля постоянно расширяется.

Современные тенденции развития данного вида препаративной формы указывают на необходимость при разработке рецептур использовать несколько действующих веществ одновременно. Поскольку микрокапсулирование инсектицидной субстанции связано с дополнительными затратами и, как следствие, влечет за собой значительное конечное удорожание препарата, производители, как правило, пытаются включать в состав таких средств высокоактивные субстанции. На примере инсектицидов пиретроидного ряда прослеживается эволюция средств к более активным (дорогостоящим) от перметрина [9] к дельтаметрину [7]. Более того, практический опыт использования микрокапсулированных средств на

объектах, а также в лабораторных экспериментах на рыжих тараканах [12] обнаруживает синергетический эффект от использования смеси микрокапсулированных форм (1:1) на основе хлорпирифоса (фосфорорганический инсектицид) и циперметрина (пиретроидный инсектицид).

В последнее время микрокапсулированные средства с высокоактивными производными пиретроидов как с использованием природных капсулообразователей фосфолипидов [13], так и с привлечением в качестве строительных блоков (капсул) полимерных материалов [7, 8, 10, 11]. Вместе с тем, использование смесевых композиций на основе нескольких инсектицидов ставит новые задачи не только при практическом использовании подобных композиций, но и с точки зрения анализа субстанций, каждая из которых подлежит нормированию.

Ранее была предпринята попытка создать метод контроля, который позволил бы анализировать высокоактивную инсектицидную субстанцию лямбдацигалотрин методами спектрофотометрии и обращенно-фазовой ВЭЖХ (изократический режим элюирования) в присутствии других инсектицидных субстанций [14]. В результате предложен метод отдельного определения инсектицидов разных групп (пиретроид и ФОС), в то время как определение пиретроидных инсектицидов возможно лишь суммарно [14].

Наше исследование направлено на совершенствование существующих методов анализа микрокапсулированных инсектицидных композиций различного состава и выработку общих подходов к проведению пробоподготовки и непосредственно аналитического определения содержания субстанций в коммерческих препаратах и их рабочих растворах.

Материалы и методы.

Для проведения исследований использовали следующие аналитические стандарты: «Перметрин» 99,5 % (ГСО 7715-99, НПК «Блок-1», Россия), «Циперметрин» 96,4% (ГСО 7736-99, НПК «Блок-1», Россия), «Дельтаметрин» 98,1% (ГСО 7500-98, НПК «Блок-1», Россия), «Лямбдацигалотрин» 97,5% (ГСО 7732-99, НПК «Блок-1», Россия), «Хлорпирифос» 99,5% (ГСО 7418-97, НПК «Блок-1», Россия).

Изопропанол (х. ч., ГОСТ 18300-87), хлороформ (х. ч., ТУ 6-09-06-4263), уксусная кислота (х. ч., ГОСТ 61-75), ацетонитрил (для ВЭЖХ, «Panreac», Испания), ацетон (о. с. ч., ТУ 6-09-3513-86), четыреххлористый углерод (х. ч., ГОСТ 20288-74), этанол («J.T.BAIKER® BAKER ANALYZED™», Голландия), вода дистиллирован-

ная (ГОСТ 6709-72) использовались без предварительной очистки.

В процессе работы предварительно готовили концентрированные стандартные растворы анализируемых субстанций в хлороформе с концентрациями 5-10 мг/мл. Разбавлением концентрированных стандартных растворов инсектицидных субстанций изопропанолом до концентраций 0,05-1,00 мг/мл удается получить стабильные рабочие растворы (хранение 3 месяца в холодильнике $T = 2-6^{\circ}\text{C}$). Растворы с более низкими концентрациями готовили непосредственно перед использованием.

В процессе исследования подвергались проверке на содержание действующих веществ оригинальные микрокапсулированные средства, прошедшие обязательную государственную регистрацию и разрешенные к использованию на территории Таможенного союза: «Экстермин-Ц» (ООО НПЦ «Родемос», Россия), «Экстермин-Ф» (ООО НПЦ «Родемос», Россия), «Лекарь мкэ.» (ООО «Алина Нова Проф», Россия), «Микроцин+» (ГУП «Московский городской центр дезинфекции», Россия), дополнительно исследовалась модельная смесь (1:1 по массе) препаратов «Экстермин-Ц» и «Экстермин-Ф». Альтернативно был проанализирован препарат, представляющий собой концентрат эмульсии на водной основе «Таран 10% в. к. э.» (НП ЗАО «Росагросервис», Россия), наиболее близкий к микрокапсулированным средствам по консистенции, и при диспергировании в воде в некоторой степени, являющийся аналогом титульных препаратов.

Дополнительно подвергались хроматографированию растворы субстанций в изопропиловом спирте, а также модельный раствор смеси четырех наиболее часто используемых субстанций.

В методическом сопровождении к препаратам указываются различные способы приготовления растворов средств перед проведением стадии химического анализа. На этом этапе были приготовлены растворы средств в соответствии с методической документацией и, альтернативно, в рамках гармонизации этой стадии дополнительно рассмотрен вариант пробоподготовки, осуществляемой по следующей схеме: навеску микрокапсулированного средства примерно 0,2-0,3 г помещали в колбу с притертой пробкой (взвешивание с точностью до 0,0001 г), добавляли с помощью мерной пипетки необходимое количество растворителя изопропанола до получения концентрации около 10 мг/см³ по препарату, и далее раствор подвергали воздействию ультразвука в течении

Таблица 1

Условия хроматографирования анализируемых растворов

Температура термостата колонки, °С	
Начальная	220 (2 мин)
Программированный нагрев	до 270 со скоростью 10°С/мин
Выдержка при конечной температуре, мин	13
Температура испарителя (инжектора), °С	250
Деление потока в испарителе (инжекторе)	1:80
Температура детектора, °С	280
Давление газаносителя (азот), кПа (psi)	75 (10.9)
Объемный расход водорода, см ³ /мин	20
Объемный расход воздуха, см ³ /мин	200
Объемный расход сбросной, см ³ /мин	100
Объем вводимой пробы, мкл	1
Продолжительность анализа, мин	20 (30)*

* – для анализа продукции, содержащей дельтаметрин

0,3 ч в ультразвуковой установке «Кристалл-2,5» (ОАО «ОКТБ Кристалл», Россия) при комнатной температуре. Полученные таким образом серии растворов (приготовленные в соответствии с методической документацией и альтернативно по представленной выше схеме) подвергались хроматографическому исследованию.

Газохроматографические исследования проводились с использованием аналитического газового хроматографа «Кристалл 5000.2» (ЗАО «Хроматек», Россия), снабженный пламенноионизационным детектором, капиллярной колонкой CR-5 (30 м, внутренний диаметр 0,32 мм, толщина слоя неподвижной фазы 0,5 мкм). Условия хроматографирования представлены ниже в табл. 1.

дополнительно осуществляли пробоподготовку альтернативно по общей схеме, заключающейся в приготовлении растворов средств с концентрацией (10 мг/см³) в изопропиловом спирте и дополнительной обработкой ультразвуком. Получаемые при этом практически не опалесцирующие растворы вводились в испаритель хроматографа без дополнительной очистки (как и в случае с осуществлением процедуры анализа методом ВЭЖХ [14]). Необходимо отметить, что при осуществлении пробоподготовки в соответствии с методической документацией к исследованным микрокапсулированным средствам, ультразвуковая обработка предусмотрена далеко не всегда, кроме того применяются различные

Результаты и их обсуждение.

В отличие от использованных ранее подходов к аналитическому определению микрокапсулированных форм инсектицидов с привлечением методов спектрофотометрии, тонкослойной хроматографии и ВЭЖХ в изократическом режиме [14], предложенный подход к определению методом ГЖХ демонстрирует хорошие возможности детектирования как модельных растворов (рис. 1, 2), так и готовых средств и их композиций (рис. 3-8). При этом ранее при использовании ВЭЖХ, мы также

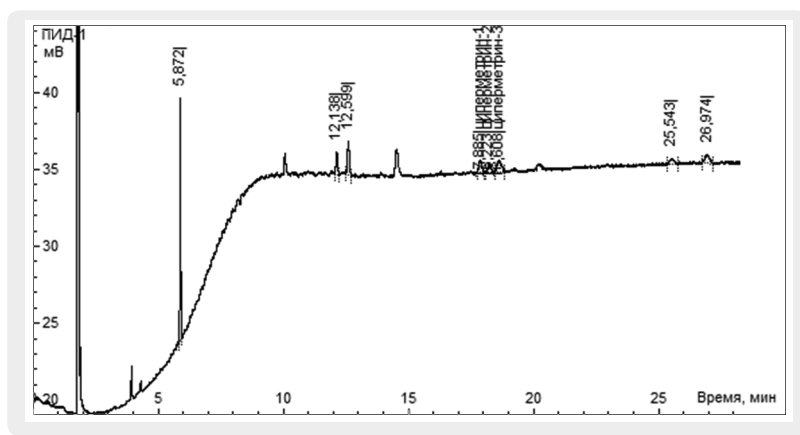


Рис. 1. Хроматограмма модельного раствора смеси инсектицидных соединений: «Хлорпирифос» – 0.200 мг/мл; «Лямбдацигалотрин» – 0.092 мг/мл; «Циперметрин» – 0.200 мг/мл; «Дельтаметрин» – 0.200 мг/мл в изопропиловом спирте.

СРЕДСТВА И ТЕХНОЛОГИИ

растворители (CCl_4 , ацетон, хлороформ, этанол) и ложные многократные схемы экстракции с упариванием на роторном испарителе. В этом случае получаемые анализируемые растворы визуально опалесцировали сильнее по сравнению с растворами приготовленными альтернативным способом. Однако, окончательные результаты хроматографического анализа двух серий этих растворов находились на уровне статистической погрешности, правда был отмечен несколько больший разброс по значениям параллельных определений проб для опалесцирующих растворов, что вполне ожидаемо. Для сокращения общего времени анализа был реализован режим термостата колонки с градиентом по температуре (табл. 1), что позволило существенно сократить общее время анализа при сохранении приемлемых характеристик по разделению и детектированию аналитических сигналов исследованных субстанций.

В предложенных условиях анализа на полученных хроматограммах бросается в глаза присутствие нескольких аналитических сигналов для ряда веществ в случае лямбдацигалотрина, циперметрина, перметрина и дельтаметрина (рис. 1, 2), что приводит, с одной стороны, к усложнению хроматограмм и дополнительным трудностям с выбором опорных значений, а, с другой стороны, дает возможность оценить средство с точки зрения выявления фальсификата при использовании субстанций от различных поставщиков. Подобное сложно себе представить при использовании рутинной практики определения инсектицидов данной группы методом ГЖХ на насадочных колонках. Однако, использование даже самой распространенной и универсальной капиллярной колонки общего назначения (содержащей 5%-фенил- и 95%-метилполисилоксан) при сохранении типа детектирования сигнала (пламенно-ионизационное) открывает новые возможности по общему увеличению эффективности разделения, что приводит к новым возможностям в интерпретации получаемых данных.

Наличие нескольких аналитических сигналов с различной интенсивностью в растворах стандартов (рис. 1, 2) и различных микрокапсулированных средств (рис. 3-8) достаточно просто связать с разделением в условиях хроматографического определения изомерных форм инсектицидных субстанций. Достигнутое ранее подобное разделение для изомерных форм циперметрина методом ВЭЖХ служит отправной точкой в определении содержания *цис*- и *транс*- активных изомерных форм данной субстанции в сырье, продукции и смывах с поверхностей [15]. Однако, наличие другого пиретроидного инсектицида, например, лямбдацигалотрина, делает подобную оценку не возможной и позволяет проводить количественную оценку данных соединений лишь суммарно из-за наложения сигналов [14]. В связи с тем, что в основе метода ГЖХ заложено разделение веществ прежде всего по их летучести нежели по их полярности (как в случае с ВЭЖХ) до-

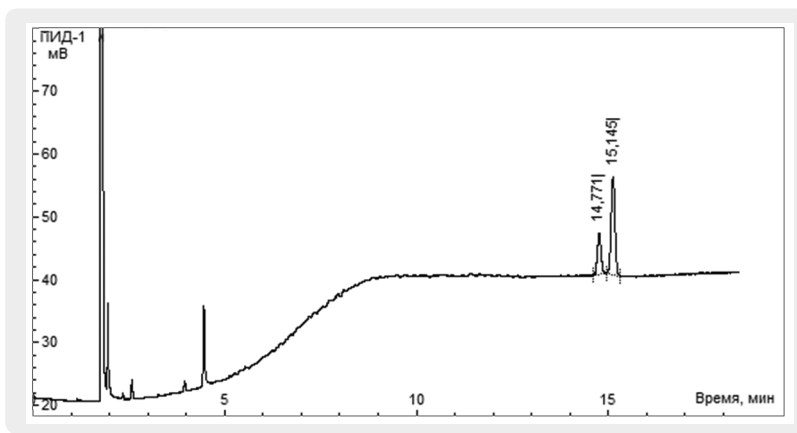


Рис. 2. Хроматограмма стандартного раствора субстанции «Перметрин» – 0.573 мг/мл в изопропиловом спирте.

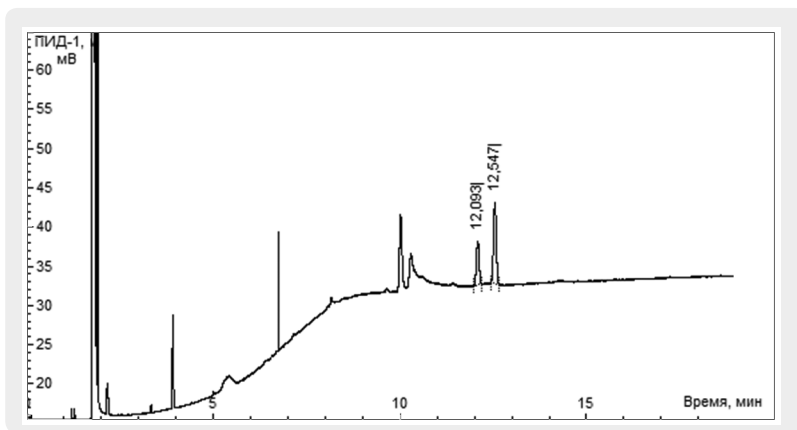


Рис. 3. Хроматограмма раствора микрокапсулированного средства «ЛЕКАРЬ МКЭ.» 0.40 г в 20 мл изопропилового спирта.

Таблица 2

Условия хроматографирования анализируемых растворов

Исследуемое средство / содержание субстанции, %	Концентрация субстанции в анализируемом растворе, %	Рекомендуемая рабочая концентрация растворов средств по субстанции для тараканов (<i>Blattella germanica</i> L.), %	Предел детектирования субстанции, %
«Экстермин-Ц» Циперметрин – 10%	0,10	0,10	0,010
«Экстермин-Ф» Хлорпирифос – 10%	0,10	0,05	0,002
«Лекарь мкэ.» Лямбдацигалотрин – 5.5%	0,11	0,01	0,005
«Микроцин+» Циперметрин – 10%	0,10	0,10	0,010
«Таран 10% в. к. э.» Зетациперметрин – 10%	0,10	0,05	0,010

вольно сложно предсказать какая группа изомеров *цис*- или *транс*- будет обладать большей летучестью. Необходимо иметь в виду и тот факт, что циперметрин – это смесь 8 индивидуальных изомерных форм, полная идентификация которых возможна только при помощи специальных хиральных стационарных фаз [16]. Последнее обстоятельство относится и к остальным пиретроидным субстанциям. Вместе с тем, методом ГЖХ с масселективным детектированием определение изомерных форм циперметрина и перметрина производится путем соотношения получаемых в процессе анализа масс-спектров с библиотечными [17], входящими в поставку современных дорогостоящих хроматографических комплексов. В нашем случае, для субстанции циперметрин идентифицируется больше двух групп изомеров, что делает интерпретацию неоднозначной, но при этом видно, что распределение интенсивностей внутри группы сигналов для разных препаратов и стандарта различно. В отношении дельтаметрина, перметрина и лямбдацигалотрина можно говорить о достижении разделения групп геометрических

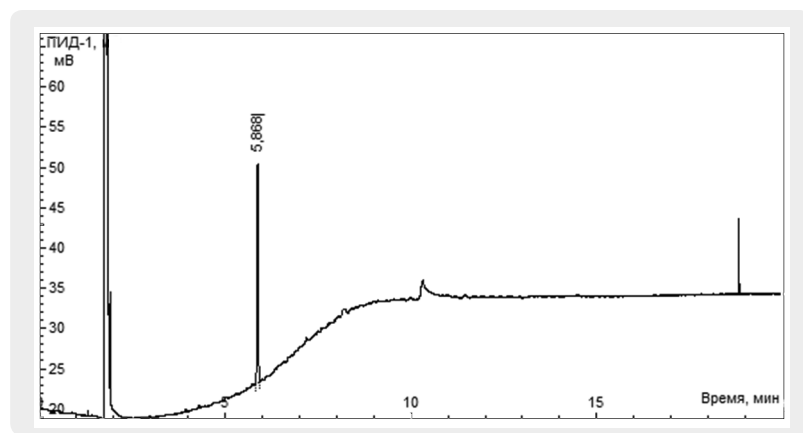


Рис. 4. Хроматограмма раствора микрокапсулированного средства «Экстермин Ф» 0,20 г в 20 мл изопропилового спирта.

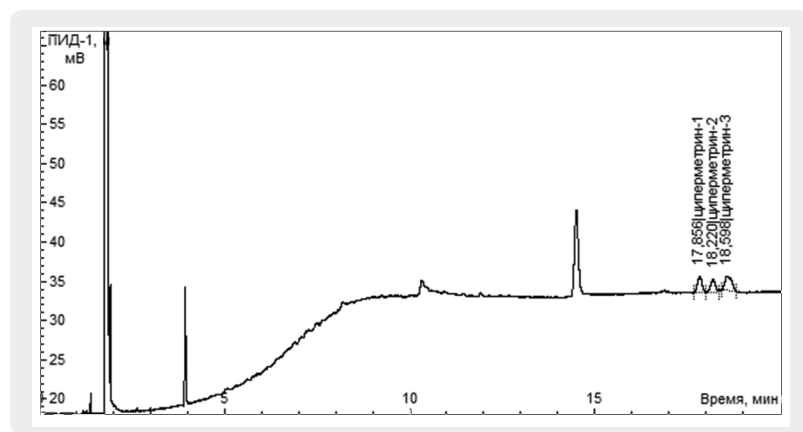


Рис. 5. Хроматограмма раствора микрокапсулированного средства «Экстермин Ц» (капсулообразователь – пищевая добавка E322 соевый лецитин) 0,20 г в 20 мл изопропилового спирта.

СРЕДСТВА И ТЕХНОЛОГИИ

изомеров данных пестицидов (рис. 1-3) без отнесения их к определенному типу (*цис*-/*транс*-). В приведенных условиях хроматографирования, получены следующие значения времен удерживания для субстанций: 5,9 мин (хлорпирифос), 12,1 и 12,6 мин (лямдацигалотрин), 14,8 и 15,1 мин (перметрин), 17,9 18,2 и 18,8 мин (циперметрин), 25,5 и 27,0 мин (дельтаметрин). Таким образом, детектированию данных производных наложение сигналов не мешает.

Фиксация на хроматограммах и далее, условно нами отнесенных к геометрическим изомерам пиретроидов, приводит к неопределенности по нормировке относительно стандартного образца. К сожалению, в паспортах на стандартные образцы (ГСО, СОП) не указывается изомерный состав субстанций, что приводит к нескольким вариантам обработки сигналов: можно рассматривать сигнал с максимальной интенсивностью/площадью, сумму площадей пиков с введением весового вклада максимального сигнала или же обрабатывать сумму всех аналитических сигналов. Мы использовали последние основываясь на том обстоятельстве, что субстанции различных производителей могут быть синтезированы/выделены различными маршрутами, а значит и изомерный состав может сильно варьироваться, привнося значительную ошибку за счет использования других методик обработки и сопоставления аналитических сигналов стандартного образца пусть и метрологически значимого на территории РФ, но с не аттестованным изомерным составом.

Анализ групп аналитических сигналов изомерных форм циперметрина, позволяет провести идентификацию конкретной партии продукции, за счет сравнения с хроматограммами эталонных партий выпущенной продукции (при наличии таких единиц хранения на производстве/органе по сертификации) или пробами субстанций, использовавшихся для изготовления. Так же появляется возможность выявить замену более дорогого сы-

рья (зетациперметрин, альфациперметрин) более дешевым (циперметрин) в случае фальсификации продукции или введения в заблуждение потребителей официальным производителем инсектицидных средств. Факт подмены можно установить, как по количеству групп аналитических сигналов для субстанции циперметрин (не больше двух в случае альфациперметрина), так и по изменению интенсивностей сигналов внутри группы при использовании сырья отличного от принятого эталонного.

Проведенные исследования показали возможность идентификации микрокапсулированных препаратов, различающихся использованием строительных блоков капсулообразователей на основе природных фосфолипидов: яичных (рис. 7) и очищенного соевого лецитина (рис. 5). Идентификация возможна за счет наличия допол-

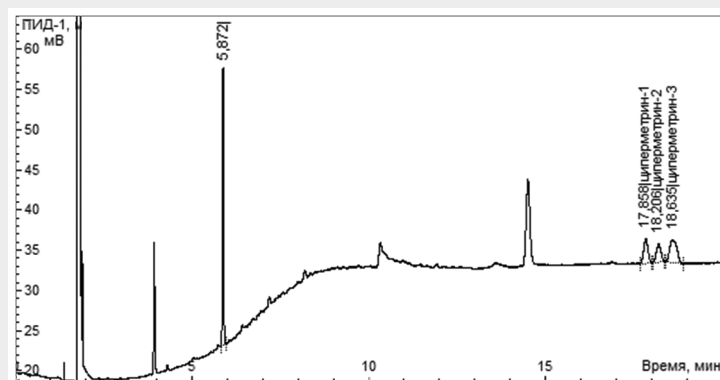


Рис. 6. Хроматограмма раствора смеси микрокапсулированных средств (1:1 по массе) «Экстермин Ц» и «Экстермин Ф» 0,40 г в 20 мл изопропилового спирта.

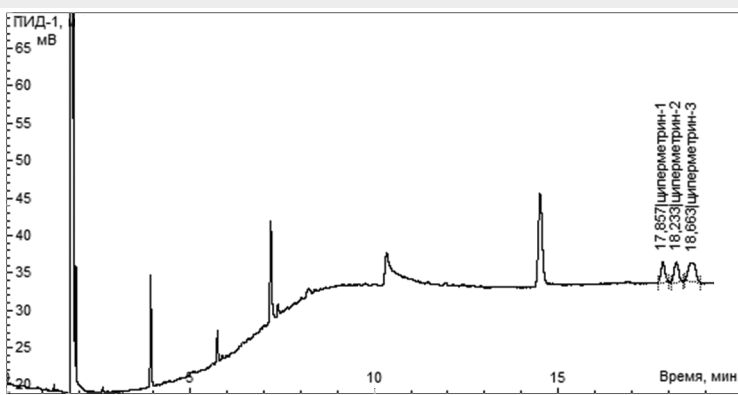


Рис. 7. Хроматограмма раствора микрокапсулированного средства «Микроцин+» (капсулообразователь – яичные липиды) 0,30 г в 30 мл изопропилового спирта.

нительных групп сигналов с временем удерживания 5,5-8,5 мин (рис. 7) для многокомпонентной фракции яичных липидов по сравнению с очищенной и стандартизованной пищевой добавкой E322, получаемой из соевого сырья.

Исходя из установленных режимов хроматографирования следует рекомендовать осуществлять пробоподготовку готовых микрокапсулированных средств с тем расчетом, чтобы проводить анализ препаратов с концентрациями близкими к 0,1% по действующему веществу(ам). Однако, при этом, чувствительности прибора достаточно для корректной идентификации и обработки аналитических сигналов исследованных субстанций (табл. 2) и для более разбавленных растворов (для рабочих растворов и, условно, смывов) вплоть до концентраций 0,005% для пиретроидных инсектицидов (0,01% для циперметрина и дельтаметрина) и 0,002% для хлорпирифоса, что ниже в среднем в 2-25 раз рекомендованных для обработки значений рабочих растворов средств. Гораздо большую чувствительность могло бы дать использование другого типа детектора (масс-спектрометрического или электроннозахватного) или же принципиально другого метода ВЭЖХ в обращено-фазовом варианте с флуориметрическим детектированием, однако эти решения подходят скорее для анализа смывов с поверхностей в виду существенно более высоких затрат на приобретение оборудования, разрешение на установку, стоимости расходных материалов и сервисного обслуживания, чем для осуществления рутинных исследований продукции.

Заключение.

В работе были рассмотрены методические подходы к определению инсектицидных субстанций в готовых микрокапсулированных средствах, смеси готовых препаративных форм, растворов аналитических стандартов на основе пиретроидных инсектицидов (лямбдацигалотрин, перметрин, циперметрин, зетациперметрин, дельтаметрин) и фосфорсодержащей (хлорпирифос) инсектицидных субстанций. Предложены условия проведения хроматографического определения методом ГЖХ и осуществлено сравнение двух вариантов проведения стадии пробоподготовки: альтернативного (дополнительная обработка ультразвуком анализируемого

раствора средства) с ранее предложенными вариантами пробоподготовки при анализе микрокапсулированных препаратов. Установлено содержание совместно всех исследованных субстанций с уровнями чувствительности достаточными для анализа субстанций при получении микрокапсулированных средств: самих инкапсулированных как существующих препаратов, так и тех, что будут созданы в будущем, премиксов и технологических концентратов для производства продукции, а также рабочих растворов готовых препаративных форм в достаточно широком диапазоне концентраций. Применение предложенного сочетания режимов проведения пробоподготовки и аналитического определения позволило подтвердить заявляемые в нормативно-технической документации значения содержания действующих инсектицидных субстанций в проанализированных средствах.

Список использованной литературы References

1. Елиневская Л. С. Современные препаративные формы пестицидов // Защита и карантин растений. 2005. № 8. С. 34 – 38. [Elinevskaya L. S. Modern formulation forms of pesticides // Plant protection and quarantine (ISSN 1026-8634). 2005 (8): 34 – 38] [In Russian].
2. Рославцева С. А. Микрокапсулированные инсектициды для борьбы с вредными насекомыми // Рэт-инфо. 1993. №6. С. 2–5. [Roslavtseva S. A. Microencapsulated insecticides to control insect pests // Rat-info (ISSN 0202-3482). 1993 (6): 2 – 5] [In Russian].
3. Баканова Е. Н. Современные препаративные формы инсектоакарицидов и некоторые аспекты их использования // Дезинфекционное дело.

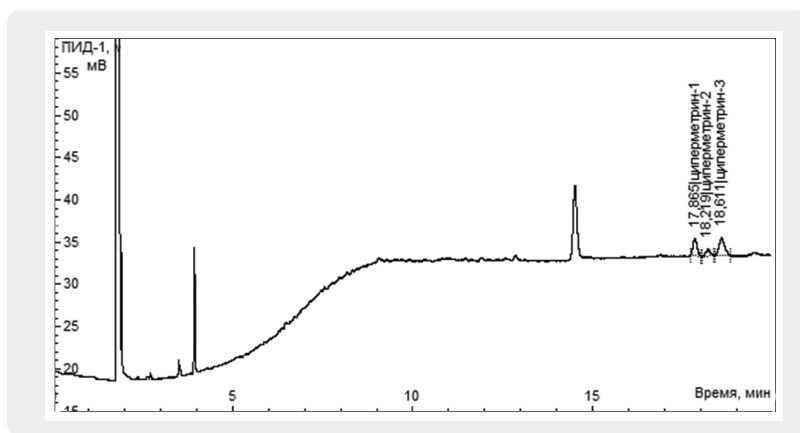


Рис. 8. Хроматограмма раствора средства «Таран 10% в. к. э.» (концентрат эмульсия на водной основе) 0,20 г в 20 мл изопропилового спирта (действующее вещество – зетациперметрин).

2004. № 4. С. 57 – 63. [Bakanova E. N. Modern formulations of insecticides and some aspects of their use // Disinfection affairs (ISSN 2076-457X). 2004 (4): 57 – 63] [In Russian].

4. Костина М. Н. Микрокапсулированные инсектициды и перспективы их применения // Дезинфекционное дело. 2013. № 1. С. 35–37. [Kostina M. N. Microencapsulated insecticides and prospects of their application // Disinfection affairs (ISSN 2076-457X). 2013 (1): 35 – 37] [In Russian].

5. Кролевец А. А., Тырсин Ю. А., Быковская Е. Е. Применение нано- и микрокапсулирования в фармацевтике и пищевой промышленности. Часть 2. Характеристика инкапсулирования // Вестник РАЕН. Медицина. 2013. №1. С. 77–84. [Krolevets A. A., Tyrsin J. A., Bykovskaya E. E. The use of nano- and microincapsulation in the pharmaceutical and food industry. Part 2. Characterization of incapsulation // Journal of the Academy of natural Sciences. Medicine (ISSN 1682–1696). 2013 (1): 77 – 84] [In Russian].

6. Шестаков К. А., Кочетов А. Н., Войчишина Д. В. Современные микрокапсулированные инсектицидные средства «Микроцин+» и «Микрофос+»: основные характеристики и опыт применения // Дезинфекционное дело. 2009. №2. С. 58 – 59. [Shestakov K. A., Kochetov A. N., Vojchishina D. V. Modern microencapsulated insecticidal agents "Microcyn+" and "Microfos+": main features and application experience // Disinfection affairs (ISSN 2076-457X). 2009 (2): 58 – 59] [In Russian].

7. Костина М. Н., Мальцева М. М., Новикова Э. А., Лопатина Ю. В. Новое микрокапсулированное средство «Дельта зона м.к.» с широким спектром действия // Пест-менеджмент. 2010. №2. С. 45 – 49. [Kostina M. N., Mal'tseva M. M., Novikova E. A., Lopatina Yu. V. New microencapsulated means «Delta area M. K.» wide spectrum of activity // Pest management (ISSN 2076-8462). 2010 (2): 45 – 49.] [In Russian].

8. Еремина О. Ю., Лопатина Ю. В., Костина М. Н. «Лямбда Зона м.к.» – высоко активный микрокапсулированный инсектоакарицидный препарат с широким спектром действия // Пест-менеджмент. 2012. №4. С. 33 – 39. [Eremina O. Yu., Lopatina Yu. V., Kostina M. N. «Lambda Zone MK» – a highly active microencapsulated insecticidal drug with a wide spectrum of action // Pest management (ISSN 2076-8462). 2012 (4): 33 – 39.] [In Russian].

9. Леви М. И., Богданова Е. Н., Шестаков К. А. Эффективность «Микроприма» (микрокапсулированный перметрин) по отношению к насекомым, имеющим медицинское значение // Дезинфекционное дело. 1993. №2-3. С. 52 – 54. [Levi M. I., Bogdanova E. N., Shestakov K. A. Efficacy

of «Microprim» (microcapsulated permethrin) in relation to insects of medical importance // Disinfection affairs (ISSN 2076-457X). 1993 (2-3): 52 – 54] [In Russian].

10. Костина М. Н., Мальцева М. М., Новикова Э. А., Алешо Н. А. «Ксулат С25» – новый высокоэффективный инсектицид для профессионального применения // Пест-менеджмент. 2010. №3. С. 36 – 39. [Kostina M.N., Mal'tseva M. M., Novikova E. A., Alesho N. A. «Ksulat C25» – a new highly effective insecticide for professional use // Pest management (ISSN 2076-8462). 2010 (3): 36 – 39.] [In Russian].

11. Костина М. Н., Мальцева М. М., Алешо Н. А. Микрокапсулированная водная суспензия на основе хлорпирифоса с широким спектром действия // Дезинфекционное дело. 2011. №4. С. 48 – 52. [Kostina M. N., Mal'tseva M. M., Alesho N. A. Water suspension of microencapsulated chlorpyrifos with a broad spectrum of action // Disinfection affairs (ISSN 2076-457X). 2011 (4): 48 – 52] [In Russian].

12. Шестаков К. А., Расницын С. П. Эффективность композиции циперметрина и хлорпирифоса, микрокапсулированных в липосомы, против рыжих тараканов // Дезинфекционное дело. 2005. №4. С. 51 – 52. [Shestakov K. A., Rasnitsyn S. P. Efficiency of the composition of cypermethrin and chlorpyrifos microencapsulated in liposomes against red cockroaches // Disinfection affairs (ISSN 2076-457X). 2005 (4): 51 – 52] [In Russian].

13. Шестаков К. А., Авруцкий М. М., Кочетов А. Н., Войчишина Д. В., Денисенко В. И. Инсектицидная композиция: пат. 2436300 Рос. Федерация. № 2010126516/13, заявл. 29.06.2010; опубл. 22.12.2011, Бюл. №35. 7 с. [12. Shestakov K. A., Avruckij M. M., Kochetov A. N., Vojchishina D. V., Denisenko V. I. Insecticide composition: pat. 2436300 Russian Federation. (Pat. Rus. № 2010126516/13. 29.06.2010, publ. 22.12.2011, Bull. № 35. 7 p] [In Russian].

14. Носикова Л. А., Кочетов А. Н. Возможности определения лямбдацигалотрина в микрокапсулированных инсектицидных композициях // Тонкие химические технологии. 2016. Т. 11. №1. С. 45 – 52. [Novikova L. A., Kochetov A. N. Possibility of determination of lambda-cyhalothrin in a microencapsulated insecticidal compositions // Fine chemical technology (ISSN 2410-6593). 2016 11(1): 45 – 52] [In Russian].

15. Носикова Л. А., Кочетов А. Н. Установление изомерного состава инсектицидной субстанции циперметрин методом обращенно-фазовой ВЭЖХ // Тонкие химические технологии. 2017.

T.12. №1. С. 76 – 82. [Nosikova L. A., Kochetov A. N. The establishment of the isomeric composition of the substance cypermethrin insecticide by the method of reversed-phase HPLC // Fine chemical technology (ISSN 2410-6593). 2017 12(1): 76 – 82] [In Russian].

16. Носикова Л. А., Кочетов А. Н. Возможности установления изомерного состава действующих веществ в инсектицидных композициях // Дезинфекционное дело. 2016. №1. С. 44–56. [Nosikova L. A., Kochetov A. N. Possibilities of establishment of isomeric composition of active ingredients in insecticidal compositions // Disinfection affairs (ISSN 2076-457X). 2016 (1): 44 – 56] [In Russian].

17. Амелин В. Г., Лаврухин Д. К., Третьяков А. В. Сочетание метода QuEChERS и дисперсионной жидкостно-жидкостной микроэкстракции при идентификации и определении пестицидов различных классов в пищевых продуктах методами газожидкостной хроматографии // Журнал Аналитической химии. 2013. Т.68. №10. С. 1007 – 1019. [Amelin V. G., Lavrukhin D. K., Tret'yakov A. V. Combination of the quick, easy, cheap, effective, rugged, and safe (QuEChERS) method and dispersive liquid-liquid microextraction in the identification and determination of pesticides from various classes in food products by gas-liquid chromatography // Journal of Analytical Chemistry (ISSN 1061-9348). 2013 68(10): 912 – 923] [In English].

Methodical approaches to determination of insecticidal substances in microencapsulated compositions

Nosikova L. A., Kochetov A. N., Matveev A. A.

Nosikova L. A., Ph.D. (Chemistry), senior researcher A.N. Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry of the Russian Academy of Sciences (IPCE RAS), (31, Leninsky Pr, Moscow, 119991, Russia); associate professor M. V. Lomonosov Institute of Fine Chemical Technologies, Russia Technological University (86, Vernadskogo Pr., Moscow, 119571, Russia), E-mail: nosikova_lyubov@mail.ru., ResearcherID 679715.

Kochetov A. N., Ph.D. (Chemistry), Head of chemical laboratory Moscow City Center for Disinfection, (9, Yaroslavskoye highway, Moscow, 129337, Russia); M.V. Lomonosov Institute of Fine Chemical Technologies, Russia Technological University (86, Vernadskogo Pr., Moscow, 119571, Russia), E-mail: kochchem@mail.ru., ResearcherID: 213376.

Matveev A. A., Head of laboratory of biocontrol Moscow City Center for Disinfection, (9, Yaroslavskoye highway, Moscow, 129337, Russia).

The methodical approaches to the determination of the main insecticidal substances in microencapsulated agents based on natural (lipids) and synthetic (polymers) capsule formers are considered. A possible option based on the method of GC (flame ionization detection) using trivial equipment of domestic production and capillary analytical column is proposed. The analysis in the selected chromatographic conditions as model solutions of insecticides, and specific microencapsulated products containing permethrin, cypermethrin (isomers), deltamethrin, lambda-cyhalothrin and chlorpyrifos. The proposed conditions of chromatography make it possible to carry out screening studies of working solutions of microencapsulated preparations up to concentrations of 0.01–0.005% for the active substance for pyrethroid insecticides. We should also mention the possibility of a joint definition of microencapsulated in the media all the insecticidal substances, including those close in polarity to cypermethrin and lambda-cyhalothrin, previously determined by HPLC method in total.

Keywords: microencapsulated agents, insecticidal substances, determination, GC, deltamethrin, «pest control», active substance.