

ВОЗМОЖНОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЛЯМБДА-ЦИГАЛОТРИНА В МИКРОКАПСУЛИРОВАННЫХ ИНСЕКТИЦИДНЫХ КОМПОЗИЦИЯХ

Л.А. Носикова¹, доцент, А.Н. Кочетов^{2,*}, химик-аналитик

¹Московский технологический университет (Институт тонких химических технологий),
Кафедра химии и технологии редких и рассеянных элементов,
наноразмерных и композиционных материалов им. К.А. Большакова,
Москва, 119571 Россия

²Испытательная аналитическая лаборатория ЗАО «МЕТТЭМ-Технологии»,
Балашиха, 143900 Россия

* Автор для переписки, e-mail: kochchem@mail.ru

Рассмотрены методы определения в модельных инсектицидных микрокапсулированных средствах титульного соединения, а так же возможность проведения анализа в смесях с другими инкапсулированными средствами на основе пиретроидных (циперметрин, дельтаметрин, тетраметрин, перметрин, фенотрин, трансфлутрин) и фосфорсодержащей (хлорпирифос) инсектицидных субстанций. Адаптированы условия проведения непосредственно аналитического определения и стадии пробоподготовки, с ранее приведенными методами. Реализовано установление содержания лямбдацигалотрина совместно с циперметрином в микрокапсулированных композициях спектрофотометрическим методом, учитывающим поглощение микропримесей технических субстанций и строительных блоков микрокапсул (фосфолипидов). Методом ОФ ВЭЖХ показана возможность раздельного определения лямбдацигалотрина и ряда пиретроидов (за исключением циперметрина), а так же хлорпирифоса, в гипотетических композициях при совместном инкапсулировании с целью получения высокоактивных инсектицидных препаратов, позволяющих преодолевать резистентность насекомым к ряду малоактивных веществ.

Ключевые слова: лямбда-цигалотрин, инсектициды, микрокапсулы, спектрофотометрия, дельтаметрин, циперметрин, перметрин, хлорпирифос, определение, ОФ ВЭЖХ, «pest control».

DETERMINATION OF LAMBDA-CYHALOTHRINE IN MICRO-INCAPSULATED INSECTICIDAL COMPOSITIONS

L.A. Nosikova¹, A.N. Kochetov^{2,*}

¹Moscow Technological University (Institute of Fine Chemical Technologies),
Moscow, 119571 Russia

²«METTEM-Technology», Balashikha, 143900 Russia

* Corresponding author e-mail: vorfolomeeva.e.v@yandex.ru

The determination of the title compound in the model microencapsulated insecticidal tools is considered, as well as the ability to conduct analysis in mixtures with other encapsulated means on the basis of a pyrethroid (cypermethrin, deltamethrin, tetramethrin, permethrin, phenothrin, transfluthrin) and phosphorus-containing derived insecticidal substances (chlorpyrifos). The conditions of direct analytical determination and the stage of sample preparation with the previously described methods are adapted. The content of lambda-cyhalothrin together with cypermethrin in microencapsulated compositions is determined by spectrophotometric method taking into account the absorption of trace contaminants – technical substances and building blocks of microcapsules (phospholipids). RP HPLC method shows the possibility of separate determination of lambda-cyhalothrin and several pyrethroids (except for cypermethrin), and chlorpyrifos, in the hypothetical compositions in a joint encapsulating order to obtain a highly active insecticide that enable overcoming the resistance of insects to a number of inactive substances.

Keywords: lambda-cyhalothrin, insecticid, microcapsules, deltamethrin, cypermethrin, permethrin, chlorpyrifos, determination, UV, RP HPLC, «pest control».

Микрокапсулированная форма [1] включения пестицидов в состав композиций является одной из самых успешных с точки зрения удобства использования, стабильности и безопасности, что находит применение для целей медицинской дезинсекции [2–4].

Ассортимент инкапсулированных инсектицидных субстанций, использующихся для осуществления мероприятий в рамках «pest control», постоянно расширяется, включая пиретроидные [5–8], фосфорорганические [5, 9, 10] производные и карбаматы [4]. 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 факторами к более широкому их внедрению в производство большинством производителей средств для «pest control».

Поскольку при непрерывном использовании инсектицидных субстанций со временем формируются резистентные (устойчивые) популяции насекомых к определенным действующим веществам (активным ингредиентам) инсектицидных средств, необходимо рассматривать возможность комбинирования нескольких веществ различных классов или использования заведомо более активных производных. Например, было рекомендовано использовать смесь микрокапсулированных форм (1:1) на основе хлорпирифоса (фосфорсодержащий инсектицид) и циперметрина (пиретроидный инсектицид), поскольку композиция с таким соотношением демонстрирует синергетический эффект при тестировании на рыжих тараканах [11]. В дру-

гих случаях производители средств предлагают более активные инкапсулированные субстанции, например, на основе таких мощных инсектицидов пиретроидного ряда как дельтаметрин [6] и лямбда-цигалотрин [7]. Однако получение микрокапсулированного препарата с высокоактивной пиретроидной субстанцией в качестве действующего вещества в концентрациях, превышающих 5%, представляет серьезную проблему в случае конструирования оболочки микрокапсул из наиболее экологичных и безопасных материалов природного происхождения на основе фосфолипидов (липосом). Недавно был предложен способ получения композиций, который позволяет включать в состав одновременно циперметрин и лямбда-цигалотрин с существенным преобладанием последнего [12], что привело к необходимости контроля содержания исходных субстанций в тестовых микрокапсулированных композициях. При этом роль уступающего по биологической активности циперметрина сводится к стабилизации инкапсулирования более активного пиретроидного инсектицида лямбда-цигалотрина.

Результаты и их обсуждение

Ранее был предложен спектрофотометрический метод определения микрокапсулированного в липосомы циперметрина с содержанием действующего вещества 10% [13]. Используя этот подход в качестве базисного, мы попытались адаптировать данный удобный и экспрессный метод, не требующий сложного хроматографического оборудования, для совместного определения инкапсулированных циперметрина и лямбда-цигалотрина. Спектры поглощения циперметрина и лямбда-цигалотрина (растворы приготовлены из ГСО) представлены на рис. 1 (•, б/м).

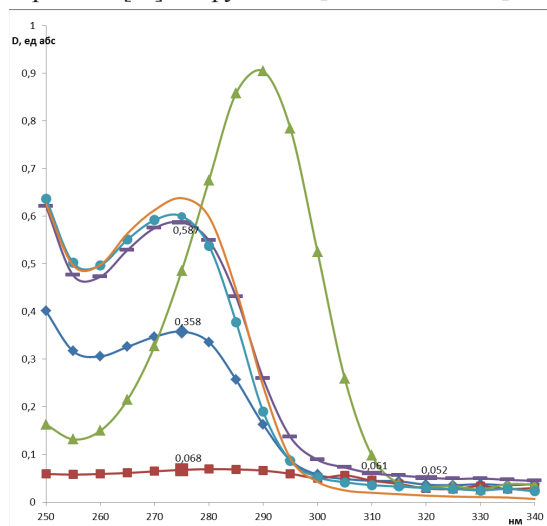


Рис. 1. Оптические спектры в УФ-области (250–340 нм) растворов:

- ◆ – элюат (5 мл) основного компонента после ТСХ-разделения (R_f 0.6–0.8) технического лямбда-цигалотрина;
- – элюат (5 мл) микропримесей после ТСХ-разделения (R_f 0.1–0.5) технического лямбда-цигалотрина;
- – 0.127 мг/мл раствор циперметрина в изопропанол, приготовленный из ГСО;
- – 0.13% раствор по препарату (0.013% по сумме пиретроидов) модельной микрокапсулированной композиции смеси лямбда-цигалотрин – циперметрин (8:2) в изопропанол;
- ▲ – 0.057 мг/мл раствор хлорпирифоса в изопропанол, приготовленный из ГСО;
- б/м – 0.159 мг/мл раствор лямбда-цигалотрина в изопропанол, приготовленный из ГСО.

Для установления влияния примесей на спектрофотометрическое определение субстанции/препарата, лямбда-цигалотрин был подвергнут исследованию с использованием предварительного разделения на пластинах «Sorbfil». Проверенные нами системы элюентов для планарной хроматографии (табл. 1) позволяют рекомендовать для разделения примесей и основного компонента систему гексан–хлороформ (4 : 1). При этом спектрофотометрирование спиртовых элюатов пятен с пластин основного компонента (R_f 0.6–0.8) и

примесных фаз (R_f 0.1–0.5 суммарно), проведенное по общей схеме [14], демонстрирует (рис. 1) спектр, близкий к циперметрину, и согласуется с ранее полученными спектральными данными [13, 15, 16]. Другие элюирующие системы, предложенные для анализа фосфорсодержащих инсектицидов [17, с. 55] и циперметрина [17, с. 61] на пластинах «Силуфол», не обеспечивают разделение технического препарата лямбда-цигалотрин на компоненты при использовании пластин «Sorbfil».

Таблица 1. Элюирующие системы и значения R_f для ТСХ лямбда-цигалотрина и циперметрина

Соединение	Система	R_f
Лямбда-цигалотрин*	$\text{CHCl}_3 - \text{CCl}_4$ (2:1)	1.0
	$\text{CHCl}_3 - \text{CCl}_4$ (1:1)	1.0
	CCl_4	1.0
	Гексан	0
	Гексан – ацетон (4:1)	1.0 0.95
	Гексан – CHCl_3 (4:1)	0.6–0.8 (осн. комп.) 0.4–0.5 (прим. фаза) 0.3–0.4 (прим. фаза) 0.1–0.2 (прим. фаза)
Циперметрин**	$\text{CHCl}_3 - \text{CCl}_4$ (1:1)	0.5 [14]
	Гексан – ацетон (4:1)	0.44 [17, с. 61]
Дельтаметрин**	Гексан – ацетон (4:1)	0.44 [17, с. 61]
	$\text{CHCl}_3 - \text{CCl}_4$ (1:1)	0.76

* для пластин «Sorbfil»

** для пластин «Силуфол»

Необходимо заметить, что данные, полученные методом ОФ ВЭЖХ – отношение содержания микропримесей в стандартном растворе (из ГСО) лямбда-цигалотрина (пики № 1–3, рис. 2а) к содержанию основного компонента (пик № 5) составляет 18:82, что практически совпадает с результатами раздельного спектрофотометрического определения технической субстанции индийского производства, с заявленным содержанием основного компонента не менее 98%: исходя из спектральных данных при 275 нм соотношение примесь/основной компонент составляет 16:84 (0.068:0.358, см. рис. 1). Используя концентрационные характеристики и значение молярного поглощения при 275 нм, содержание лямбда-цигалотрина в технической субстанции (X, %) рассчитывали по формуле (1):

$$X = \frac{D^{275} \cdot M_{\text{м}} \cdot 0.050 \cdot 0.005 \cdot 100\%}{m \cdot 0.0006 \cdot \varepsilon^{275}} \quad (1)$$

где:

D^{275} – оптическая плотность анализируемого экстракта основной фракции (R_f 0.6–0.8) при 275 нм;
 $M_{\text{м}}$ – молекулярная масса лямбда-цигалотрина (499.9 г/моль);

0.050 – объем (хлороформа), в котором растворена навеска средства, л;

m – масса навески пробы средства, г;

ε^{275} – значение молярного коэффициента поглощения (2000 л/(моль·см) для лямбда-цигалотрина (при 275 нм) [14]);

0.005 – объем раствора (этанола), которым пятно элюируется с пластины, л;

0.0006 – объем базового раствора (хлороформа), который наносится на пластину, л.

В условиях анализа ($D^{275} = 0.378$; $m = 0.0377$ г; рис. 1(♦)) установленное содержание лямбда-цигалотрина в техническом препарате близко к определенному с помощью ОФ ВЭЖХ (табл. 2).

Исходя из литературных данных относительно спектральных характеристик гомологов пиретроидного ряда: лямбда-цигалотрина ($\lambda_{\text{max}} = 275$ нм, $\varepsilon^{275} = 2000$ л/(моль·см) [14]) и циперметрина ($\lambda_{\text{max}} = 277$ нм, $\varepsilon^{277} = 1960$ л/(моль·см) [14, 16] и $\lambda_{\text{max}} = 280$ нм, $\varepsilon^{280} = 1790$ л/(моль·см) [15]) в спирте, а также собственных измерений (рис. 1), очевидна близость их спектральных параметров. Тогда общую методику анализа модельной микрокапсулированной композиции можно скорректировать, исходя из аддитивных вкладов коэффициентов молярного поглощения лямбда-цига-

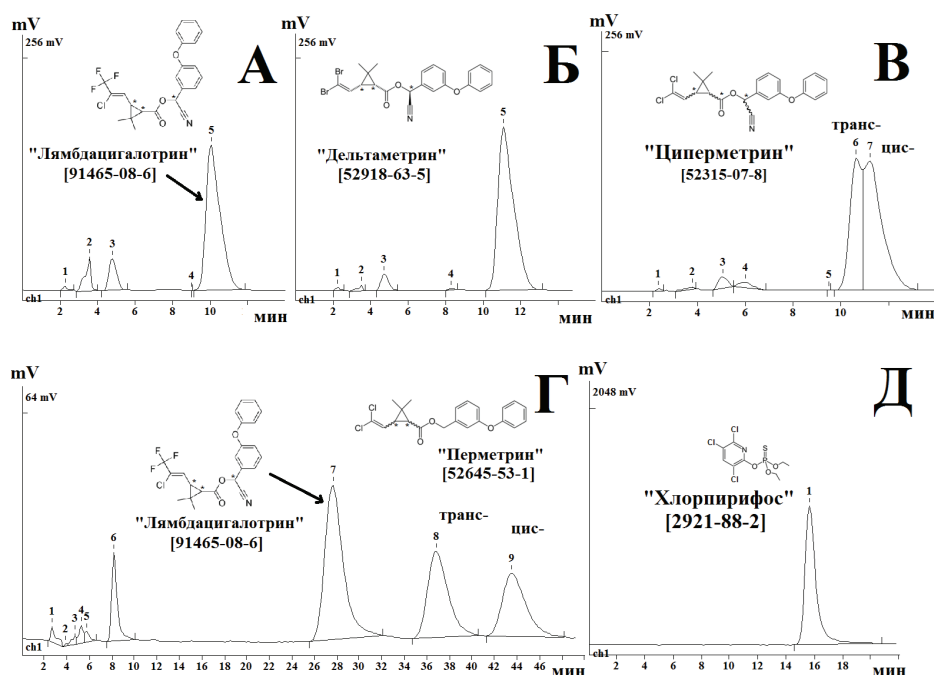


Рис. 2. Хроматограммы модельных растворов пиретроидных инсектицидов: 0.99 мг/мл «Лямбда-цигалотрин», приготовленный из ГСО (А); 0.99 мг/мл «Дельтаметрин» (из ГСО) (Б); 0.96 мг/мл «Циперметрин» (из ГСО) (В). Система $\text{CH}_3\text{CN} - \text{H}_2\text{O} - \text{CH}_3\text{COOH}$ (80 : 20 : 1), 0.5 мл/мин, $\lambda = 280$ нм. Смесь синтетических пиретроидов «Лямбда-цигалотрин» – 0.49 мг/мл и «Перметрин» – 0.48 мг/мл (из ГСО) (Г); 0.99 мг/мл «Хлорпирифос» (из ГСО) (Д). Система $\text{CH}_3\text{CN} - \text{H}_2\text{O} - \text{CH}_3\text{COOH}$ (70 : 30 : 0.5), 0.5 мл/мин, $\lambda = 280$ нм.

Таблица 2. Результаты определения содержания лямбда-цигалотрина в техническом препарате и в модельной инсектицидной композиции в присутствии циперметрина

Инсектицидная композиция	Введено	Найдено	Метод
Лямбда-цигалотрин техническая субстанция (Индия)	Минимум 98	99.2±0.4% 98.9±2.0%	ОФ ВЭЖХ ТСХ+СФ
Модельное микрокапсулированное средство: лямбда-цигалотрин – циперметрин (8:2)	10.0±0.2%	9.5±0.2%	СФ

лотрина и циперметрина, с соотношением компонентов, равным 8:2, при 275 нм:

$$\varepsilon^{\Sigma 275} = (0.8 \cdot \varepsilon^{\text{лямбда}}) + (0.2 \cdot \varepsilon^{\text{ципер}}) \quad (2)$$

где

$\varepsilon^{\text{лямбда}}$ – значение молярного коэффициента поглощения (2000 л/(моль·см) для лямбда-цигалотрина (275 нм) [14]);

$\varepsilon^{\text{ципер}}$ – значение молярного коэффициента поглощения циперметрина (275 нм), вычисленное как среднее арифметическое для серии трех растворов, приготовленных из ГСО (1920 л/(моль·см)).

Поскольку при разбавлении спиртами липосомальные формы инсектицидных препаратов разрушаются [17, с. 70], то в процессе анализа необходимо учесть, помимо поглощения микропримесей пире-

троидного инсектицида, дополнительно поглощение суммарных яичных липидов в выбранной области. Ранее это успешно было решено при анализе циперметрина введением корректирующей поправки, учитывающей суммарное содержание примесных форм (измерение оптической плотности при 310 и 320 нм) [13]. Подобная компенсационная поправка также вводилась и при анализе других дезинфекционных композиций [18]. С учетом вышеизложенного, общая методика анализа для модельной микрокапсулированной композиции примет вид, представленный в Экспериментальной части. Расчет суммарного содержания пиретроидных инсектицидов осуществляют по формуле (3):

$$X = \frac{[D^{275} - (D^{310} + 3 \cdot (D^{310} - D^{320}))] \cdot M_{\text{л.}} \cdot 0.015 \cdot 0.010 \cdot 100\%}{m \cdot 0.002 \cdot \varepsilon^{\Sigma 275}} \quad (3)$$

где

D^{275} , D^{310} и D^{320} – оптическая плотность анализируемого раствора микрокапсулированного средства при 275, 310 и 320 нм;

$M.m.$ – средняя молекулярная масса композиции пиретроидов (расчет аналогично формуле (2)) лямбда-цигалотрина и циперметрина (482 г/моль);

0.015 – объем (изопропанола), в котором растворена навеска средства, л;

m – масса навески пробы средства, г;

ε^{275} – значение молярного коэффициента поглощения согласно формуле (2) для смеси циперметрина и лямбда-цигалотрина (1920 л/(моль·см));

0.010 – объем пикнометра, в который переносится аликвота для разбавления, л;

0.002 – объем аликвоты исходного раствора для разбавления, л.

В условиях анализа ($D^{275} = 0.587$, $D^{310} = 0.061$, $D^{320} = 0.052$; $m = 0.09905$ г; рис. 1(—)) найденное содержание суммы пиретроидов в техническом препарате составляет 9.5% (табл. 2).

Альтернативно была рассмотрена возможность проведения анализа содержания лямбда-цигалотрина методом ОФ ВЭЖХ в микрокапсулированных препаратах на основе фосфолипидов при сохранении

пробоподготовки, приведенной выше для спектрофотометрического метода. Наличие фосфолипидов не мешает идентификации инсектицидных субстанций, однако варьирование полярности подвижной фазы не позволяет провести раздельное детектирование лямбда-цигалотрина и циперметрина ввиду близких времен удерживания (рис. 2а,в; 3). Вместе с тем, в более полярной элюирующей системе при изократическом режиме возможно провести раздельное определение лямбда-цигалотрина, хлорпирифоса, дельтаметрина, перметрина и других пиретроидных инсектицидов: тетраметрина, *транс*-флутрина и фенотрина (рис. 2г,д; 3), которые используются или возможно будут использованы совместно для усиления действия микрокапсулированных композиций. Следует отметить, что близкие времена удерживания (26–31 мин, см. рис. 3) циперметрина, лямбда-цигалотрина и дельтаметрина дополняются сложностью включения двух последних индивидуальных субстанций в состав липосом в высоких (выше 3%) концентрациях. Однако в присутствии циперметрина удастся стабилизировать значительно большее (чем 3-5%) количество высокоактивных инкапсулированных в фосфолипидные микрокапсулы дельтаметрина и лямбда-цигалотрина [12].

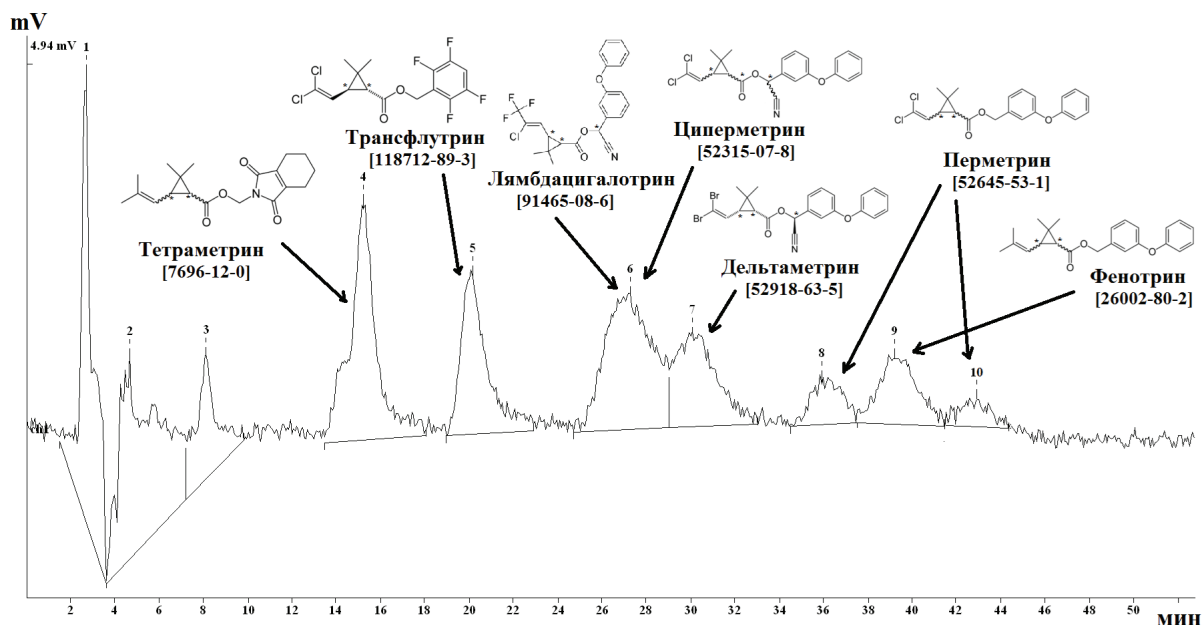


Рис. 3. Хроматограмма модельной смеси инсектицидных соединений пиретроидного ряда:
«Тетраметрин» – 50.0 мкг/мл; «Трансфлутрин» – 49.0 мкг/мл; «Лямбда-цигалотрин» – 9.93 мкг/мл;
«Циперметрин» – 9.60 мкг/мл; «Дельтаметрин» – 9.95 мкг/мл;
«Перметрин» – 9.50 мкг/мл и «Фенотрин» – 10.0 мкг/мл.
Система $\text{CH}_3\text{CN} - \text{H}_2\text{O} - \text{CH}_3\text{COOH}$ (70 : 30 : 0.5), 0.5 мл/мин, $\lambda = 280$ нм.

По-видимому, метод анализа дельтаметрина в составе микрокапсулированной композиции с одновременным присутствием циперметрина как солюбилизатора, ввиду близких спектральных характеристик (для

дельтаметрина $\lambda_{\text{max}} = 275$ нм, $\varepsilon^{275} = 3040$ л/(моль·см) [16]), с лямбда-цигалотрином также возможно осуществлять спектрофотометрически (суммарно) с использованием формулы (3), учитывая коэффици-

ент молярного поглощения для суммарной композиции (см. формулу (2)) или отдельно, реализуя ОФ ВЭЖХ-методику в изократическом режиме с использованием более полярной элюирующей системы $\text{CH}_3\text{CN} - \text{H}_2\text{O} - \text{AcOH}$ (70 : 30 : 0.5) при 280 нм.

В случае совместного использования композиций на основе хлорпирифоса и пиретроидного инсектицида (циперметрина, дельтаметрина, лямбда-цигалотрина) использовать спектрофотометрический метод не представляется возможным вследствие высоких спектральных характеристик хлорпирифоса ($\lambda_{\text{max}} = 290$ нм, $\varepsilon^{290} = 5600$ л/(моль·см) [16]) в области детекции пиретроидов (рис. 1(▲)), однако использование системы $\text{CH}_3\text{CN} - \text{H}_2\text{O} - \text{AcOH}$ (70 : 30 : 0.5) при 280 нм позволяет определять компоненты таких возможных микрокапсулированных композиций методом ОФ ВЭЖХ.

Экспериментальная часть

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), «Лямбда-цигалотрин» 97.5% (ГСО 7732-99, НПК «Блок-1», Россия), а также ряд других инсектицидных субстанций китайского и индийского производства с заявленным содержанием основного компонента не ниже 96%.

Изопропанол (х. ч., ГОСТ 18300-87), хлороформ (х. ч., ТУ 6-09-06-4263), гексан (х. ч., ТУ 6-09-3375-78), четыреххлористый углерод (х. ч., ГОСТ 20288-74), уксусная кислота (х. ч., ГОСТ 61-75), вода дистиллированная (ГОСТ 6709-72), ацетонитрил (для ВЭЖХ, «Panreac», Испания) и этанол (для ВЭЖХ, «J.T.BAIKER® BAKER ANALYZED™», Голландия) использовались без предварительной очистки. Для приготовления модельной микрокапсулированной приманки использовали яичные липиды, которые экстрагировались из яичного порошка (ГОСТ 2858-82) по методу, приведенному ниже.

Для планарной хроматографии использовали пластины «Sorbfil» на алюминиевой фольге (ТУ 26-11-17-89, марка ПТСХ-АФ-А-УФ) размером 10×15 см.

Спектрофотометрирование образцов осуществляли на спектрофотометре СФ-46 («ЛОМО», СССР) в области 250–340 нм в кварцевых кюветах с длиной поглощающего слоя 1 см, используя в качестве раствора сравнения этиловый (изопропиловый) спирт.

Проведение ВЭЖХ в сочетании с УФ-детектированием осуществляли на хроматографе «Waters 490» (Waters Ltd., Watford, UK), оснащенном насосом Altex модели 110A, инжектором «Rheodyne» с объемом петли 20 мкл, УФ-детектором модели 490 с переменной длиной волны. Использовали колонку из

нержавеющей стали (4.0×150 мм), заполненную Сепарон SGX C18 Супер (RP-S), зернение 5 мкм («Элсико», Россия). Подвижная фаза ацетонитрил – вода – уксусная кислота (70 : 30 : 0.5 и 80 : 20 : 1), скорость потока 0.5 мл/мин (предварительно дегазировали при помощи ультразвуковой установки). Детектирование осуществляли при 280 нм (температура комнатная). Запись хроматограмм проводили с помощью программы «Мультихром» (Ampersand Ltd. версия 1,52i, Россия).

В процессе исследования подвергались проверке на содержание действующих веществ (суммарно) оригинальная микрокапсулированная композиция на основе яичных липидов, содержащая 8% титульного соединения и 2% циперметрина (солюбилизирующая добавка). Предварительно экстрагировали хлороформом (0.5 л) яичные липиды (суммарно) на магнитной мешалке при перемешивании (2 ч) из 150 г яичного порошка. Затем отфильтровывали на воронке с фильтрующим дном (пор 100) твердую фазу, собирая маточный раствор, после чего хлороформный экстракт упаривали на ротаторном испарителе под вакуумом при 35°C (выход ~30-32 г (ок. 20%)).

Приготовление модельного микрокапсулированного средства. На водяной бане в колбе при периодическом механическом перемешивании нагревали навески 8 г лямбда-цигалотрина и 2 г циперметрина в 17 см³ изопропилового спирта до полного растворения. Затем полученный раствор смеси инсектицидов приливали к 30 г яичных липидов и тщательно перемешивали до получения однородной массы. В стакан объемом 250 см³, содержащий 45 см³ дистиллированной воды, погружали шток цифровой мешалки с верхним монтажом AMTAST INC MH 2E (США) с микролопастной насадкой и при перемешивании (2000-2200 об/мин) небольшими порциями приливали консистентную массу липидов со смесью инсектицидов. Перемешивание продолжали в течение 0.5 ч, после чего полученную композицию хранили при комнатной температуре в колбе с притертой пробкой.

Определение лямбда-цигалотрина в техническом препарате. Стеклойной пипеткой отбирали 0.6 см³ базового раствора (37.7 мг технической субстанции в 50 см³ хлороформа) и наносили небольшими порциями (каждый раз подсушивая растворитель) на стартовую линию пластины «Sorbfil», расположенную в 2 см от края, в виде полоски длиной 4-5 см. После подсушивания на воздухе (0.1-0.2 ч) пластину помещали в хроматографическую камеру, предварительно заполненную подвижной фазой (см. табл. 1). После того, как фронт растворителя поднялся на ~12 см, разделение прекращали и пластину подсушивали на воздухе в течение 0.5 ч. Затем простым карандашом обводили наблюдаемые в ультрафиолетовом свете пятна по контуру, вырезали участок пластины с

отмеченным пятном, помещали его в центрифужную пробирку объемом 10 см³ и добавляли 5 мл этанола для пятен основного компонента (R_f 0.6–0.8) и примесных фаз (R_f 0.1–0.5 суммарно). Далее аккуратно смывали пятна основного компонента и примесной фазы с пластинки, вращая пробирку в штативе с помощью легких вращательных движений, осуществляемых вручную (избегая смывания частичек сорбента с пластины в раствор). Затем осторожно переливали спиртовой элюат в кювету с толщиной поглощающего слоя 1 см и фотометрировали в диапазоне 250–340 нм с шагом в 5 нм (рис. 1(♦, ■)). Альтернативно, содержание лямбда-цигалотрина в техническом препарате определяли методом ОФ ВЭЖХ. Для этого хроматографировали разбавленный в 7 раз изопропанолом базовый раствор субстанции. Результаты определения представлены в табл. 2.

Общая методика анализа для модельной микрокапсулированной композиции. К навеске 70–100 мг микрокапсулированного модельного препарата (перед взвешиванием вручную интенсивно встряхивать образец для анализа или перемешивать с помощью мешалки 0.05 ч) в пробирке объемом 25 см³ с притертой пробкой добавляется 15 см³ изопропанола, закрывается пробкой и интенсивно встряхивается 0.05 ч, затем пипеткой отбирается 2 см³ и переносится в пикнометр объемом 10 см³, после чего объем раствора в пикнометре доводится изопропанолом до метки и осуществляется перемешивание с последующим спектрофотометрированием полученного раствора в кювете с толщиной поглощающего слоя 1 см при 275, 310 и 320 нм.

Пробоподготовка при определении смеси лямбда-цигалотрина и циперметрина в модельной микрокапсулированной композиции осуществляется аналогично пробоподготовке при анализе микрокапсулированных препаратов на основе циперметрина [13] и хлорпирифоса [19, с. 92].

Заключение

В работе рассмотрены методы определения в модельных инсектицидных микрокапсулированных средствах титульного соединения – лямбда-цигалотрина, а также возможность проведения анализа в смесях с другими инкапсулированными средствами на основе пиретроидных (циперметрин, дельтаметрин, тетраметрин, перметрин, фенотрин, трансфлутрин) и фосфорсодержащей (хлорпирифос) инсектицидных субстанций. Адаптированы условия проведения непосредственно аналитического определения и стадии пробоподготовки с ранее приведенными методами. Реализовано определение лямбда-цигалотрина совместно с циперметрином в микрокапсулированных композициях спектрофото-

метрическим методом, учитывающим поглощение микропримесей технических субстанций и строительных блоков микрокапсул (фосфолипидов). Методом ОФ ВЭЖХ показана возможность отдельного определения лямбда-цигалотрина и ряда пиретроидов (за исключением циперметрина), а также хлорпирифоса, в гипотетических композициях при совместном инкапсулировании с целью получения высокоактивных инсектицидных препаратов, позволяющих преодолевать резистентность насекомых к ряду малоактивных веществ.

Список литературы:

1. Елиневская Л.С. // Защита и карантин растений. 2005. № 8. С. 34–38.
2. Рославцева С.А. // Рэт-инфо. 1993. № 6. С. 2–5.
3. Баканова Е.Н. // Дезинфекционное дело. 2004. № 4. С. 57–63.
4. Костина М.Н. // Дезинфекционное дело. 2013. № 1. С. 35–37.
5. Шестаков К.А., Кочетов А.Н., Войчишина Д.В. // Дезинфекционное дело. 2009. № 2. С. 58–59.
6. Костина М.Н., Мальцева М.М., Новикова Э.А., Лопатина Ю.В. // Pest Management. 2010. № 2. С. 45–49.
7. Еремина О.Ю., Лопатина Ю.В., Костина М.Н. // Pest Management. 2012. № 4. С. 33–39.
8. Леви М.И., Богданова Е.Н., Шестаков К.А. // Дезинфекционное дело. 1993. № 2-3. С. 52–54.
9. Костина М.Н., Мальцева М.М., Новикова Э.А., Алешо Н.А. // Pest Management. 2010. № 3. С. 36–39.
10. Костина М.Н., Мальцева М.М., Алешо Н.А. // Дезинфекционное дело. 2011. № 4. С. 48–52.
11. Шестаков К.А., Расницын С.П. // Дезинфекционное дело. 2005. № 4. С. 51–52.
12. 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.
13. Шестаков К.А. Биологическое обоснование разработки и применения липосомальных форм инсектицидных средств для подавления численности насекомых, имеющих медико-санитарное значение : автореф. дис. ... канд. биол. наук. – М., 2007. 24 с.
14. Крейнгольд С.У., Шестаков К.А. // Дезинфекционное дело. 1999. № 4. С. 22–24.
15. Крейнгольд С.У. // Дезинфекционное дело. 1999. № 1. С. 38–39.
16. Крейнгольд С.У., Шестаков К.А. // Дезинфекционное дело. 1998. № 1. С. 58–61.
17. Крейнгольд С.У. Практическое руководство по химическому анализу дезинфекционных препаратов. М.: ЦИОРИД Биор, 1998. 150 с.

18. Носикова Л.А., Кочетов А.Н. // Тонкие хим. технологии (Вестник МИТХТ). 2015. Т. 10. № 3. С. 56–61.

19. Крейнгольд С.У. Практическое руководство по химическому анализу дезинфекционных препаратов. М.: Экспресспринт, 2002. 156 с.

Reference

1. Elinevskaya L.S. // Zashchita i karantin rastenij (Protection and quarantine of plants). 2005. № 8. P. 34–38.
2. Roslavceva S.A. // Reht-info. 1993. № 6. P. 2–5.
3. Bakanova E.N. // Dezinfekcionnoe delo. 2004. № 4. P. 57–63.
4. Kostina M.N. // Dezinfekcionnoe delo. 2013. № 1. P. 35–37.
5. Shestakov K.A., Kochetov A.N., Vojchishina D.V. // Dezinfekcionnoe delo. 2009. № 2. P. 58–59.
6. Kostina M.N., Mal'ceva M.M., Novikova E.A., Lopatina Yu.V. // Pest Managment. 2010. № 2. P. 45–49.
7. Eremina O.Yu., Lopatina Yu.V., Kostina M.N. // Pest Managment. 2012. № 4. P. 33–39.
8. Levi M.I., Bogdanova E.N., Shestakov K. A. // Dezinfekcionnoe delo. 1993. № 2-3. P. 52–54.
9. Kostina M.N., Mal'ceva M.M., Novikova E.A., Alesho N.A. // Pest Managment. 2010. № 3. P. 36–39.
10. Kostina M.N., Mal'ceva M.M., Alesho N.A. // Dezinfekcionnoe delo. 2011. № 4. P. 48–52.
11. Shestakov K.A., Rasnitsyn S.P. // Dezinfekcionnoe delo. 2005. № 4. P. 51–52.

12. Shestakov K.A., Avruckij M.M., Kochetov A.N., Vojchishina D.V., Denisenko V.I. Insekticidnaya kompoziciya: pat. 2436300 Ros. Federaciya. № 2010126516/13, zayavl. 29.06.2010; opubl. 22.12.2011, Byul. № 35. 7 p. (Pat. Rus. № 2010126516/13. 29.06.2010, publ. 22.12.2011, Bull. № 35. 7 p)

13. Shestakov K.A. Biologicheskoe obosnovanie razrabotki i primeneniya liposomal'nykh form insekticidnykh sredstv dlya podavleniya chislennosti nasekomykh, imeyushchikh mediko-sanitarnoe znachenie (Biological basis of development and application of liposomal forms of insecticides for suppression of insects that has health significance): abstract of the PhD dissertation. M., 2007. 24 p.

14. Krejngol'd S.U., Shestakov K.A. // Dezinfekcionnoe delo. 1999. № 4. P. 22–24.

15. Krejngol'd S.U. // Dezinfekcionnoe delo. 1999. № 1. P. 38–39.

16. Krejngol'd S.U., Shestakov K.A. // Dezinfekcionnoe delo. 1998. № 1. P. 58–61.

17. Krejngol'd S.U., Prakticheskoe rukovodstvo po khimicheskomu analizu dezinfekcionnykh preparatov (A practical manual on chemical analysis of disinfection preparations). M.: CIORID Bior, 1998. 150 p.

18. Krejngol'd S.U., Prakticheskoe rukovodstvo po khimicheskomu analizu dezinfekcionnykh preparatov (A practical manual on chemical analysis of disinfection preparations). M.: Ekspressprint, 2002. 156 p.

19. Nosikova L.A., Kochetov A.N. // Fine Chem. Tech. (Vestnik MITHT). 2015. V. 10. № 3. P. 56–61.