






М.А. Александров  
О.Ю. Стрелова 

Определение гербицида дикамба в лекарственном растительном сырье: разработка селективной хроматографической методики

*Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования «Санкт-Петербургский государственный
химико-фармацевтический университет»
Министерства здравоохранения Российской Федерации,
ул. Проф. Попова, д. 14, Санкт-Петербург, 197022, Российская Федерация*

✉ Александров Марк Антонович; mark.aleksandrov@spcpcu.ru

РЕЗЮМЕ

ВВЕДЕНИЕ. Содержание пестицидов в лекарственном растительном сырье по российскому законодательству регламентируется ОФС.1.5.3.0011 «Определение содержания остаточных пестицидов в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах» Государственной фармакопеи Российской Федерации XV изд. (ГФ РФ). Остаточные количества пестицидов – один из показателей безопасности лекарственного растительного сырья. В ГФ РФ даны нормы по содержанию 65 подобных соединений, однако рынок ядохимикатов активно расширяется (рост составляет не менее 10% в год), и не все используемые соединения подлежат контролю при установлении качества продукции. Особый интерес представляют ядохимикаты, которые интенсивно применяются в сельском хозяйстве для уничтожения сорной растительности, – гербициды, содержащие, в частности, производное хлорбензойной кислоты дикамбу (3,6-дихлор-2-метоксибензойную кислоту). Дикамба используется в составе препаратов для борьбы с сорной растительностью «Линтур» и «Диален Супер».

ЦЕЛЬ. Разработка селективной методики определения гербицида дикамба в лекарственном растительном сырье эхинацеи пурпурной для последующего введения в фармакопейные нормы.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ. Стандартный образец дикамбы (Kit-54, pesticide 4-4600, PolyScience Corporation), растительный объект – эхинацея пурпурная сорта «Ливадия», выращенная из семян (срок годности до 06.2028, ООО «Аэлита»), гербицидная смесь – «Линтур», содержащая дикамбу – 659 г/кг, триасульфурона – 41 г/кг (ООО «Зеленая Аптека Садовода»). Исследования методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемной масс-спектрометрией (ВЭЖХ-МС/МС) проводили на модульном жидкостном хроматографе Agilent Technologies 1260 Infinity, детектор – тандемный масс-спектрометр Agilent Technologies 6420 Triple Quad LS/MS, исследования методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектором (ГХ-МС) проводили на газовом хроматографе, детектор – моноквадрольный масс-спектрометр QP-2020 (Shimadzu). Хроматограммы и масс-спектры, полученные в ВЭЖХ-МС/МС исследованиях, анализировали в базах данных Agilent MassHunter Quantitative Analysis B.06.00, хроматограммы ГХ-МС исследования анализировали в программе Agilent G1710 MSD Data Analysis ChemStation. Масс-спектры, полученные методом ГХ-МС, анализировали по библиотекам NIST MS Search Program 17.

РЕЗУЛЬТАТЫ. Разработана методика количественного определения гербицида дикамба в лекарственном растительном сырье методом ВЭЖХ-МС/МС, проведена оценка валидационных параметров (пригодность хроматографической системы, специфичность, линейность, правильность, прецизионность), изучена возможность применения метода ГХ-МС без/с дериватизацией силилированием. Рассчитано предельно допустимое значение содержания гербицида дикамба в лекарственном растительном сырье, сделан вывод о несоответствии сырья

эхинацеи пурпурной, выращенной с применением данного гербицида, фармакопейным требованиям.

Выводы. Показана пригодность методики ВЭЖХ-МС/МС и непригодность метода ГХ-МС для количественного определения дикамбы в лекарственном растительном сырье. Разработанная методика может быть предложена в качестве основной для определения дикамбы в лекарственном растительном сырье «трава» для включения в фармакопейные требования.

Ключевые слова: гербициды; дикамба; производные хлорбензойной кислоты; примеси; лекарственное растительное сырье; высокоэффективная жидкостная хроматография; масс-спектрометрия; ВЭЖХ-МС/МС; газовая хроматография; ГХ-МС; хроматографические методы; эхинацея пурпурная; контроль качества; фармакопея

Для цитирования: Александров М.А., Стрелова О.Ю. Определение гербицида дикамба в лекарственном растительном сырье: разработка селективной хроматографической методики. *Регуляторные исследования и экспертиза лекарственных средств*. 2026;16(2):206–214. <https://doi.org/10.30895/1991-2919-2026-16-2-206-214>

Финансирование. Работа выполнена без спонсорской поддержки.

Потенциальный конфликт интересов. Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Mark A. Aleksandrov  
Olga Yu. Strelova  

Quantitation of Dicamba Herbicide in Pharmaceutical Raw Materials: Developing a Selective Chromatographic Method

*Saint Petersburg State Chemical and Pharmaceutical University,
14 Prof. Popov St., St. Petersburg 197022, Russian Federation*

✉ **Mark A. Aleksandrov;** mark.aleksandrov@spcpu.ru

ABSTRACT

INTRODUCTION. The content of pesticides in pharmaceutical raw materials is regulated by the Russian legislation, namely General pharmacopoeial monograph, OFS.1.5.3.0011 Determination of Residual Pesticides in Pharmaceutical Raw Materials and Medicinal Plant Preparations of the State Pharmacopoeia of the Russian Federation, XV edition (SP RF). Residual pesticides are one of safety parameters for medicinal plant raw materials. SP RF stipulates the content of 65 compounds; however, the pesticide market is actively expanding (at least 10% per year), while not all compounds used are subject to quality control. Pesticides widely used in agriculture to control weeds, such as dicamba (3,6-dichloro-2-methoxybenzoic acid), a derivative of chlorobenzoic acid, are of particular interest. Dicamba is used to produce Lintur and Dialen Super, formulations for weed eradication.

AIM. This study aimed to develop a selective identification method for dicamba herbicide in the pharmaceutical raw materials of *Echinacea purpurea* for its subsequent introduction into pharmacopoeial standards.

MATERIALS AND METHODS. The study used a reference standard of dicamba (Kit-54, pesticide 4-4600, Polycience Corporation); the pharmaceutical raw material *Echinacea purpurea*, Livadia strain, cultivated from the seeds (seed manufacturer Aelita, Russia, best before 06/2028); and herbicide mixture Lintur, active substance dicamba 659 g/kg and triasulfuron 41 g/kg, (Gardener's Green Pharmacy Co. Ltd.). High-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS) was performed on Agilent Technologies 1260 Infinity modular liquid chromatograph with Agilent Technologies 6420 Triple Quad LS/MS tandem mass spectrometer; gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) was performed on a gas chromatograph connected to QP-2020 monoquadrupole mass spectrometer (Shimadzu). Chromatograms and mass spectra obtained using HPLC-MS/MS were analyzed in Agilent MassHunter Quantitative Analysis B.06.00 databases, GC-MS chromatograms – in Agilent G1710 MSD Data Analysis ChemStation. NIST MS Search Program 17 Mass Spectral Library was used to analyze mass spectra obtained by GC-MS.

RESULTS. We developed an assay method of dicamba herbicide in pharmaceutical raw materials using HPLC-MS/MS and evaluated the validation parameters (chromatographic system suitability, specificity, linearity, accuracy, and precision). The possibility of using GC-MS method with/without silylation was examined. The maximum permissible value of dicamba herbicide in pharmaceutical raw materials was calculated, and it was concluded that *Echinacea purpurea* raw materials cultivated using this herbicide do not meet the compendial requirements.

CONCLUSIONS. The findings demonstrate suitability of the HPLC-MS/MS method and the inadequacy of the GC-MS method, both with and without derivatization, for dicamba quantitation in the pharmaceutical raw materials. The developed procedure can be offered as the main method used to quantify dicamba in the pharmaceutical raw materials to be included in the compendial requirements.

Keywords: herbicides; dicamba; chlorobenzoic acid derivatives; pharmaceutical raw materials; high-performance liquid chromatography; mass spectrometry; HPLC-MS/MS; gas chromatography-mass spectrometry; GC-MS; chromatographic methods; *Echinacea purpurea*; quality control; pharmacopoeia

For citation: Aleksandrov M.A., Strelova O.Yu. Quantitation of dicamba herbicide in pharmaceutical raw materials: Developing a selective chromatographic method. *Regulatory Research and Medicine Evaluation*. 2026;16(2):206–214. <https://doi.org/10.30895/1991-2919-2026-16-2-206-214>

Funding. The study was performed without external funding.

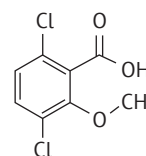
Disclosure. The authors declare no conflict of interest.

ВВЕДЕНИЕ

Содержание пестицидов в лекарственном растительном сырье (ЛРС), согласно российскому законодательству, регламентируется ОФС.1.5.3.0011 «Определение содержания остаточных пестицидов в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах» Государственной фармакопеи Российской Федерации XV изд. (ГФ РФ). Остаточные количества пестицидов – один из показателей безопасности лекарственного растительного сырья, в ГФ РФ даны нормы по содержанию 65 подобных соединений.

Рынок ядохимикатов активно расширяется, по статистическим данным, в 2024 г. российскими предприятиями было выпущено 135 247 тонн гербицидов, что более чем на 10% превышает показатели 2022 г.¹ Однако стандарты качества ЛРС обновляются с задержкой, и в ГФ РФ включены нормы содержания и методы исследования не на все ядохимикаты, которые используются в сельском хозяйстве.

Особый интерес представляют ядохимикаты, которые повсеместно применяют при выращивании растений, в частности, содержащие производное хлорбензойной кислоты дикамбу (3,6-дихлор-2-метоксибензойную кислоту, **(I)**). Дикамба входит в состав препаратов для борьбы с сорной растительностью «Линтур» и «Диален Супер».



(I)

Ряд исследователей указывают на потенциальную опасность дикамбы как вещества, повышающего риск возникновения онкологических заболеваний [1–3]. Нельзя не отметить, что возможность определения остаточных количеств дикамбы в сельскохозяйственных продуктах активно изучается за рубежом в последние годы [см., например, 4, 5].

Как было показано ранее, разработанная еще в 1971 г. спектрофотометрическая методика количественного определения дикамбы в лекарственном растительном сырье не удовлетворяет современным требованиям ГФ РФ по показателям специфичности (длина волны определения 280 нм не является селективной в силу того, что в этой области электромагнитного спектра поглощаются молекулы многих ароматических соединений а также соединения, содержащие карбонильную группу) и линейности (коэффициент корреляции, равный 0,83, меньше критерия приемлемости – от 0,99 до 1,00) [6].

Цель работы – разработка селективной методики определения гербицида дикамба в лекарственном растительном сырье для последующего введения в фармакопейные нормы.

¹ Инсектициды и пестициды (рынок России). https://www.tadviser.ru/index.php/Статья:Инсектициды_и_пестициды_%28рынок_России%29

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Объектом исследования являлась гербицидная смесь «Линтур», содержащая дикамбу — 659 г/кг, триасульфурон — 41 г/кг (ООО «Зеленая Аптека Садовода»). Для построения градуировочных графиков использовался стандартный образец дикамбы (Kit-54, pesticide 4-4600, PolyScience Corporation, lot № 53449).

Гербицидную смесь применяли при выращивании эхинацеи пурпурной сорта «Ливадия» из семян (ООО «Аэлита», срок годности до 06.2028) на двух участках в Выборгском районе Ленинградской области площадью по 10 м² каждый со слабощелочными почвами и достаточным освещением. На участке № 1 культивирование проводили с применением гербицида, на участке № 2, расположенном от первого на расстоянии 5 м, — без его применения. Для борьбы с сорняками на участке № 2 применяли регулярную ручную прополку.

Жидкостную хроматографию проводили с помощью прибора с автоматическим дозированием Agilent Technologies 1260 Infinity с tandemным масс-спектрометром Agilent Technologies 6420 Triple Quad LS/MS, предколонка — UHPLC Guard 3PK InfinityLab Poroshell 120 SB-C18 2,1 мм 1.9 Micron, колонка — Desc: Kinetex® 2,6 мкм C18 100 Å, Size: LC Column 100×2,1 мм, температура колонки — 40 °С, подвижная фаза — А: 5% ацетонитрил, В: 95% Н₂О с 0,1% муравьиной кислотой, объем пробы — 5 мкл.

Газохроматографический анализ проводили с помощью хроматографа с автоматическим дозированием, снабженного моноквадрольным масс-спектрометром QP-2020 (Shimadzu), капиллярной колонкой неполярной длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм и толщиной слоя неподвижной фазы ((5%-фенил)-метилполисилоксан) 0,25 мкм, газ-носитель — гелий, объем пробы — 1 мкл, скорость потока 0,8 мл/мин, постоянный поток; температура инжектора 70 °С. Силилирование образцов при проведении анализа ГХ-МС: в вials с 1 мл анализируемых стандартных образцов добавляли избыток силилирующего агента — 0,2 мл смеси, состоящей из 99% N,O-бис(триметилсилил)трифторацетамида и 1% триметилхлорсилана [5]. Масс-спектры, полученные методом ГХ-МС, анализировали по имеющимся библиотекам NIST MS Search Program 17.

Градуировочные графики для количественного определения дикамбы методами ГХ-МС и ВЭЖХ-МС/МС строили с использованием растворов стандартного образца, полученных путем

растворения точной навески в 100 мл этилового спирта 96%. Для исследования методом ВЭЖХ-МС/МС были получены растворы с концентрациями: 0,15; 0,10; 0,08; 0,05; 0,04; 0,02 мг/мл; для исследований ГХ-МС использовались растворы: 0,040; 0,020; 0,010; 0,008; 0,005; 0,004 мг/мл.

Подготовку образцов ЛРС эхинацеи пурпурной, выращенной с применением дикамбы, проводили по следующей методике: около 5 г (точная навеска) ЛРС помещали в стакан емкостью 200 мл, добавляли 50 мл воды очищенной, подщелачивали раствором натрия гидроксида 30% до pH=8 (pH определяли по универсальной индикаторной бумаге). Дважды настаивали по 1 ч при периодическом перемешивании. Объединенную водную вытяжку подкисляли раствором хлористоводородной кислоты 10% до pH=6 и экстрагировали трижды порциями хлороформа по 25 мл. Объединенные хлороформные извлечения высушивали, сухой остаток растворяли в 10 мл 96% этилового спирта. Основным критерием качества пробоподготовки являлся максимальный выход целевой молекулы гербицида.

Расчет пределов допустимого содержания остаточных пестицидов в лекарственном растительном сырье (ПДСОП_{ЛРС}) эхинацеи пурпурной проводили по формуле (1):

$$\text{ПДСОП}_{\text{ЛРС}} = \frac{\text{ДСП} \times \text{М}}{\text{МСД} \times 100}, \quad (1)$$

где ПДСОП_{ЛРС} — предел допустимого содержания остаточных пестицидов в лекарственном растительном сырье; ДСП — допустимое суточное потребление вещества, мг/кг; М — масса тела человека, кг (60 кг); МСД — суточная доза лекарственного растительного сырья, кг; 100 — фактор потребления.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На хроматограммах растворов стандартного образца дикамбы, полученных методом ГХ-МС, пик, соответствующий нативной молекуле, не идентифицирован (рис. 1). Согласно библиотеке масс-спектров пик со временем удерживания 4,6 мин соответствует 2,5-дихлорфенолу, 5,2 мин — 2,5-дихлорметоксибензолу, 7,0 мин — метиловому эфиру дикамбы. Все эти соединения образуются в результате термической деградации дикамбы в инжекторе хроматографа. Определение гербицида по нативной молекуле в данном случае невозможно из-за отсутствия стандартных образцов продуктов деградации.

ОФС.1.5.3.0011 «Определение содержания остаточных пестицидов в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах» рекомендует для оценки содержания ядохимикатов использовать методику газовой хроматографии, при которой начальная температура колонки составляет 70 °С. В процессе выполнения данного исследования установлено, что при этой температуре происходит термическая деструкция молекулы дикамбы, что не позволяет определить 3,6-дихлор-2-метоксибензойную кислоту, являющуюся компонентом гербицидной смеси «Линтур», по исходной молекуле, а следовательно, выполнить количественное определение его остаточных количеств в ЛРС.

По полученным хроматографическим данным установлено, что происходит декарбоксилирование нативной молекулы, поэтому была использована методика дериватизации (силилирования) [7, 8]. Образование эфиров с тет-

раметилсианом стабилизирует молекулы дикамбы в температурном диапазоне 70–300 °С, реализуемом при хроматографировании², на хроматограмме регистрируется пик со временем удерживания 8,3 мин, соответствующий силилированному производному дикамбы (рис. 2). Однако зависимость площади пика от концентрации раствора дикамба (рис. 2С) нелинейна (R (коэффициент корреляции) $< 0,99$), что может быть объяснено нестехиометричностью протекания реакции дериватизации за счет возможного присоединения силилирующего агента как по карбоксильной группе, так и по свободному гидроксигруппе, образуемому в процессе термической деструкции молекулы, и не позволяет использовать данный метод для проведения количественного анализа.

Одним из возможных фармакопейных методов обнаружения целевых аналитов, характеризующимся высокой специфичностью, селективностью, чувствительностью

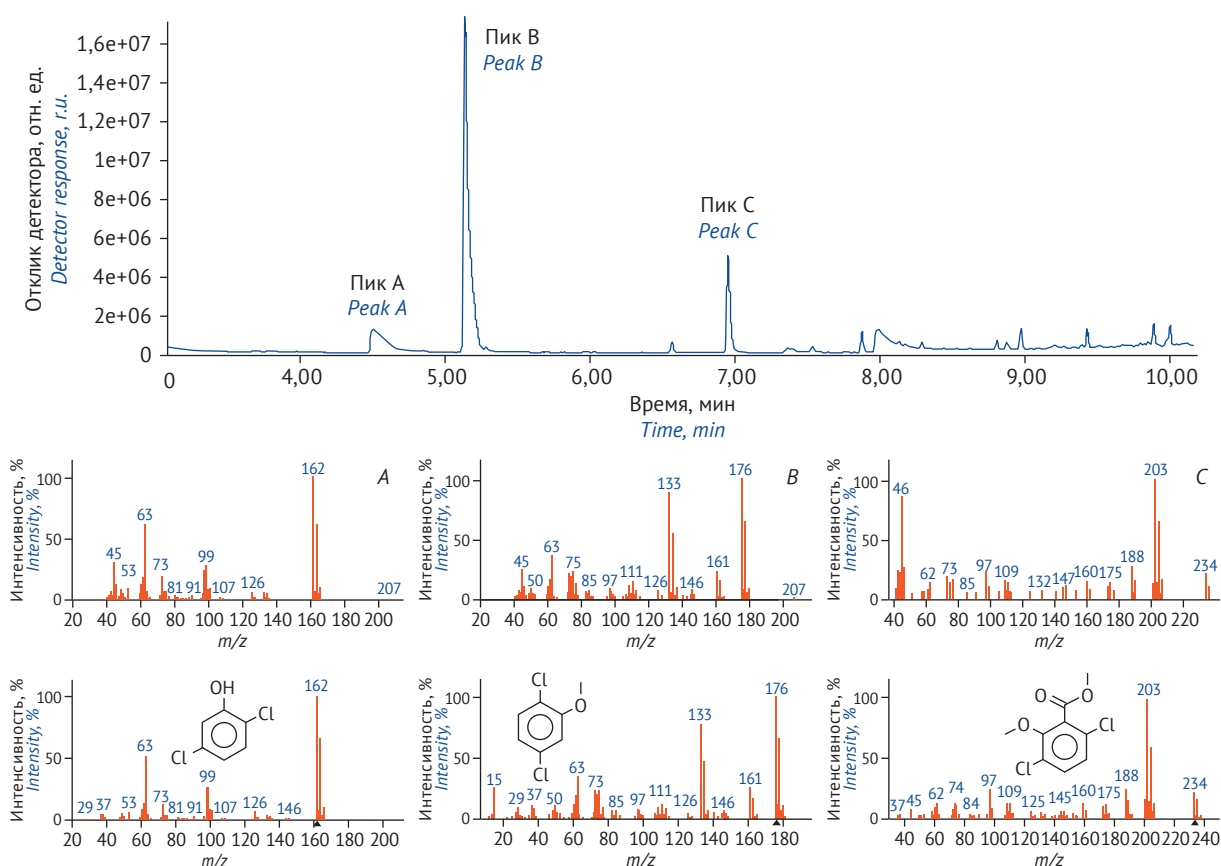


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure was prepared by the authors using their own data

Рис. 1. Хроматограмма раствора стандартного образца дикамбы, полученная методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Fig. 1. Chromatogram of dicamba reference standard obtained by gas chromatography-mass spectrometry

² ОФС.1.5.3.0011 Определение содержания остаточных пестицидов в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах. Государственная фармакопея Российской Федерации. XV изд. М.; 2023.

и воспроизводимостью, является метод высокоэффективной жидкостной хроматографии с детектированием тандемной масс-спектрометрией (ВЭЖХ-МС/МС)³. На хроматограммах, полученных при анализе растворов стандартного образца дикамбы методом ВЭЖХ-МС/МС (рис. 3), отмечается один пик нативной молекулы дикамбы со временем удерживания ~6,2 мин, которому соответствует спектрограмма с ионным распределением (обусловлено 2 атомами хлора) с 221–219–218 m/z и реперный ион с 174,9 m/z. Ион-продукт (174,9 m/z) является фрагментом 3,6-дихлор-2-метоксибензойной кислоты, так как при фрагментации других производных 2-метоксибензойной кислоты также выявляется ион-продукт с таким же значением m/z. Данные соответствуют имеющимся в базах данных Agilent MassHunter Quantitative Analysis B.06.00. Зависимость площади пика от концентрации раствора линейна (рис. 3С).

Высокая специфичность масс-спектрометрического анализа заключается в селективном обнаружении целевых соединений в сложных матрицах. Это достигается за счет нацеленного мониторинга переходов между ионами-предшественниками и ионами-продуктами (MRM-переходы). В данном случае удалось избежать воздействия изначальной матрицы извлечения на результаты определения.

Результаты валидации методики ВЭЖХ-МС/МС определения дикамбы представлены в таблице 1. Исследовали по 6 независимых образцов. Показана сходимость результатов, получаемых одним химиком на одном и том же оборудовании в течение одного дня, а также разными химиками в разные дни на разном оборудовании в пределах одной лаборатории. Установлено, что по показателям пригодности хроматографической системы, специфичности, линейности, правильности, прецизионности разработанная методика удовлетворяет критериям приемлемости в соответствии с фармакопейными требованиями⁴.

На хроматограммах извлечений из ЛРС эхинацеи пурпурной, выращенной с использованием дикамбы (рис. 4), наблюдается один пик со временем удерживания около 6,16 мин и масс-спектром, соответствующим дикамбе. Содержание гербицида в образце эхинацеи пурпурной составило 0,24±0,06 мг/г.

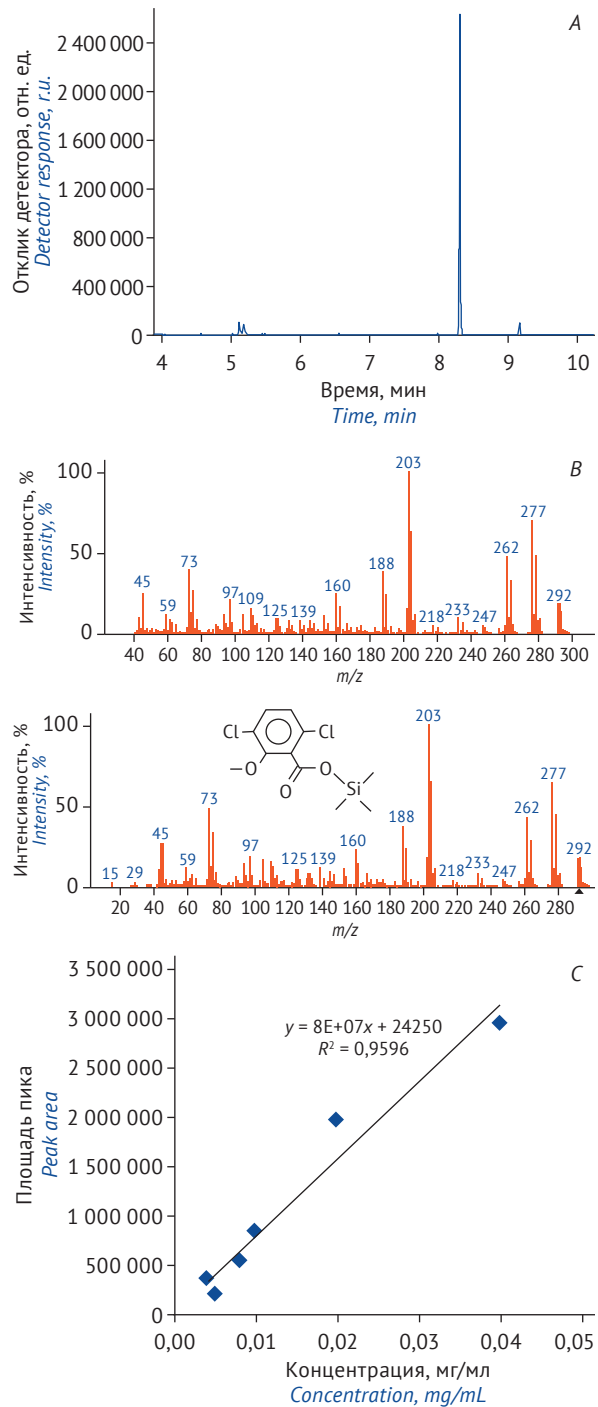


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure was prepared by the authors using their own data

Рис. 2. Хроматограмма (А), масс-спектр (В) и градуировочный график (С), полученные в результате анализа предварительно силилированных растворов дикамбы методом газовой хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Fig. 2. Chromatogram (A), mass spectrum (B), and calibration curve (C) obtained by analyzing pre-silylated dicamba solutions using gas chromatography-mass spectrometry

³ ОФС.1.2.1.2.0005 Высокоэффективная жидкостная хроматография. Государственная фармакопея Российской Федерации. XV изд. М.; 2023.

⁴ ОФС.1.1.0012 Валидация аналитических методик. Государственная фармакопея Российской Федерации. XV изд. М.; 2023.

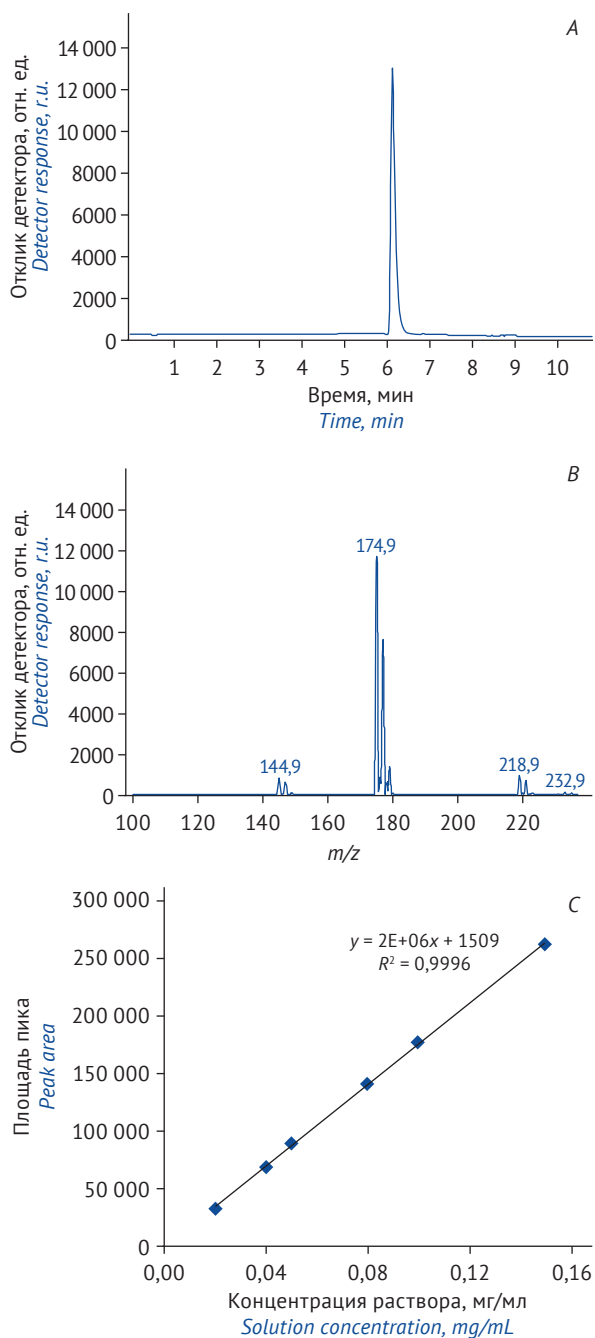


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure was prepared by the authors using their own data

Рис. 3. Хроматограмма (А), масс-спектр (В) и градуировочный график (С), полученные в результате анализа растворов дикамбы методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с детектированием тандемной масс-спектрометрией

Fig. 3. Chromatogram (A), mass spectrum (B), and calibration curve (C) obtained by analyzing dicamba solutions using high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

Расчет пределов допустимого содержания остаточных пестицидов в лекарственном растительном сырье (ПДСОП_{ЛРС}) для сырья эхинацеи пурпурной проводили по формуле (1). Допустимое суточное потребление (ДСП) для дикамбы составляет 0,3 мг/кг⁵. Массу человека (М), согласно фармакопейной статье, принимают за 60 кг⁶. Максимальную суточную дозу (МСД) лекарственного растительного сырья высчитывали исходя из максимальной суточной дозы приема препарата экстракта эхинацеи (1200 мг)⁷ и данных по извлечению этого экстракта из ЛРС (2,4 г экстракта из 100 г ЛРС) [9]. Значение ПДСОП_{ЛРС}, рассчитанное указанным способом, составляет 0,036 мг/г. Таким образом, количество гербицида, содержащегося в ЛРС, превышает ПДСОП_{ЛРС}, что говорит о потенциальной возможности перехода соединения в изготовленные из сырья ЛП и БАДы. Следует ужесточить контроль за применением гербицида дикамба на землях, используемых для выращивания ЛРС, внести соединение в перечень контролируемых в фармакопейной статье.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Определение дикамбы методом ГХ-МС в условиях, регламентируемых ОФС.1.5.3.0011, не позволяет получить точный результат, поскольку не является специфичным (происходит термодеструкция исходной молекулы в инжекторе хроматографа). Стабилизация молекулы путем дериватизации методом силилирования позволяет качественно определять дикамбу, однако количественный анализ не рекомендуется в связи с нелинейностью концентрационной зависимости отклика.

Методика, основанная на определении ВЭЖХ-МС/МС, позволяет проводить селективное определение дикамбы в ЛРС. Методика валидирована в соответствии с требованиями ГФ РФ. Следовательно, разработанная методика может быть предложена в качестве основной для определения дикамбы в лекарственном растительном сырье «трава» для включения в фармакопейные требования.

В дальнейшем планируется апробировать разработанную методику на нескольких растительных объектах, включая другие морфологические части растений.

⁵ The WHO Recommended Classification of pesticides by hazard and guidelines to classification, 2019. <https://www.who.int/publications/i/item/9789240005662>

⁶ ОФС.1.5.3.0011 Определение содержания остаточных пестицидов в лекарственном растительном сырье и лекарственных растительных препаратах. Государственная фармакопея Российской Федерации. XV изд. М.; 2023.

⁷ Эхинацеи пурпурной травы экстракт 200 мг, инструкция по медицинскому применению. https://grls.minzdrav.gov.ru/Grls_View_v2.aspx?routingGuid=129dc551-218b-431a-9921-5b78e9758737

Таблица 1. Оценка валидационных характеристик методики определения дикамбы методом ВЭЖХ-МС/МС**Table 1.** Validation parameters for HPLC-MS/MS dicamba quantitation method

Оцениваемый параметр <i>Estimated parameter</i>	Рекомендуемые значения <i>Recommended values</i>	Полученные значения <i>Actual values</i>
Пригодность хроматографической системы <i>Suitability of chromatographic system</i>	$N_{t.p.} \geq 5000$ $N_{t.p.} \geq 5,000$	Мин. знач. $N_{t.p.}$ – 13 701 <i>Minimum $N_{t.p.}$ – 13,701</i>
	$As \in [0,8; 1,5]$	Мин. знач. / <i>Min. value</i> – 0,85 Макс. знач. / <i>Max. value</i> – 1,07
	$RSD_{tr} \leq 2\%$	0,20%
	$RSD_{S_{пика}} \leq 2\%$ $RSD_{S_{peak}} \leq 2\%$	1,72%
Специфичность <i>Specificity</i>	$tR_{станд} = tR_{испыт}$ $tR_{stand} = tR_{test}$	
Линейность <i>Linearity</i>	$R \in [0,99; 1]$	0,9996
	$a < \Delta a$	$a = 1,509$ $\Delta a = 29,76$
Правильность <i>Accuracy</i>	$\bar{Z}, \% \in [98; 102]$	99,76
	$ 100 - \bar{Z} < 2,0\%$	0,24%
	$RSD_z < 2,0\%$	1,84%
Прецизионность <i>Precision</i>	$RSD_{хим.№1} / RSD_{chem1} \leq 3\%$	0,82%
	$RSD_{хим.№2} / RSD_{chem2} \leq 3\%$	0,90%
	$F < 5,05$	4,21
	$t < 2,23$	1,23

Таблица составлена авторами по собственным данным / The table was prepared by the authors using their own data

Примечание. $N_{t.p.}$ – количество теоретических тарелок, As – асимметричность пика, RSD_{tr} – относительное стандартное отклонение времени удерживания, $RSD_{S_{пика}}$ – относительное стандартное отклонение площади пика, R – коэффициент корреляции, a – свободный член уравнения прямой, Δa – стандартное отклонение члена a от уравнения прямой, \bar{Z} – значение средней открываемости методики, RSD_z – относительное стандартное отклонение открываемости методики, $RSD_{хим.№1}$ – относительное стандартное отклонение результатов количественного определения вещества химиком 1, $RSD_{хим.№2}$ – относительное стандартное отклонение результатов количественного определения вещества химиком 2, F – критерий Фишера, t – критерий Стьюдента. ВЭЖХ-МС/МС – высокоэффективная жидкостная хроматография с детектированием тандемной масс-спектрометрией.

Note. $N_{t.p.}$, number of theoretical plates; As , peak asymmetry; RSD_{tr} , relative standard deviation of retention time; $RSD_{S_{peak}}$, relative standard deviation of the peak area; R , correlation coefficient; a , absolute term of the equation of a straight line; Δa , standard deviation of the term a from the equation of a straight line; \bar{Z} , average recovery of the method; RSD_z , relative standard deviation of the method recovery; RSD_{chem1} , relative standard deviation of the quantitation results, chemist No.1, RSD_{chem2} , relative standard deviation of the quantitation results, chemist No. 2; F , Fisher's test; t , Student's t -test. HPLC-MC/MS, high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry.

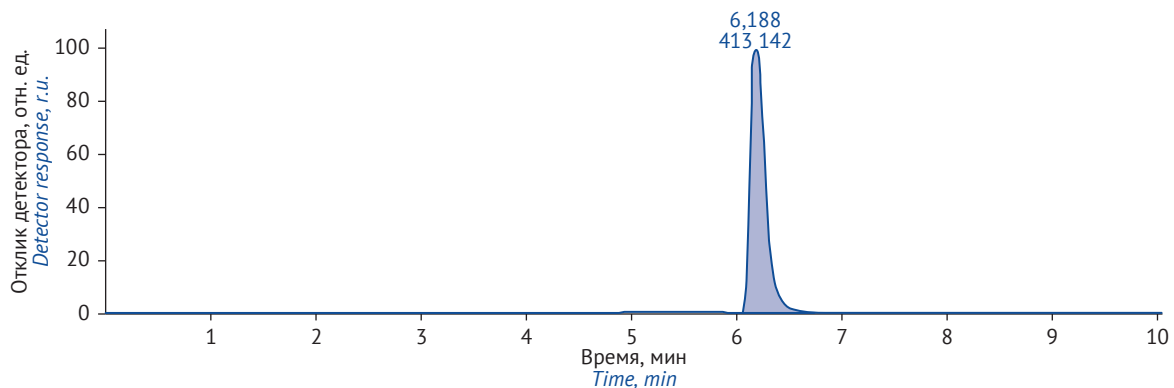


Рисунок подготовлен авторами по собственным данным / The figure was prepared by the authors using their own data

Рис. 4. Хроматограмма извлечения из лекарственного растительного сырья эхинацеи пурпурной, выращенной с использованием дикамбы**Fig. 4.** Extraction chromatogram from *Echinacea purpurea* pharmaceutical raw materials cultivated using dicamba

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Lerro CC, Hofmann JN, Andreotti G, et al. Dicamba use and cancer incidence in the agricultural health study: An updated analysis. *Int J Epidemiol.* 2020;49(4):1326–37. <https://doi.org/10.1093/ije/dyaa066>
2. Attademo AM, Lajmanovich RC, Peltzer PM, et al. Effects of the emulsifiable herbicide Dicamba on amphibian tadpoles: an underestimated toxicity risk? *Environ Sci Pollut Res Int.* 2021;28(24):31962–74. <https://doi.org/10.1007/s11356-021-13000-x>
3. Lerro C, Hofmann J, Andreotti G, et al. Dicamba use and cancer incidence in the agricultural health study: An updated analysis. *Int J Epidemiol.* 2020;49(4):1326–37. <https://doi.org/10.1093/ije/dyaa066>
4. Kowalska G. Pesticide residues in some polish herbs. *Agriculture.* 2020;10(5):154. <https://doi.org/10.3390/agriculture10050154>
5. Pandey S, Pant P, Dall'Acqua S. Advances in sample preparation methods for pesticide residue analysis in medicinal plants: A focus on Nepal. *Arch Pharm (Weinheim).* 2024;357(5):e2300652. <https://doi.org/10.1002/ardp.202300652>
6. Александров МА, Стрелова ОЮ, Гребенюк АН. Обзор литературных данных по токсическим свойствам гербицида дикамба. *Джanelидзевские чтения – 2025. Сборник научных трудов научно-практической конференции.* СПб; 2025. С. 50–2. Alexandrov MA, Strelova OYu, Grebenyuk AN. Review of literature data on the toxic properties of the herbicide dicamb. *Dzhanelidzevskie Chteniya – 2025. Collection of scientific papers of the scientific and practical conference.* St. Petersburg; 2025. P. 50–2 (In Russ.). EDN: [YMGFJU](https://doi.org/10.3390/molecules29245884)
7. Vargas Mena E, Herrera Giraldo ER, Gómez Castaño JA. Insights into the silylation of benzodiazepines using *N,O*-bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide (BSTFA): In search of optimal conditions for forensic analysis by GC-MS. *Molecules.* 2024;29(24):5884. <https://doi.org/10.3390/molecules29245884>
8. Liu Y, Hou X, Li X, et al. Simultaneous determination of 19 bromophenols by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) after derivatization. *Talanta.* 2024;274:126015. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2024.126015>
9. Вайнштейн ВА, Каухова ИЕ, Амелина ПС и др. Полиэкстракция травы эхинацеи системами экстрагентов с возрастающей полярностью. *Разработка и регистрация лекарственных средств.* 2018;(3):54–63. Vainshtein VA, Kauhova IE, Amelina PS, et al. Polyextraction of herbs of *Echinacea* by systems of extragents with rising polarity. *Drug Development & Registration.* 2018;(3):54–63 (In Russ.). EDN: [UYJXVL](https://doi.org/10.1016/j.talanta.2024.126015)

Вклад авторов. Все авторы подтверждают соответствие своего авторства критериям ICMJE. Наибольший вклад распределен следующим образом: О.Ю. Стрелова – разработка методики эксперимента по установлению количественного содержания и извлечению соединения из лекарственного растительного сырья; М.А. Александров – выращивание эхинацеи пурпурной с применением гербицидной смеси, изучение полученных образцов методами ГХ-МС и ВЭЖХ-МС/МС, проведение статистической обработки данных.

Authors' contributions. All the authors confirm that they meet the ICMJE criteria for authorship. The most significant contributions were as follows. *Olga Yu. Strelova* developed experimental methods in order to establish the quantitative content and extraction of compounds from medicinal plant raw materials. *Mark A. Aleksandrov* cultivated *Echinacea purpurea* using a herbicide mixture, studied the obtained samples using GC-MS and HPLC-MS/MS methods, and processed statistical data.

ОБ АВТОРАХ / AUTHORS

Александров Марк Антонович / Mark A. Aleksandrov

ORCID: <https://orcid.org/0009-0004-8560-2664>

Стрелова Ольга Юрьевна, д-р фарм. наук, профессор / **Olga Yu. Strelova**, Dr. Sci. (Pharm.), Professor

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6737-1023>

Поступила 21.06.2025

После доработки 10.02.2026

Принята к публикации 11.02.2026

Received June 21, 2025

Revised February 10, 2026

Accepted February 11, 2026