



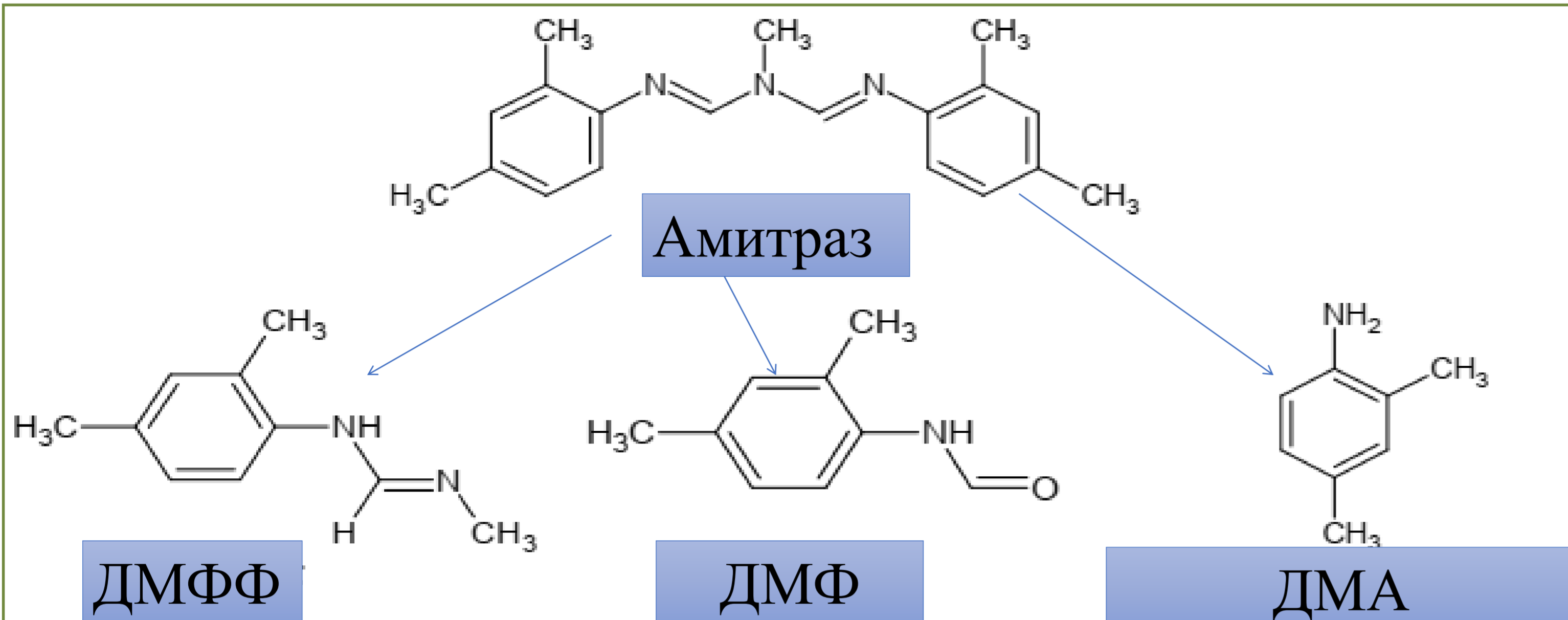
**Секция 13 «Медико-биологические науки №3  
(химия, биология, фармакология)»**

**КОНТРОЛЬ СОДЕРЖАНИЯ АМИТРАЗА И ЕГО МЕТАБОЛИТОВ В МЕДЕ МЕТОДОМ ВЭЖХ-МС/МС**

Полянских Е.И., Булгакова О.А., Бельшева Л.Л., Малиновская Е.А.

Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены»  
г. Минск, Республика Беларусь

**АКТУАЛЬНОСТЬ**



Амитраз используется для лечения варроатоза у сельскохозяйственных животных и пчел и остаточное количество данного инсектицида и его метаболитов (2,4-диметиланилина (DMA), N-(2,4-диметилфенил)-N'-метилформамида (DMFF) и 2,4-диметилформамида (DMF)) может присутствовать в продукции животноводства и меда.

Предельно допустимый уровень (ПДУ) для амитраза и суммы метаболитов: **от 0,01 до 0,40 мг/кг** в зависимости от вида пищевой продукции (требования ТР ТС 021/2011 «О безопасности пищевой продукции»)

Однако в отсутствие метрологически аттестованной методики, контроль содержания данного инсектицида и его метаболитов в пищевой продукции животного происхождения, в том числе в меде, аккредитованными лабораториями Республики Беларусь ранее не проводился.

**ЦЕЛЬ ИСЛЕДОВАНИЯ**

Целью работы являлась разработка методики выполнения измерений (МВИ) массовой доли амитраза и его метаболитов в продукции животноводства и меда, проведение скрининговых исследований продукции животноводства и меда для оценки степени ее контаминации амитразом и метаболитами.

**Условия хроматографирования**

Хроматограф Agilent 1200 и масс-спектрометрический детектор Agilent 6410	
Неподвижная фаза:	колонка хроматографическая Poroshel HPH-C <sub>18</sub> (4,6 мм × 100 мм), зернение 2,7 мкм, А (0,1 % водный раствор муравьиной кислоты), В (0,01 % ацетонитрильный раствор аммиака)
Подвижная фаза состава	градиентное элюирование
Условия подачи подвижной фазы	градиентное элюирование
Скорость подачи подвижной фазы	0,5 см <sup>3</sup> /мин
Температура термостата колонки	40 °С
Объем вводимой пробы	10 мм <sup>3</sup>

**Параметры масс-спектрометрического детектирования**

Аналит	«Родительский» ион, m/z	«Дочерние» ионы, m/z	Напряжение на фрагментаторе, В	Энергия соударений, В
Амитраз	294,2	163,1	25	13
		122,1		34
Амитраз-D3	297,2	166,1	30	14
		122,1		38
DMA	122,1	107,1	70	18
		79,1		26
DMFF	163,1	122,1	85	18
		107,1		26
DMF	150,1	107,1	85	23
		132,1		13

**Предложенные условия позволяют:**

- **достичь максимального отклика и удовлетворительного хроматографического разделения** амитраза и его основных метаболитов DMFF, DMF, DMA за счет использования хроматографической колонки заполненной обращеннофазным сорбентом, устойчивым к деградации в широком диапазоне pH, а также подвижной фазы состоящей из водного раствора муравьиной кислоты и ацетонитрильного раствора аммиака в градиентном режиме подачи элюентов;
- **достичь максимального извлечения** четырех аналитов из пищевой продукции и максимальной очистки экстракта от интерферирующих примесей за счет проведения стадии жидкость-жидкостной экстракции аналитов из водных растворов проб меда на картриджах, заполненных диатомовой землей при использовании в качестве экстрагента дихлорметана;
- **достичь концентрирования** аналитов за счет отгонки растворителя и растворении сухого остатка в ацетонитриле и воде меньшего объема.

**Выводы:**

Разработанная методика прошла метрологическую аттестацию в Белорусском государственном институте метрологии, утверждена в установленном порядке и может использоваться аккредитованными лабораториями Республики Беларусь для контроля безопасности продукции животноводства и меда.

**МВИ. МН 6330-2020** Массовая доля амитраза и его метаболитов в пищевой продукции животного происхождения. Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

**Схема проведения подготовки пробы**



**Метрологические характеристики МВИ**

Для оценки метрологических параметров методики проведены экспериментальные исследования пяти видов продукции животноводства (молоко, печень, почки, жир сельскохозяйственных животных, мед) с добавками аналитов, в концентрациях, охватывающих диапазон измерения разработанной методики.

Установлены относительные значения пределов:

**повторяемости** (от 8 % до 37 %),

**промежуточной прецизионности** (от 9 % до 60 %),

**относительной расширенной неопределенности** (от 17 % до 61 %)

для амитраза и его метаболитов в зависимости от диапазона измерений и вида исследуемой продукции.

Диапазон определяемых значений массовой доли амитраза и его метаболитов составляет:

для молока от 0,001 до 0,012 мг/кг,

для меда, печени, почек, жира-сырца – от 0,025 до 0,250 мг/кг.

**Практическое использование МВИ**

Согласно разработанной МВИ проведены скрининговые исследования 20 образцов молока коровьего, 20 образцов печени, 20 образцов почек и 20 образцов жира сельскохозяйственных животных, произведенных в РБ. Наличие амитраза и его метаболитов (DMA, DMF, DMFF) в данной продукции не обнаружено в пределах количественного определения методики, которая для молока составила 0,001 мг/кг, для печени, почек и жира – 0,025 мг/кг. Также проанализировано 80 образцов меда. Установлено, что содержание амитраза и его метаболитов в данной продукции не превышает максимально допустимый уровень (0,2 мг/кг для суммы амитраза и всех метаболитов, содержащих 2,4-диметиланилиновую группу). Метаболиты амитраза DMA и DMFF в данной продукции отсутствовали полностью, остаточное содержание метаболита DMF было обнаружено в 2 образцах меда и составило 0,0265 мг/кг и 0,029 мг/кг, что на порядок меньше установленного предельно допустимого уровня (ПДУ). Амитраз содержался в 7 образцах меда, произведенного на пасеках фермерских хозяйств Минской, Брестской и Гомельской областей. Его содержание варьировало в диапазоне концентраций от 0,0256 мг/кг до 0,1537 мг/кг, что также ниже ПДУ.