



Методика определения массовой доли сульфадимезина и метронидазола в пищевой продукции животного происхождения методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Докладчик: Полоневич Анна Геннадьевна
ведущий химик, лаборатория химии пищевых продуктов
+375 17 379 13 80, gannapalanevich@gmail.com

Разработчики: Бельшева Л.Л., Полоневич А.Г., Малиновская Е.А.

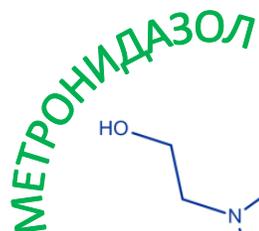
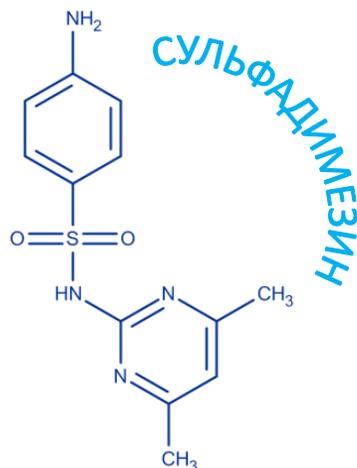


Номер методики: МВИ.МН 6282-2020

Сфера применения: контроль безопасности пищевой продукции;

Назначение: количественное определение сульфадимезина и метронидазола в пищевой продукции животного происхождения.

**НОРМИРОВАНИЕ:
СУЛЬФАДИМЕЗИН**



**НОРМИРОВАНИЕ:
МЕТРОНИДАЗОЛ**

| Сельскохозяйственные животные | Продукция | Решение коллегии ЕАЭС № 28 | Commission Regulation No 37/2010 (Codex Alimentarius) |
|------------------------------------|--------------------------------|----------------------------|---|
| все виды животных | мясо жир печень почки | 100 мкг/кг | 100 мкг/кг |
| крупный рогатый скот, овечки, козы | молоко | 25 мкг/кг | 100 мкг/кг (25 мкг/кг) |

| Сельскохозяйственные животные | Продукция | Решение коллегии ЕАЭС № 28 | Commission Regulation No 37/2010, (Codex Alimentarius) |
|--------------------------------|--------------------------------|-----------------------------|--|
| все виды животных, кроме птицы | мясо жир печень почки | не допуск.: < 100 мкг/кг | не допуск.: не определено |
| птица, аквакультуры, пчелы | вся | не допуск.. < 1 мкг/кг | не допуск.: не определено |



АНАЛИТЫ

- сульфадимезин (SDM)
- метронидазол (MNZ)

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

пищевая продукция животного происхождения

- молоко и молочная продукция;
- мясо, в т.ч. мясо птицы, субпродукты, жир;
- рыбная продукция;
- мёд

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЯ

молоко и молочная продукция

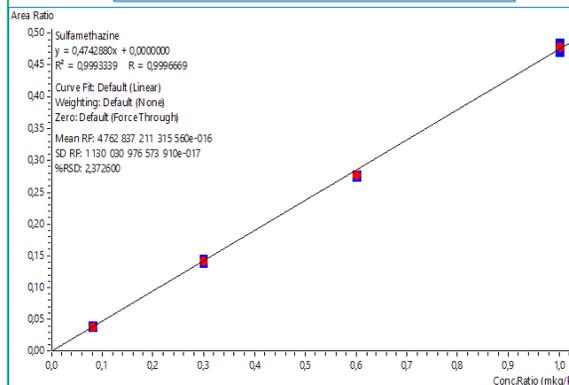
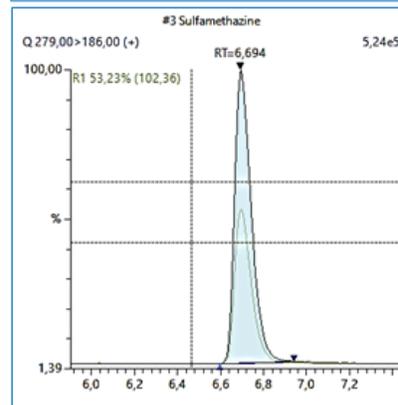
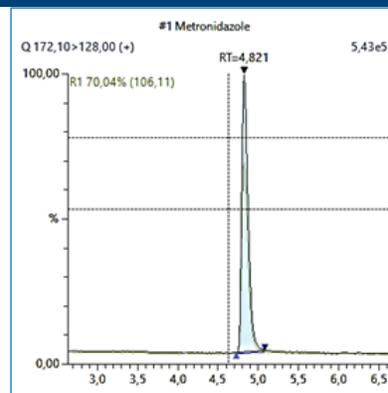
от 0,8 до 50,0 мкг/кг

- (0,8 – 10,0) мкг/кг
- (6,0 – 50,0) мкг/кг

кроме молока и молочной продукции

от 0,8 до 130,0 мкг/кг

- (0,8 – 10,0) мкг/кг
- (10,0 – 130,0) мкг/кг



СУЩНОСТЬ МЕТОДИКИ

ПРОБОПОДГОТОВКА:

- экстракция аналитов из пищевой матрицы водно-ацетонитрильной смесью,
- удаление органического растворителя,
- растворение остатка в воде,
- обезжиривание н-гексаном,
- очистка экстракта твердофазной экстракцией,
- упаривание,
- перерастворение в воде;

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ

- метод ВЭЖХ-МС/МС,
- режим регистрации множественных реакций (MRM),
- количественное определение методом внутреннего стандарта с использованием матричной градуировки.



ВЭЖХ

Колонка:

Zorbax SB C18 (2,1 мм x 150 мм; 3,5 мкм)

Подвижная фаза:

А – 0,1 % раствор муравьиной кислоты в воде

В – ацетонитрил

Поток: 0,3 мл/мин

Градиентное элюирование

Термостат колонки: 40 °С

Объем инъекции: 10 мкл

t_R MNZ: 4,8 мин

t_R SDM: 6,7 мин

МС/МС

| MRM (+) | MRM переход | энергия соударения, В |
|-----------------------------|-----------------|-----------------------|
| SDM | 279 → 186 / 124 | 18 / 23 |
| SDM-D4 (дейтерированный) | 283 → 186 | 18 |
| MNZ | 172 → 128 / 82 | 15 / 26 |
| MNZ-D3 (дейтерированный) | 175 → 131 | 13 |

Газ десольватации – 15 л/мин

Газ-распылитель – 3 л/мин

Линия десольватации – 190 °С

Блок-нагреватель – 350 °С

Напряжение на интерфейсе ионизации – 4,0 кВ



МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

($P=0,95$; $k=2$)

Стандартное отклонение повторяемости s_r , %

Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(ТО)}$, %

Предел повторяемости r , %

Предел промежуточной повторяемости $r_{I(ТО)}$, %

Расширенная неопределенность U , %

| аналит | Все матрицы | | | |
|------------|------------------|-------------|-----|-------------|
| | [0,8;130] мкг/кг | | | |
| | s_r | $s_{I(ТО)}$ | r | $r_{I(ТО)}$ |
| SDM | 5 | 8 | 13 | 22 |
| MNZ | | | | |

| аналит | Все матрицы | |
|------------|------------------|-------------|
| | [0,8; 10] мкг/кг | |
| | U | |
| | [0,8; 3,0] | (3,0; 10,0] |
| SDM | 40 | 23 |
| MNZ | 32 | 15 |

| аналит | Молочная продукция | |
|------------|--------------------|----------|
| | [6; 50] мкг/кг | |
| | U | |
| | [6; 25] | (25; 50] |
| SDM | 19 | 13 |
| MNZ | 20 | 13 |

| аналит | Кроме молочной продукции | |
|------------|--------------------------|-------------|
| | [10; 130] мкг/кг | |
| | U | |
| | [10; 30] | (30; 130,0] |
| SDM | 32 | 15 |
| MNZ | 26 | 14 |