



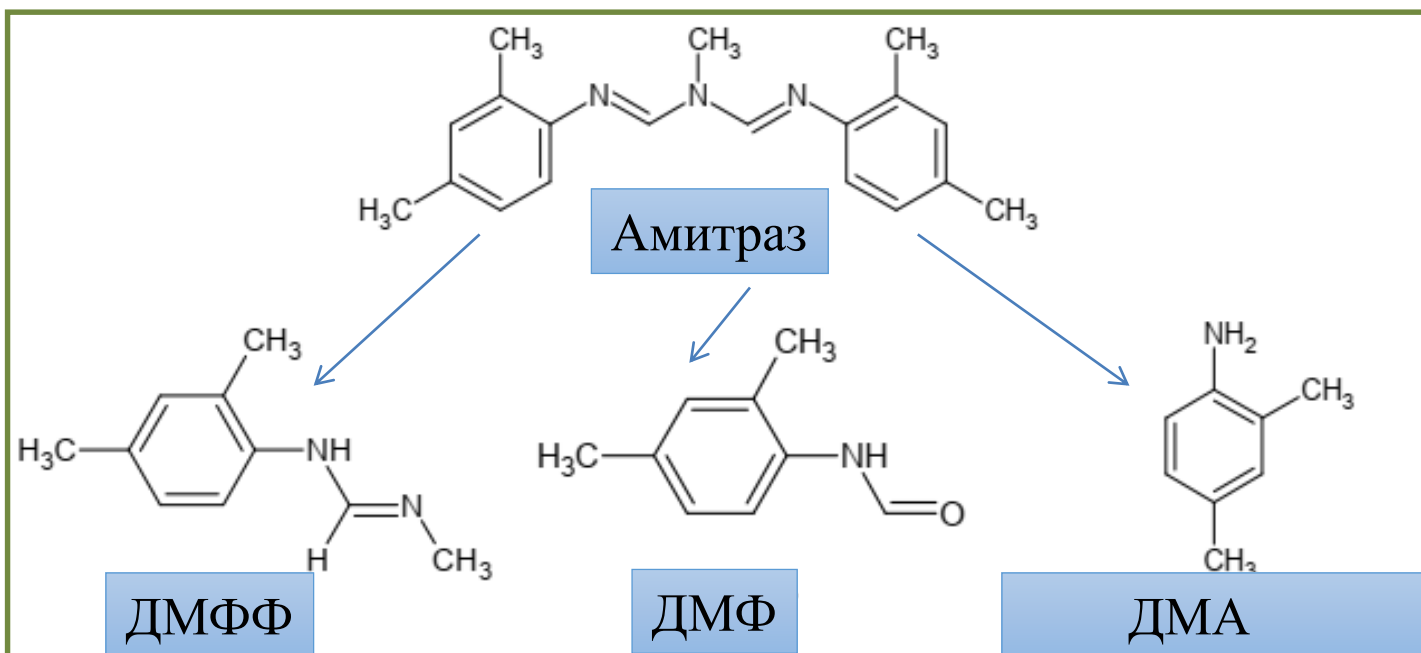
МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ АМИТРАЗА И ЕГО МЕТАБОЛИТОВ В ПРОДУКЦИИ ЖИВОТНОВОДСТВА И МЕДЕ (МВИ.МН 6330-2020)

Докладчик: Полянских Елена Ильинична
старший научный сотрудник лаборатории химии пищевых продуктов,
кандидат химических наук,
+375 29 180 49 20, alena.ip@mail.ru

Разработчики: Полянских Е.И., Бельшева Л.Л., Булгакова О.А.

Сфера применения: контроль безопасности пищевой продукции;

Назначение: количественное определение амитраза и его метаболитов (2,4-диметиланилин (ДМА), N-(2,4-диметилфенил)-N'-метилформамина (ДМФФ) и 2,4-диметилформамина (ДМФ)) в продукции животноводства и меде;



Амитраз используется для лечения варроатоза у сельскохозяйственных животных и пчел. Остаточное количество амитраза и его метаболитов может присутствовать в продукции животноводства и меде.

Предельно допустимый уровень (ПДУ) для амитраза и суммы метаболитов: от **0,01** до **0,40** мг/кг в зависимости от вида пищевой продукции



Условия хроматографирования

Хроматограф Agilent 1200 и масс-спектрометрический детектор Agilent 6410

Неподвижная фаза:	колонка хроматографическая Poroshel НРН-С ₁₈ (4.6 мм × 100 мм), зернение 2.7 мкм,
Подвижная фаза состава	А (0,1 % водный раствор муравьиной кислоты), В (0,01 % ацетонитрильный раствор аммиака)
Условия подачи подвижной фазы	градиентное элюирование
Скорость подачи подвижной фазы	0,5 см ³ /мин
Температура термостата колонки	40 °С
Объем вводимой пробы	10 мм ³

Параметры масс-спектрометрического детектирования

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



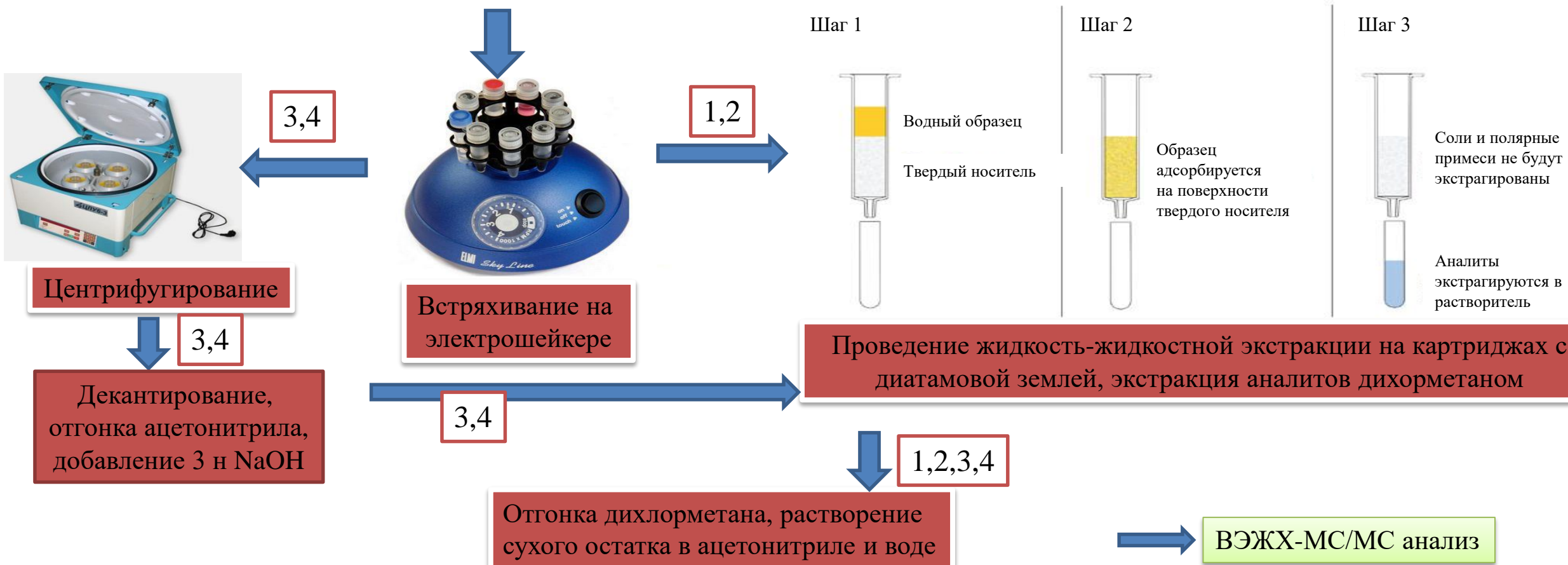
Условия пробоподготовки

1) 1 г меда + воды + внутренний стандарт + 3 н NaOH

2) 5 г молока + внутренний стандарт + 3 н NaOH

3,4) 1 г гомогенизированной пробы (печень, почки) + вода + внутренний стандарт + ацетонитрил

Виды пищевой продукции: 1) мед;
2) молоко;
3) почки, печень;
4) жир-сырец





Предложенные условия позволяют:

- **достичь максимального отклика и удовлетворительного хроматографического разделения** амитраза и его основных метаболитов ДМФФ, ДМФ, ДМА за счет использования хроматографической колонки заполненной обращеннофазным сорбентом, устойчивым к деструкции в широком диапазоне рН, 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.

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.