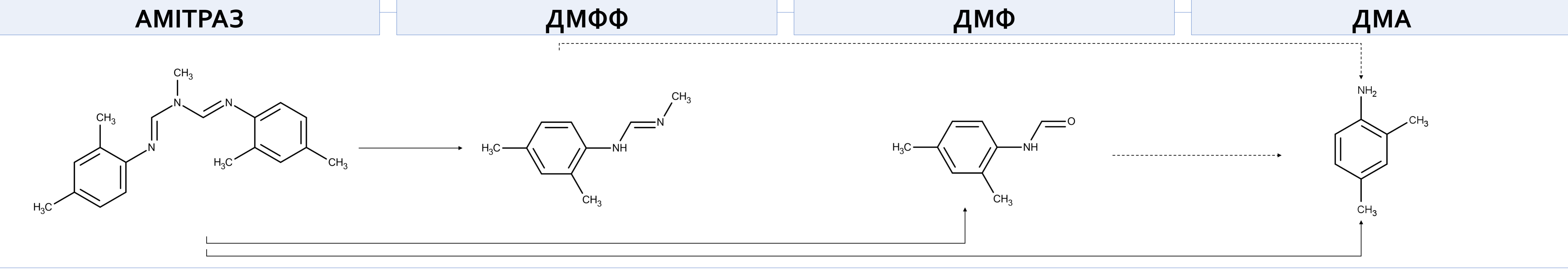




# АЦЭНЬВАННЕ СТУПЕНІ ВЫЦЯГВАННЯ, МАТРЫЧНАГА ЭФЕКТУ І АГУЛЬнай ЭФЕКТЫўНАСЦІ ПРАЦЭСУ ДЛЯ РАСПРАЦОўКІ МЕТОДЫКІ ВЫЗНАЧЭННЯ АМІТРАЗУ І ЯГО МЕТАБАЛІТАў У МЁДзе

Паланевіч Г.Г., Ляшчоў С.М., Булгакава В.А., Бельшава Л.Л.



### ПАДРыхТОўКА ўЗОРАў МЁДУ

- Узважванне 1.0 г мёду ў цэнтрыфужнай прабірцы.
- Растварэнне мёду ў водным раствору аміяку.
- Экстракцыя амітразу і яго метабалітаў дыхлорметанам, аднакратная.
- Канцэнтраванне арганічнага экстракту.
- Растварэнне сухога астатку ў 2 мл водна-ацэтанітрыльнага раствору аміяку.

### КОЛЬКАСНАЕ ВЫЗНАЧЭННЕ

- Метад ВЭВХ–МС/МС.
- Абернутафазавая храматаграфія.
- Іанізацыя электрараспыленнем.
- Рэгістрацыя станоўча зараджаных іонаў.
- Рэжым рэгістрацыі множных рэакцый (MRM).
- Колькасны разлік па найбольш інтэнсіўным дачынным іонам.

### АЦЭНЬВАННЕ ВЕЛІЧЫНЬ СТУПЕНІ ВЫЦЯГВАННЯ R, МАТРЫЧНАГА ЭФЕКТУ ME, АГУЛЬнай ЭФЕКТЫўНАСЦІ ПРАЦЭСУ PE

1. Падрыхтоўка 3-х серый раствораў амітразу, ДМФФ, ДМФ і ДМА канцэнтрацыямі 12.5, 40, 70, 95 і 125 нг/мл (адпавядаюць масавай долі рэчываў у мёдзе 25, 80, 140, 190 і 250 мкг/кг).

#### 1.1. (solvent standard)

Серыя раствораў у чыстым растваральніку.

#### 1.2. (pre-extraction standard)

Серыя матрычных раствораў, праз унясенне аналітаў да ўзважкі чыстага мёду перад пачаткам экстракцыі.

#### 1.3. (post-extraction standard)

Серыя матрычных раствораў, праз унясенне аналітаў пасля завяршэння пробападрыхтоўкі чыстых узораў мёду.

2. ВЭВХ–МС/МС аналіз раствораў 1.1–1.3.

3. Пабудова градуіровачных графікаў: для кожнага рэчыва па тры градуіровачныя графікі (для кожнай серыі раствораў).

Разлік каэфіцыентаў лінейнай рэгрэсіі **a** і **b** ( $y=a+bx$ ).

4. Разлік **R**, **ME**, **PE** праз параўнанне вуглоў нахілу графікаў **b**:

$$R = \frac{b_{\text{pre-extraction standard}}}{b_{\text{post-extraction standard}}} \times 100$$

$$ME = \frac{b_{\text{post-extraction standard}}}{b_{\text{solvent standard}}} \times 100$$

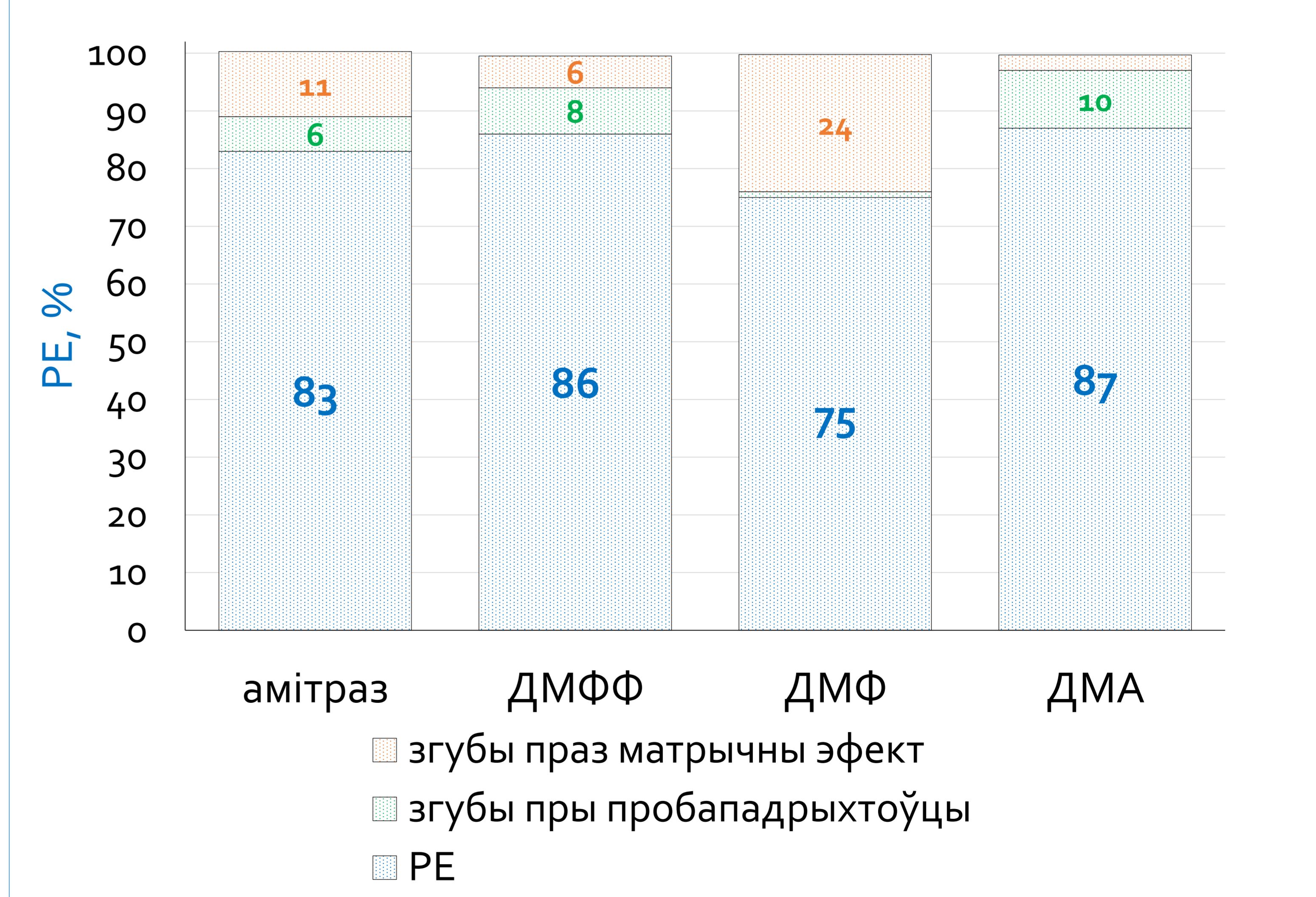
$$PE = \frac{b_{\text{pre-extraction standard}}}{b_{\text{solvent standard}}} \times 100$$

Табліца. Ацэнкі велічынь ступені выцягвання R, матрычнага эфекту ME, агульнай эфектыўнасці працэсу PE

Рэчыва	R, %	ME, %	PE, %
Амітраз	94	88	83
ДМФФ	92	94	86
ДМФ	99	76	75
ДМА	90	97	87

**Амітраз і ДМФ.** Адрозненне PE ад 100 % абумоўлена ў першую чаргу ўплывам матрычнага эфекту. Разлік іх утрымання ў мёдзе дастаткова праводзіць з выкарыстаннем градуіровачных раствораў, падрыхтаваных з выкарыстаннем экстрактаў чыстага ўзору мёду («matrix-matched calibration»).

**ДМФФ і ДМА.** Адрозненне PE ад 100 % ў большай ступені абумоўлена згубамі падчас пробападрыхтоўкі. Для іх кампенсацыі колькасны аналіз трэба праводзіць з выкарыстаннем градуіровачных раствораў, што правялі праз усе этапы пробападрыхтоўкі («matrix-fortified calibration»).



Для распрацоўкі metodyкі вызначэння амітразу і яго метабалітаў у мёдзе метадам ВЭВХ–МС/МС усталявалі неабходнасць выкарыстання матрычнай градуіроўкі («matrix-fortified calibration»).

Дыяпазон масавай долі аналітаў у мёдзе: 25 – 250 мкг/кг.



Рэспубліканскае ўнітарнае прадпрыемства  
«Навукова-практычны цэнтр гігіены»  
г. Мінск, Беларусь

Беларускі дзяржаўны ўніверсітэт

г. Мінск, Беларусь



## АЦЭНЬВАННЕ СТУПЕНІ ВЫЦЯГВАННЯ, МАТРЫЧНАГА ЭФЕКТУ І АГУЛЬнай ЭФЕКТЫўНАСЦІ ПРАЦЭСУ ДЛЯ РАСПРАЦОўКІ МЕТОДЫКІ ВЫЗНАЧЭННЯ АМІТРАЗУ І ЯГО МЕТАБАЛІТАў У МЁДЗЕ

Паланевіч Г.Г., Ляшчоў С.М., Булгакава В.А., Белышава Л.Л.

### ПАДРыхТОўКА ўЗОРАў МЁДУ

- Узважванне 1.0 г мёду ў цэнтрыфужнай прабірцы.
- Растварэнне мёду ў водным раствору аміяку.
- Экстракцыя амітразу і яго метабалітаў дыхлорметанам, аднакратная.
- Канцэнтраванне арганічнага экстракту.
- Растварэнне сухога астатку ў 2 мл водна-ацэтанітрыльнага раствору аміяку.

### КОЛЬКАСНАЕ ВЫЗНАЧЭННЕ

- Метад ВЭВХ–МС/МС.
- Абернутафазавая храматаграфія.
- Іанізацыя электрараспыленнем.
- Рэгістрацыя станоўча зараджаных іонаў.
- Рэжым рэгістрацыі множных рэакцый (MRM).
- Колькасны разлік па найбольш інтэнсіўным дачынным іонам.

**СТУПЕНІ ВЫЦЯГВАННЯ R,  
МАТРЫЧНАГА ЭФЕКТУ ME,  
АГУЛЬНАЙ ЭФЕКТЫЎНАСЦІ ПРАЦЭСУ PE**

1. Падрыхтоўка 3-х серый раствораў амітразу, ДМФФ, ДМФ і ДМА канцэнтрацыямі 12.5, 40, 70, 95 і 125 нг/мл (адпавядаюць масавай долі рэчываў у мёдзе 25, 80, 140, 190 і 250 мкг/кг).

**1.1. (solvent standard)**

Серыя раствораў у чыстым растваральніку.

**1.2. (pre-extraction standard)**

Серыя матрычных раствораў, праз унясенне аналітаў да ўзважкі чыстага мёду перад пачаткам экстракцыі.

**1.3. (post-extraction standard)**

Серыя матрычных раствораў, праз унясенне аналітаў пасля завяршэння пробападрыхтоўкі чыстых узораў мёду.

2. ВЭВХ–МС/МС аналіз раствораў 1.1–1.3.

3. Пабудова градуіровачных графікаў: для кожнага рэчыва па тры градуіровачныя графікі (для кожнай серыі раствораў).

Разлік каэфіцыентаў лінейнай рэгрэсіі **a** і **b** ( $y=a+bx$ ).

4. Разлік **R**, **ME**, **PE** праз параўнанне вуглоў нахілу графікаў **b**:

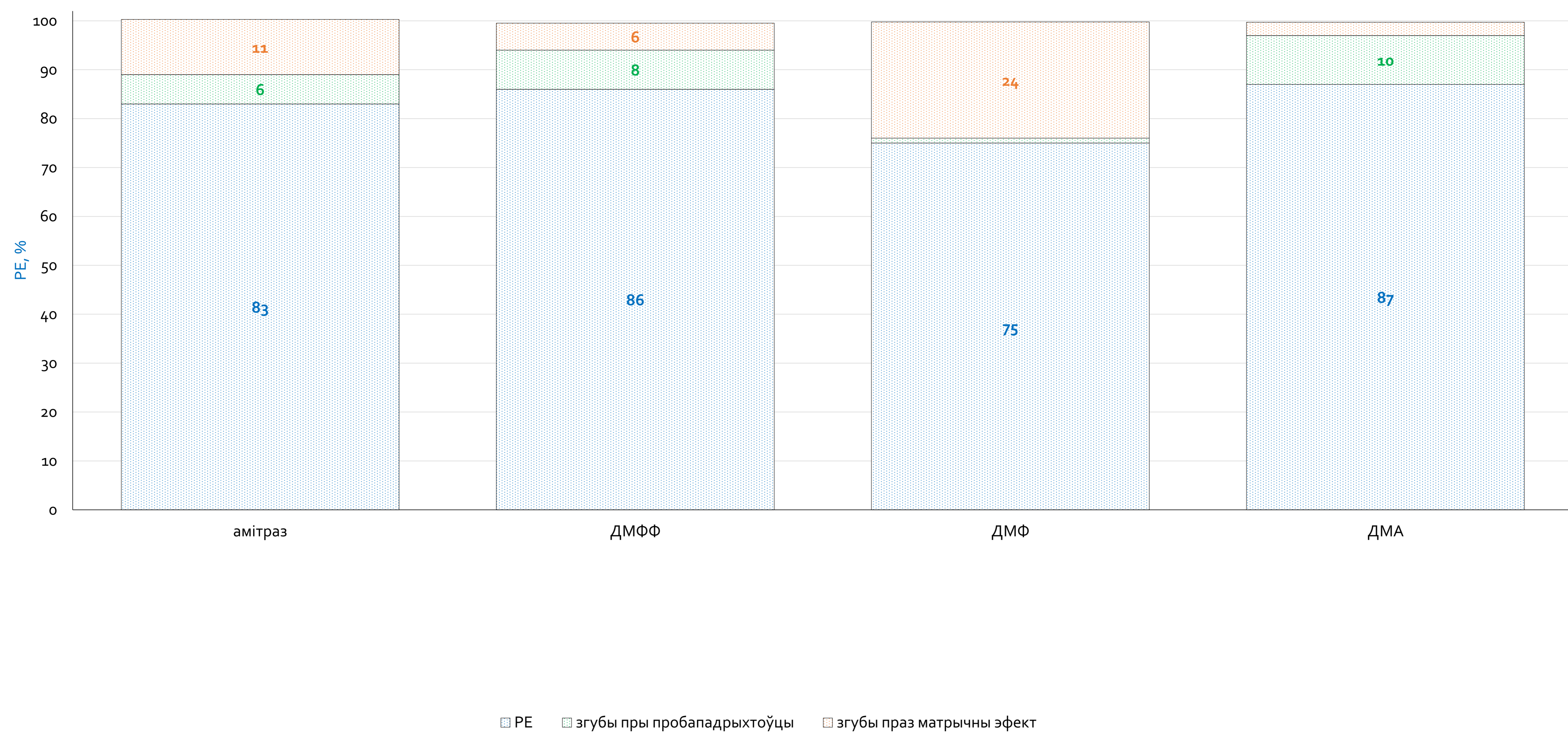
$$R = \frac{b_{\text{pre-extraction standard}}}{b_{\text{post-extraction standard}}} \times 100 \quad ME = \frac{b_{\text{post-extraction standard}}}{b_{\text{solvent standard}}} \times 100 \quad PE = \frac{b_{\text{pre-extraction standard}}}{b_{\text{solvent standard}}} \times 100$$

**Табліца. Ацэнкі велічынь ступені выцягвання R, матрычнага  
эфекту ME, агульнай эфектыўнасці працэсу PE**

Рэчыва	R, %	ME, %	PE, %
Амітраз	94	88	83
ДМФФ	92	94	86
ДМФ	99	76	75
ДМА	90	97	87

**Амітраз і ДМФ.** Адрозненне PE ад 100 % абумоўлена ў першую чаргу ўплывам матрычнага эфекту. Разлік іх утрымання ў мёдзе дастаткова праводзіць з выкарыстаннем градуіровачных раствораў, падрыхтаваных з выкарыстаннем экстрактаў чыстага ўзору мёду («matrix-matched calibration»).

**ДМФФ і ДМА.** Адрозненне PE ад 100 % ў большай ступені абумоўлена згубамі падчас пробападрыхтоўкі. Для іх кампенсацыі колькасны аналіз трэба праводзіць з выкарыстаннем градуіровачных раствораў, што правялі праз усе этапы пробападрыхтоўкі («matrix-fortified calibration»).



Для распрацоўкі методыкі вызначэння амітразу і яго метабалітаў у межах метадам ВЭВХ–МС/МС усталявалі неабходнасць выкарыстання матрычнай градуіроўкі («matrix-fortified calibration»).

Дыяпазон масавай долі аналітаў у межах: 25 – 250 мкг/кг.