

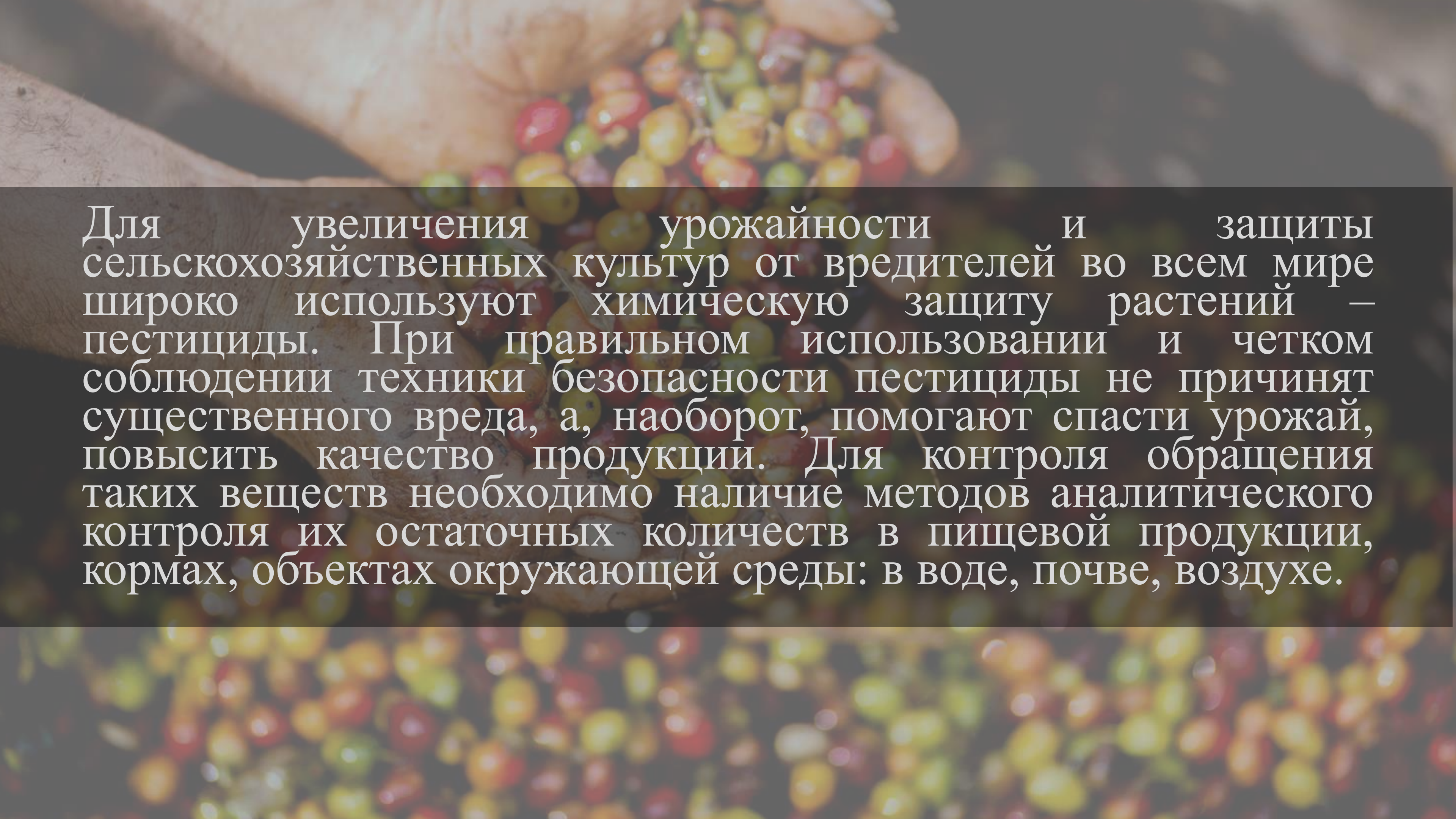


НИИ гигиены, токсикологии, эпидемиологии,  
вирусологии и микробиологии РЦГЭиОЗ

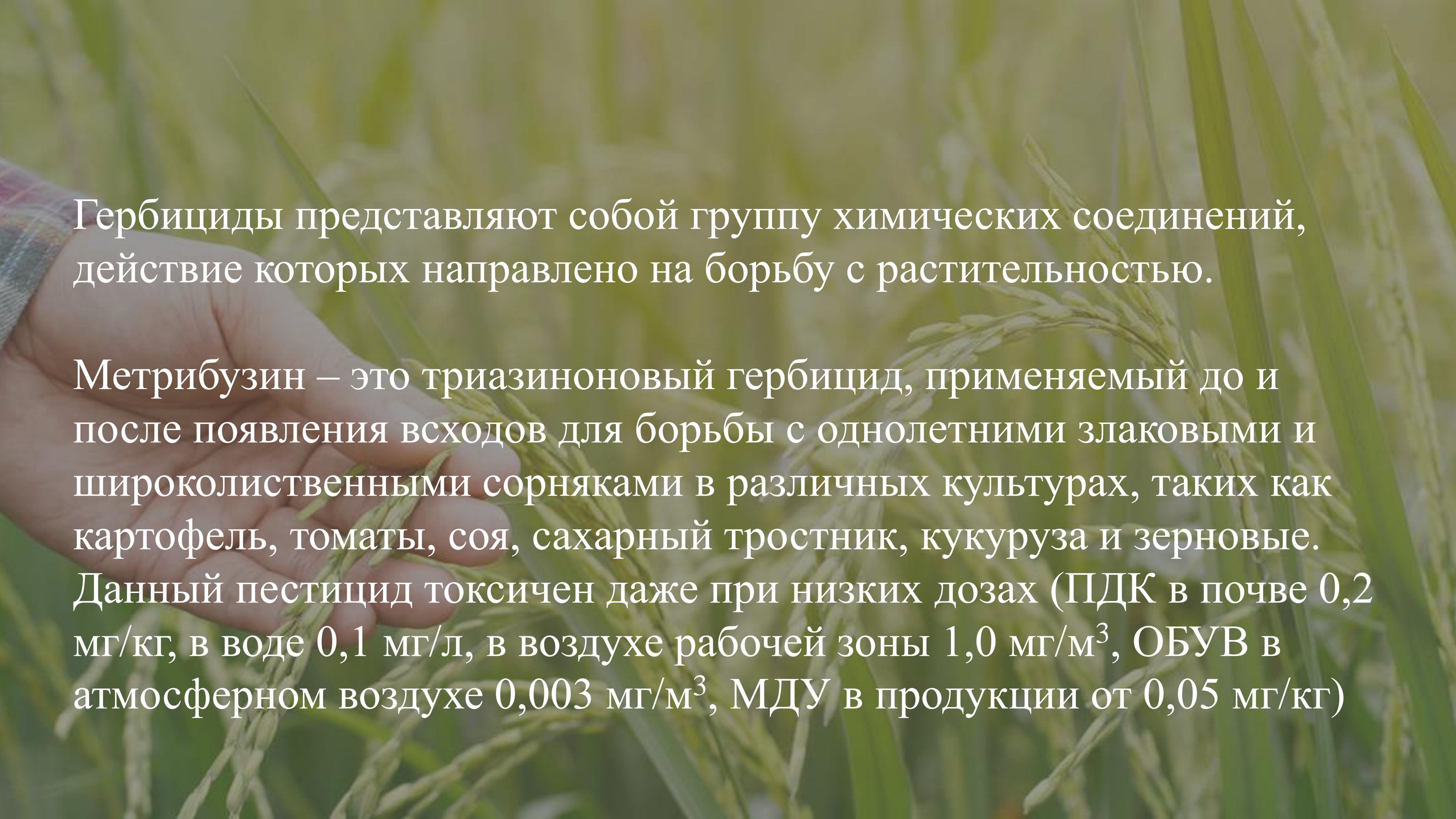
# Разработка параметров определения метрибузина в объектах экомониторинга методом тандемной масс- спектрометрии

Авторы: Е.Я. Рута-Жуковская  
Т.П. Крымская, К.В. Тимошенко  
И.М. Снапкова, Е.В. Колосова-Шить,  
И.С. Позняк

Научная сессия БГМУ, 30 января 2025 г.  
Секция «ГИГИЕНИЧЕСКИЕ НАУКИ И  
РАДИАЦИОННАЯ МЕДИЦИНА»

A close-up photograph of a hand holding a bunch of small, round cherry tomatoes in various colors including red, yellow, and green. The background is dark and out of focus.

Для увеличения урожайности и защиты сельскохозяйственных культур от вредителей во всем мире широко используют химическую защиту растений — пестициды. При правильном использовании и четком соблюдении техники безопасности пестициды не причинят существенного вреда, а, наоборот, помогают спасти урожай, повысить качество продукции. Для контроля обращения таких веществ необходимо наличие методов аналитического контроля их остаточных количеств в пищевой продукции, кормах, объектах окружающей среды: в воде, почве, воздухе.

A close-up photograph of a person's hand holding a stalk of grain, likely wheat or barley, against a background of a lush green field. The image is semi-transparent, allowing the text to be overlaid clearly.

Гербициды представляют собой группу химических соединений, действие которых направлено на борьбу с растительностью.

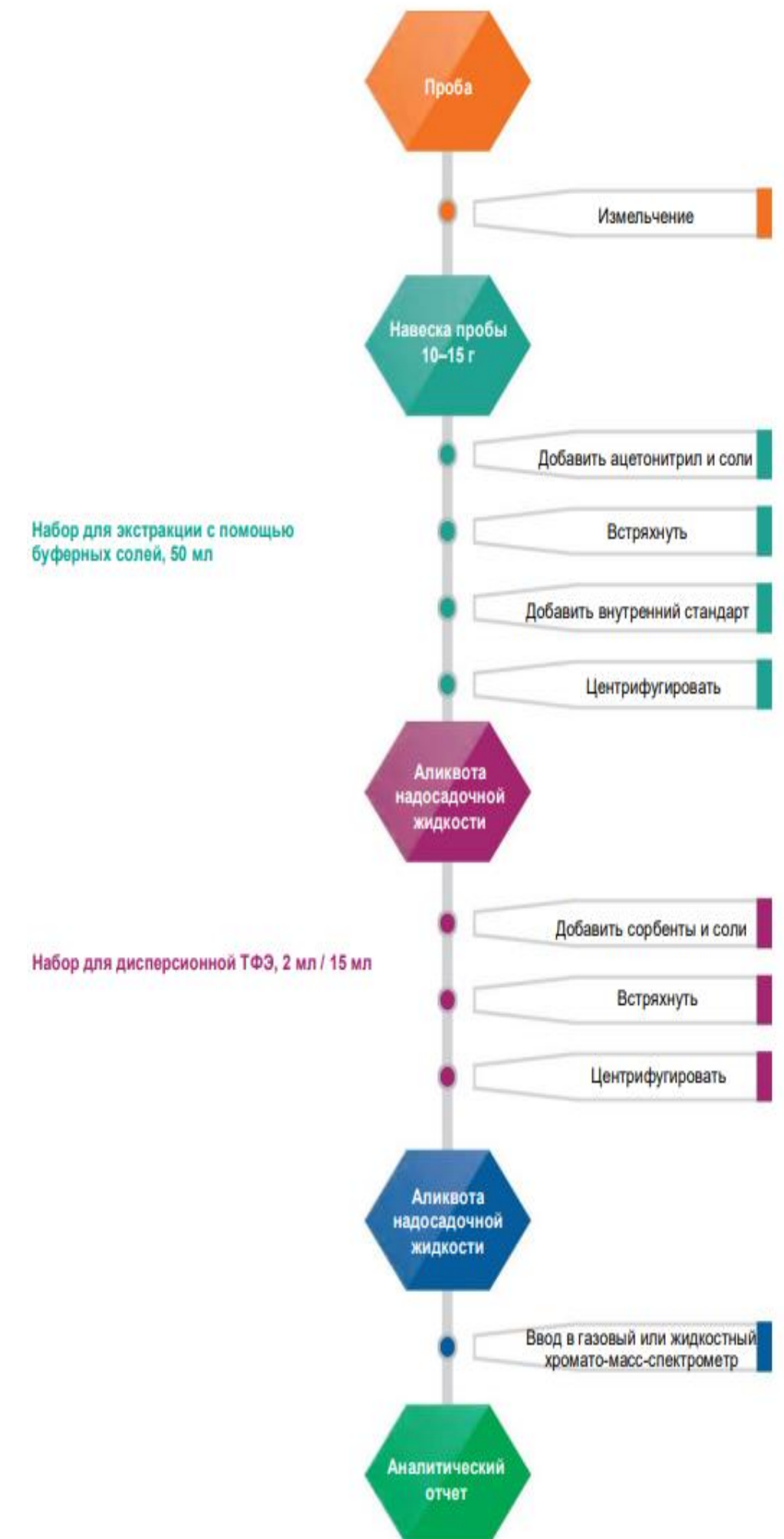
Метрибузин – это триазиноновый гербицид, применяемый до и после появления всходов для борьбы с однолетними злаковыми и широколиственными сорняками в различных культурах, таких как картофель, томаты, соя, сахарный тростник, кукуруза и зерновые. Данный пестицид токсичен даже при низких дозах (ПДК в почве 0,2 мг/кг, в воде 0,1 мг/л, в воздухе рабочей зоны 1,0 мг/м<sup>3</sup>, ОБУВ в атмосферном воздухе 0,003 мг/м<sup>3</sup>, МДУ в продукции от 0,05 мг/кг)

В 2002 г. в Риме на Европейском семинаре по остаточным содержаниям пестицидов впервые был представлен метод QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe – быстрый, простой, дешевый, эффективный, точный и надежный). Основан на диспергировании различных солей для повышения эффективности извлечения аналитов благодаря эффекту высаливания и последующей очистке экстракта сорбентами.

➤ Классический метод QuEChERS: – экстракция ацетонитрилом из навески измельченного образца; – разделение водной и органической фаз с помощью смеси сульфата магния и хлорида натрия; – отделение образца центрифугированием; – очистка экстракта с помощью дисперсионной твердофазной экстракции (аминсорбент, октадецилсилил-модифицированный силикагель, активированный уголь); – центрифугирование для отделения сорбента.

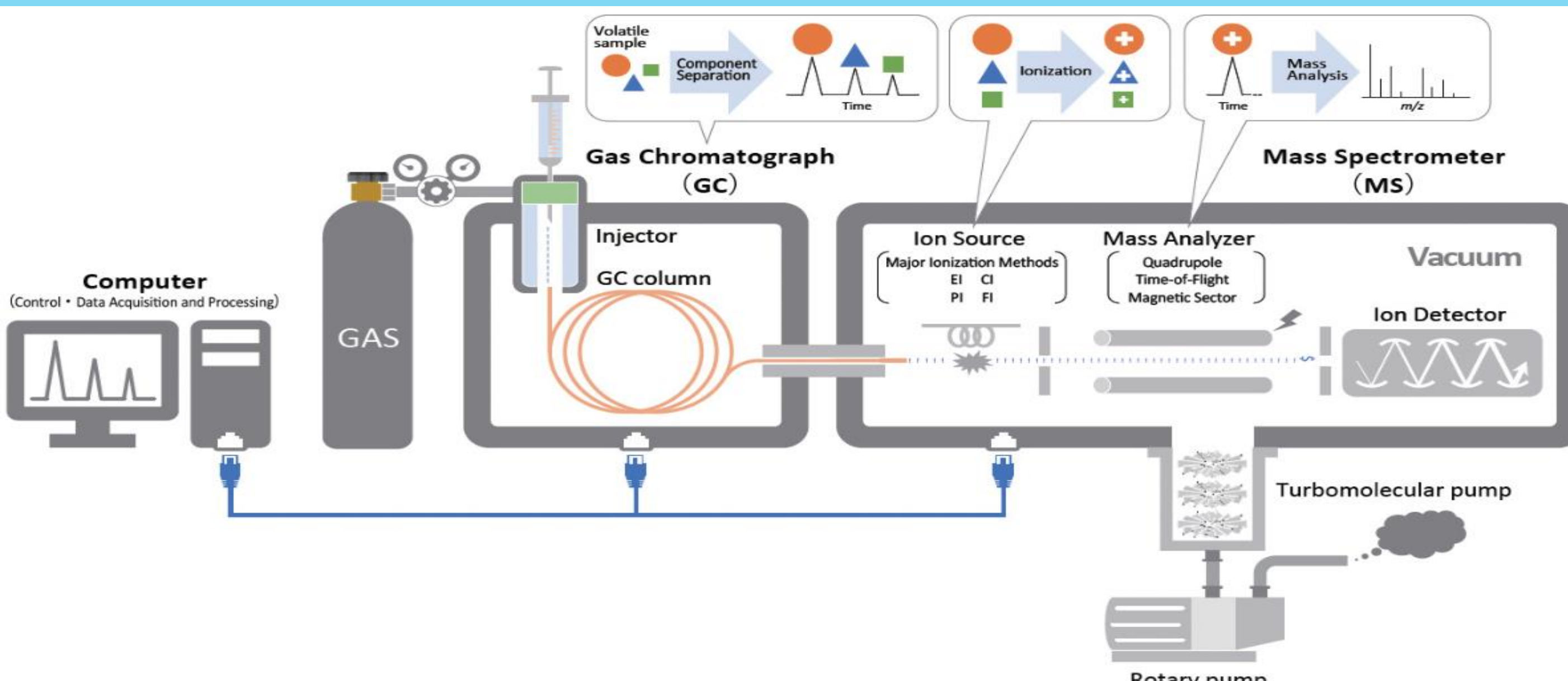
➤ Цитратный метод по СТБ EN 15662-2022: – экстракция ацетонитрилом из навески измельченного образца; – разделение водной и органической фаз с помощью смеси безводного сульфата магния, хлорида натрия, динатрия гидрогеницитрата полуторагидрата, тринатрия цитрата дигидрата; – отделение образца центрифугированием; – очистка экстракта с помощью дисперсионной твердофазной экстракции (аминсорбент, октадецилсилил-модифицированный силикагель, активированный уголь); – центрифугирование для отделения сорбента.

➤ Ацетатный метод по AOAC 2007.01: – экстракция ацетонитрилом из навески измельченного образца; – разделение водной и органической фаз с помощью смеси сульфата магния и ацетата натрия; – отделение образца центрифугированием; – очистка экстракта с помощью дисперсионной твердофазной экстракции (аминсорбент, октадецилсилил-модифицированный силикагель, активированный уголь); – центрифугирование для отделения сорбента.



Газовый хроматограф-масс-спектрометр (ГХ-МС) — аналитический прибор, сочетающий в себе газовый хроматограф (ГХ) и масс-спектрометр (МС). ГХ разделяет испаренные смешанные компоненты по принципу распределительной хроматографии, а МС ионизирует органические соединения, элюированные из ГХ, разделяет и детектирует их по массе ионов.

Целевыми компонентами ГХ-МС являются летучие соединения, и он широко используется для качественного анализа органических соединений, количественного анализа опасных веществ в окружающей среде и т. д.



**Цель работы** – разработка параметров хромато-масс-спектрометрического определения метрибузина в воде, воздухе, почве и растительных материалах.

**Дизайн эксперимента:**

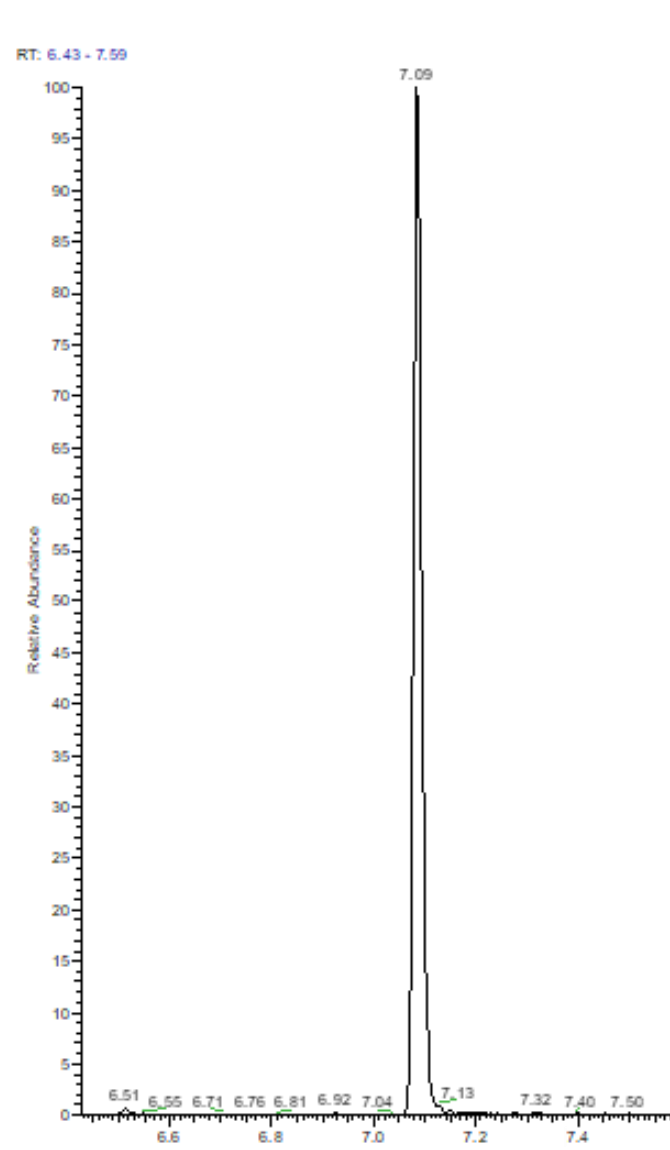
- оптимизация экстракции метрибузина из пищевой матрицы с использованием подхода QuEChERS
- разработка условий определения метрибузина в воде, воздухе, почве и растительных материалах с использованием ГХ-МС/МС

## Условия масс-спектрометрического анализа

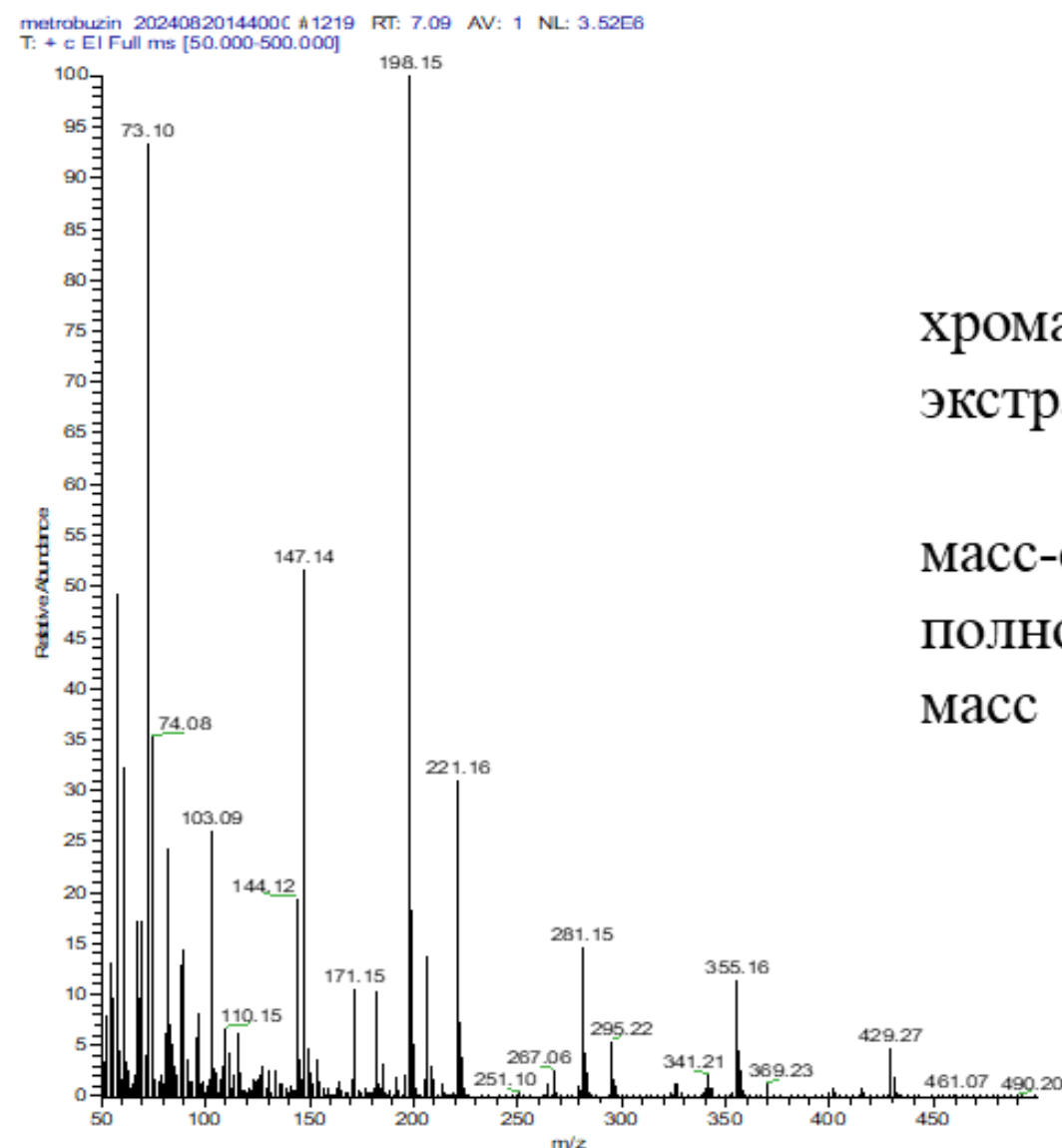
- газовый хроматограф Thermo Trace 1310 с масс-спектрометрическим детектором TSQ9000
- кварцевая хроматографическая колонка длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм и нанесенной неподвижной фазой DB-5MS (Agilent Technologies)
- объем пробы 1 мкл
- температура инжектора 280 °С
- температура передачи в масс-спектрометр 300 °С
- энергия электронов 70 эВ
- температура ионного источника 280 °С
- температура термостата колонки 120 °С в течение 1 мин после ввода пробы, затем до 300 °С при скорости 20 °С/мин



На первом этапе исследований было определено время удерживания и получен масс-спектр метрибузина в режиме полного сканирования (диапазон масс от 50 до 500 а.е.м, время сканирования 150 мс и температура источника ионов 280 °С). Масс-спектрометр работал в режиме ионизации электронным ударом при 70 эВ.



(а)



(б)

хроматограмма метрибузина,  
экстракция по иону 198 (а),

масс-спектр метрибузина в режиме  
полного сканирования диапазон  
масс от 50 до 500 а.е.м (б)

Структурная формула	Время удерживания, мин	Количественный ион (СЕ <sup>1</sup> )	Подтверждающий ион (СЕ)	Подтверждающий ион (СЕ)
	7,1	198,0→82,0 (16)	198,0→89,0 (20)	198,0→110,0 (10)

Количественная оценка изучаемого соединения в исследуемых средах была основана на внешней стандартной калибровке. Для количественной оценки метрибузина в растительном материале была выбрана калибровка, с добавлением пустых растительных экстрактов для исключения влияния матрицы на определение целевого соединения.

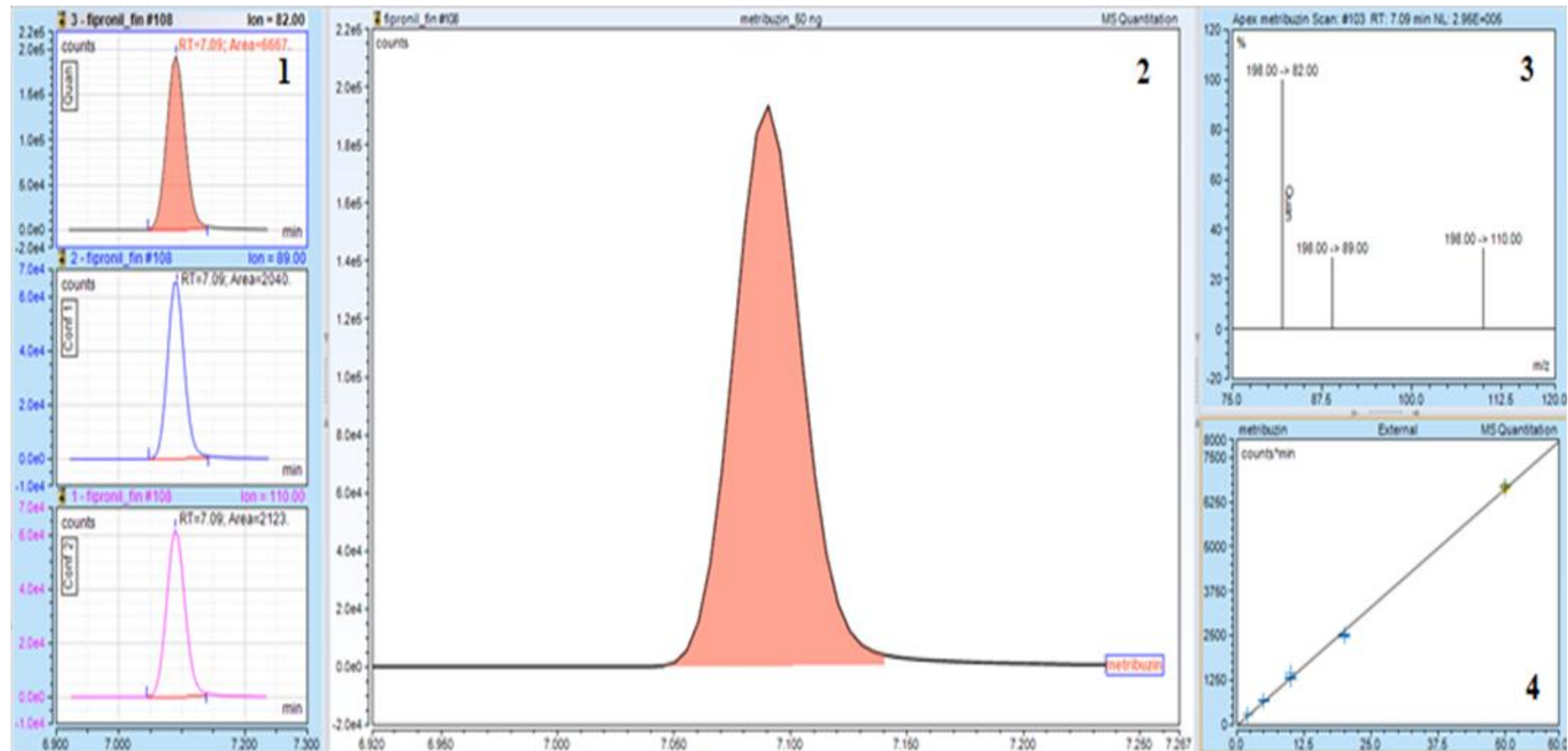


Рисунок – масс-спектрометрические данные стандартного образца, содержащей метрибузин в концентрации, 0,050 мкг/см<sup>3</sup>: 1) хроматограмма MRM переходов; 2) хроматограмма иона количественного определения; 3) масс-спектр пика метрибузина; 4) градуировочный график метрибузина.

# ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Комплекс методических приемов позволил разработать надежную высокочувствительную методику определения метрибузина:

- в питьевой воде с чувствительностью 0,04 мкг/дм<sup>3</sup>,
- в атмосферном воздухе 0,20 мкг/м<sup>3</sup>,
- для образцов почвы и растительного сырья 2 мкг/кг

«МЕТОДИКА ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕТРИБУЗИНА, ДЕЙСТВУЮЩЕГО ВЕЩЕСТВА ПРЕПАРАТА «МУТРИБУТ КС», В ОБЪЕКТАХ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ И РАСТИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ»



НИИ гигиены, токсикологии, эпидемиологии,  
вирусологии и микробиологии РЦГЭиОЗ

**Спасибо за внимание!**

Авторы: Е.Я. Рута-Жуковская  
Т.П. Крымская, К.В. Тимошенко  
И.М. Снапкова, Е.В. Колосова-Шить,  
И.С. Позняк

Научная сессия БГМУ, 30 января 2025 г.  
Секция «ГИГИЕНИЧЕСКИЕ НАУКИ И  
РАДИАЦИОННАЯ МЕДИЦИНА»