



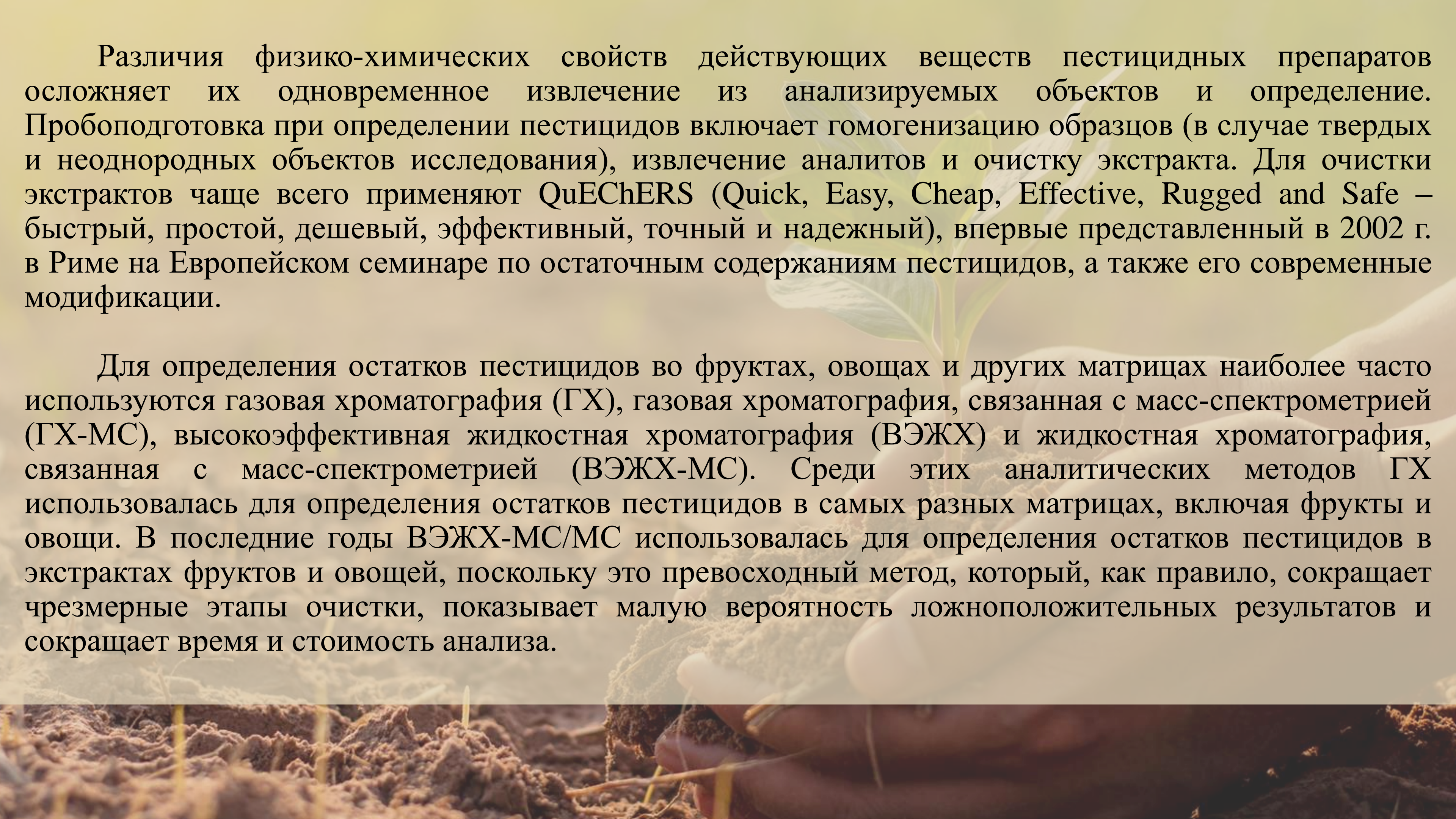
НИИ гигиены, токсикологии, эпидемиологии,
вирусологии и микробиологии РЦГЭиОЗ

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

Способ совместного определения 11 действующих веществ средств защиты растений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием

подпрограмма «Безопасность среды обитания человека» ГНТП «Научно-техническое обеспечение качества и доступности медицинских услуг» на 2021-2025

**Авторы: Е.Я. Рута-Жуковская
Т.П. Крымская, К.В. Тимошенко И.М. Снапкова,
Е.В. Колосова-Шить, Е.В. Федоренко, В.Г. Цыганков**



Различия физико-химических свойств действующих веществ пестицидных препаратов осложняет их одновременное извлечение из анализируемых объектов и определение. Пробоподготовка при определении пестицидов включает гомогенизацию образцов (в случае твердых и неоднородных объектов исследования), извлечение аналитов и очистку экстракта. Для очистки экстрактов чаще всего применяют QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe – быстрый, простой, дешевый, эффективный, точный и надежный), впервые представленный в 2002 г. в Риме на Европейском семинаре по остаточным содержаниям пестицидов, а также его современные модификации.

Для определения остатков пестицидов во фруктах, овощах и других матрицах наиболее часто используются газовая хроматография (ГХ), газовая хроматография, связанная с масс-спектрометрией (ГХ-МС), высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ) и жидкостная хроматография, связанная с масс-спектрометрией (ВЭЖХ-МС). Среди этих аналитических методов ГХ использовалась для определения остатков пестицидов в самых разных матрицах, включая фрукты и овощи. В последние годы ВЭЖХ-МС/МС использовалась для определения остатков пестицидов в экстрактах фруктов и овощей, поскольку это превосходный метод, который, как правило, сокращает чрезмерные этапы очистки, показывает малую вероятность ложноположительных результатов и сокращает время и стоимость анализа.

Цель работы – разработать способ совместного определения 11 действующих веществ средств защиты растений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с тандемным масс-спектрометрическим детектированием

Дизайн эксперимента:

- оптимизация экстракции метрибузина из пищевой матрицы с использованием подхода QuEChERS
- разработка способа совместного определения азоксистробина, ацетамиприда, бентазона, имидаклоприда, клотианидина, протиоконазола, тебуконазола, тиабендазола, флудиоксонила, хлорантранилипрола и хлорпирифоса, как средств защиты растений методом ВЭЖХ-МС/МС



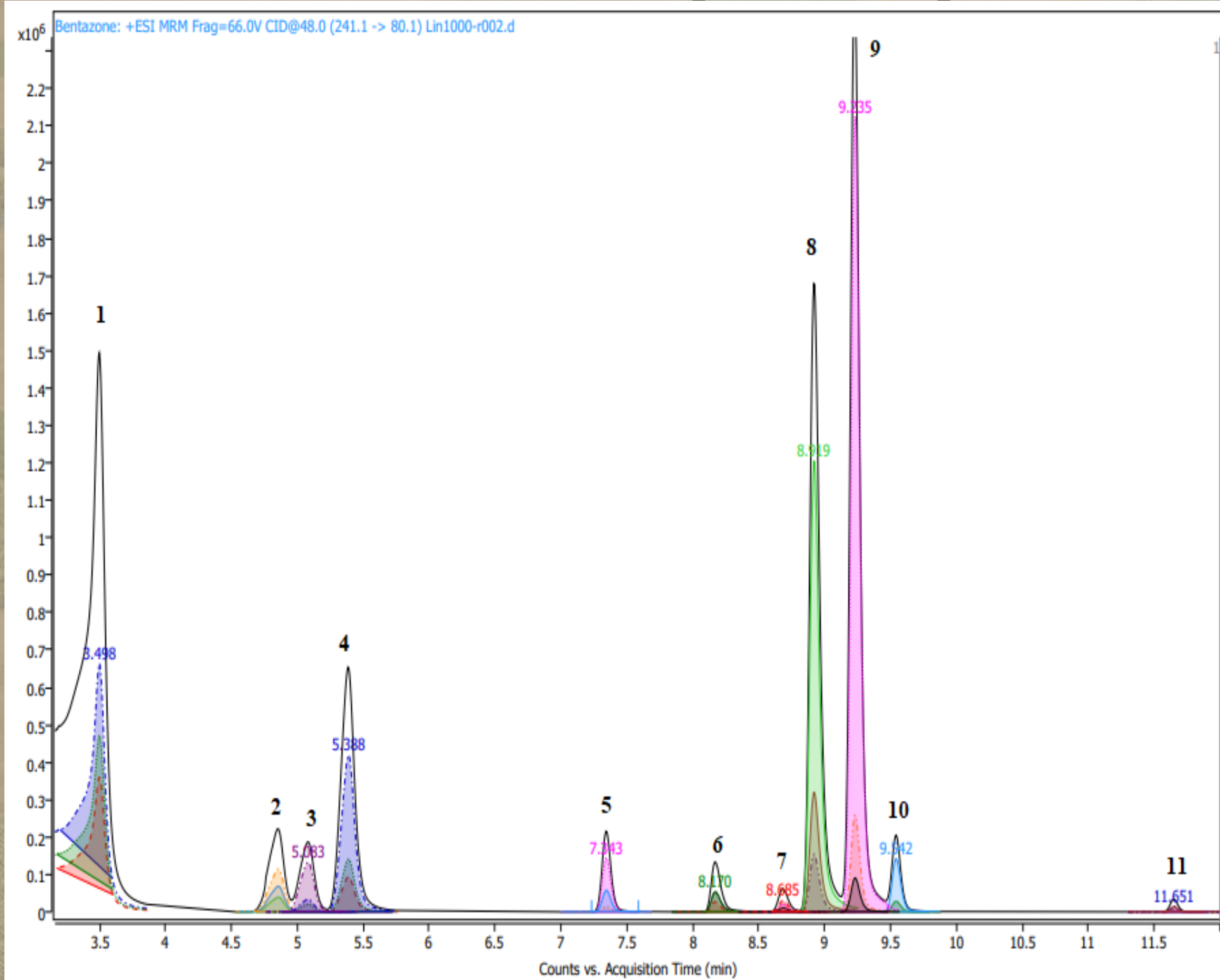
Масс-спектрометрия – физико-химический метод анализа вещества, заключается в переводе молекул образца в ионизированную форму с последующим разделением и регистрацией образующихся при этом положительных или отрицательных ионов.

Разработка аналитического метода была выполнена на жидкостном хроматографе Agilent 1290 Infinity II, соединенном с tandemным масс-спектрометром Ultivo G6400, ионизацией в электроспрее (ВЭЖХ-ESI-МС/МС), в режиме мониторинга множественных реакций (MRM) в режиме положительных ионов.

Условие	Значение	
подвижная фаза А	0,1% раствор муравьиной кислоты в воде деионизированной	
подвижная фаза В	0,1% раствор муравьиной кислоты в метаноле	
скорость потока подвижной фазы	0,2 мл/мин	
температура колонки	30 °С	
объем вводимой пробы	10 мкл	
время анализа	15 мин	
Программа элюирования		
Время анализа, мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза В, %
0	90	10
10	10	90
15	10	90
Параметры источника ионов		
тип ионизации	электрораспылительная ионизация (ESI)	
газ	азот	
температура подающего газа	350 °С	
скорость подающего газа	7 л/мин	
напряжение на капилляре	5000 В	
напряжение на конце капилляра	1000 В	
температура осушающего газа	350 °С	
скорость осушающего газа	7 л/мин	
давление на распылителе	30 psi (фунт/кв. дюйм)	
Время измерения	100 мс	
Напряжение на фрагменторе	70 В	

ДВ СЗР	Родительский ион, (m/z)	Дочерний ион, (m/z)	Энергия на коллизии в ячейке (СЕ), В	полярность
азоксистробин	404,1	372,1	12	+
		329,1	32	
		172,0	64	
ацетамиприд	223,1	126,0	20	+
		90,0	36	
		56,0	36	
бентазон	241,1	199,0	4	+
		92,2	40	
		80,1	48	
имидаклоприд	256,1	175,2	16	+
		84,0	16	
		78,1	68	
клотианидин	250,0	169,0	8	+
		131,9	16	
		113,0	28	
протиоконазол	344,0	326,1	8	+
		153,1	56	
		125,0	36	
тебуконазол	308,2	89,0	92	+
		70,0	24	
		43,0	108	
тиабендазол	202,0	175,0	28	+
		131,1	36	
		65,0	48	
флудиоксонил	247,0	180,0	32	+
		151,9	48	
		126,0	32	
хлорантранилипрол	482,0	284,0	8	+
		177,0	48	
		112,0	80	
хлорпирифос	349,9	197,8	16	-
		107,0	72	
		97,0	32	

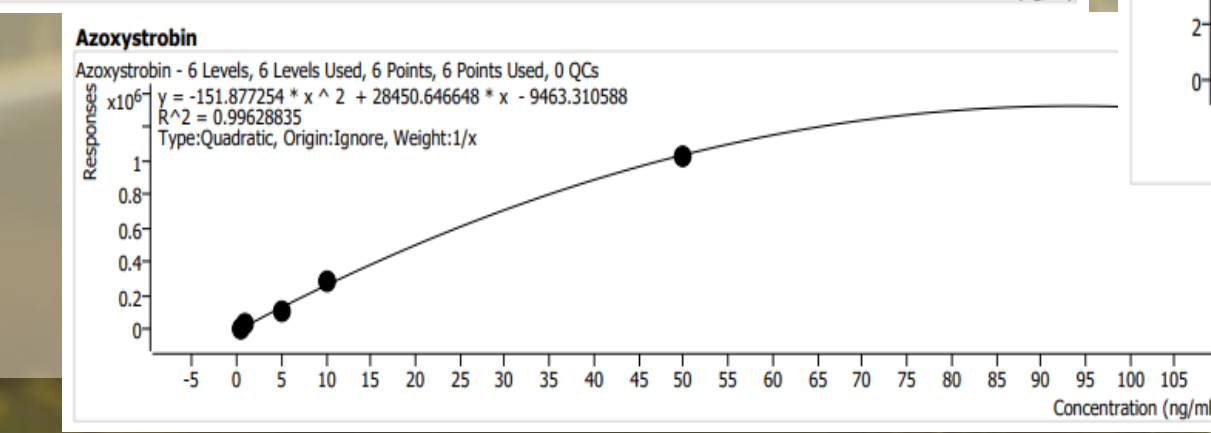
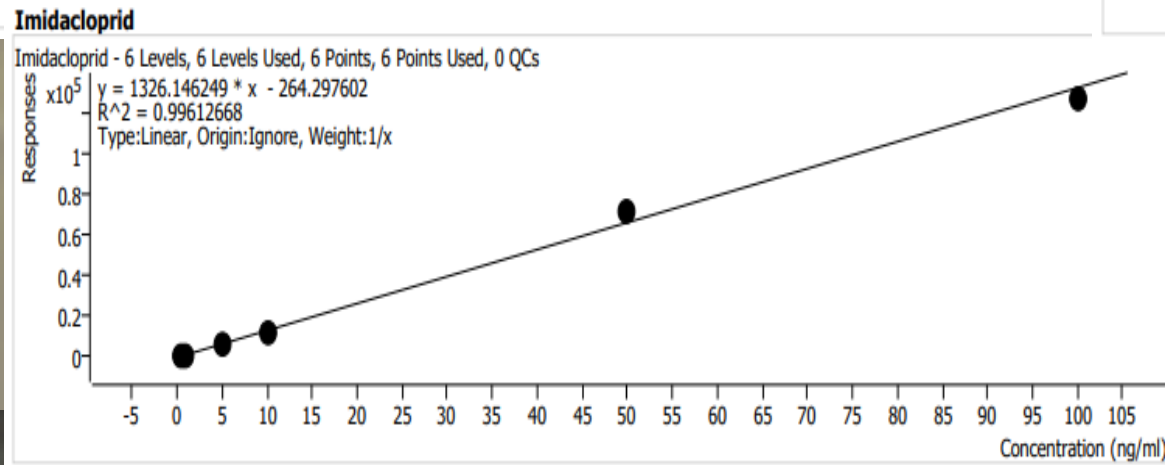
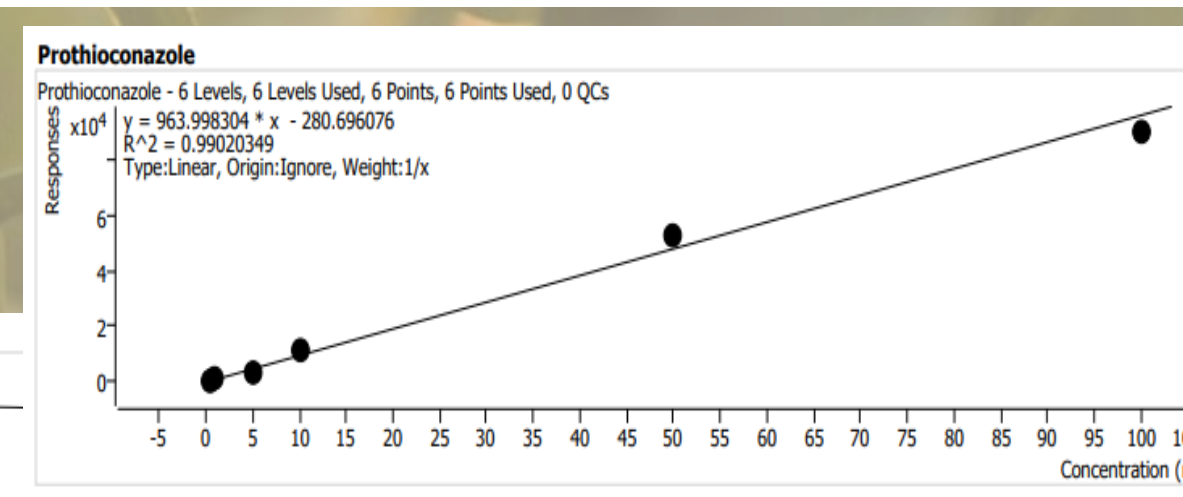
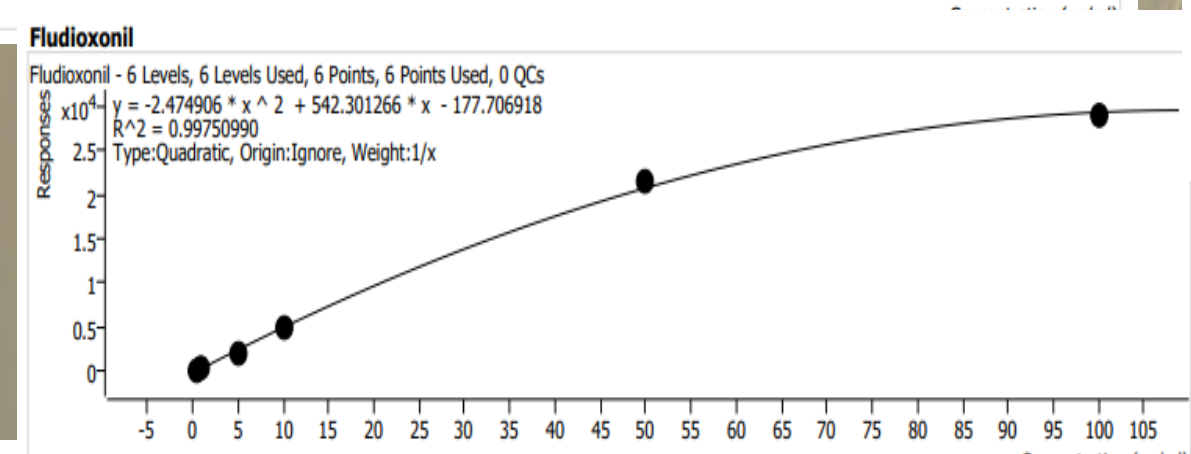
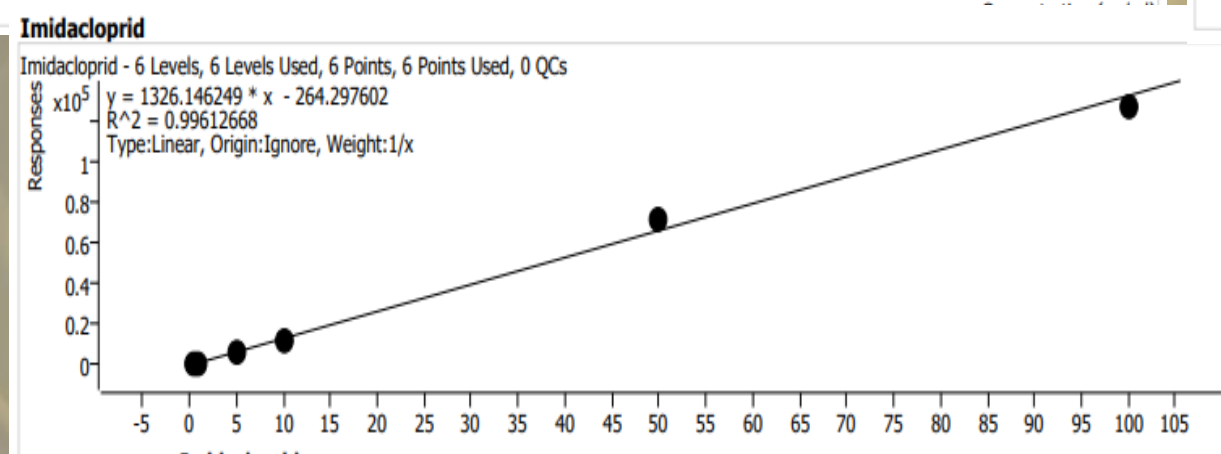
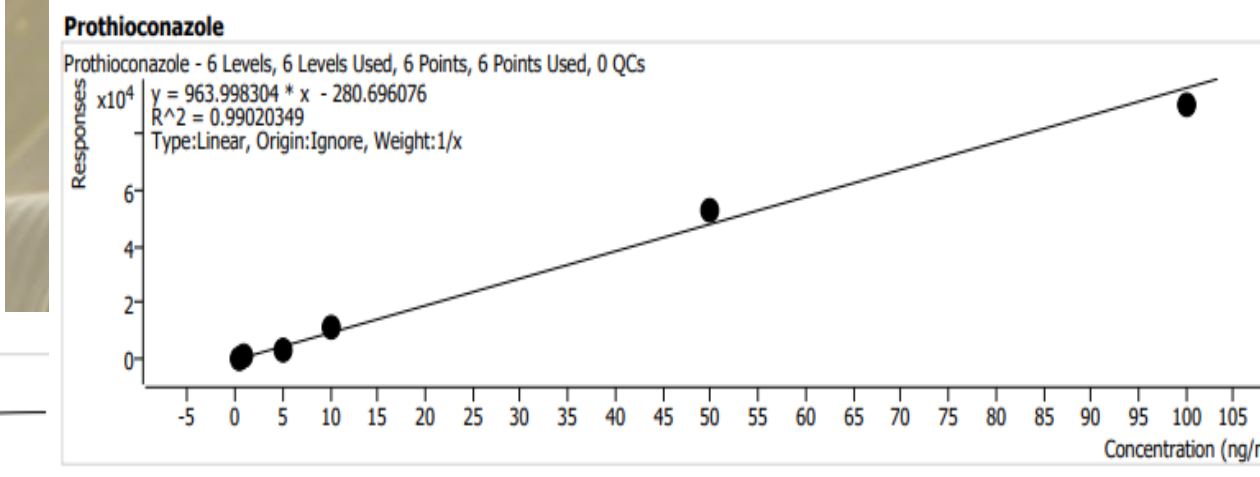
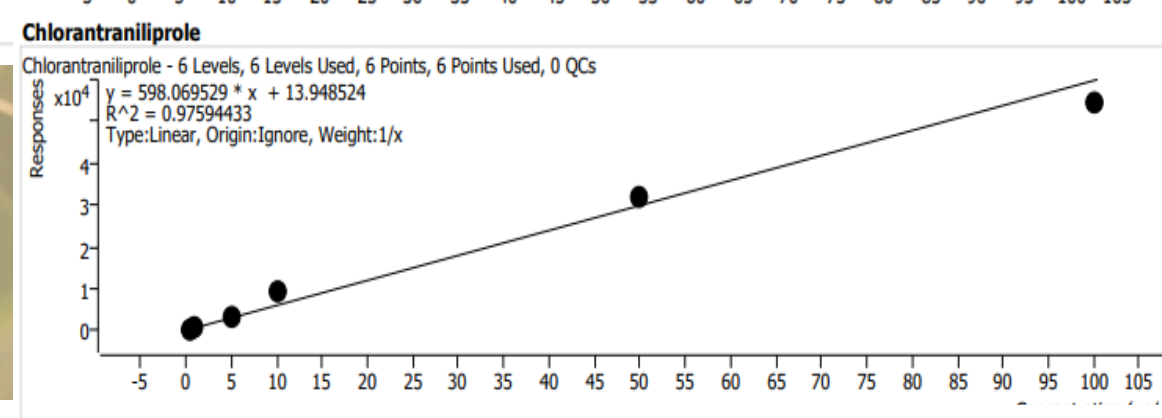
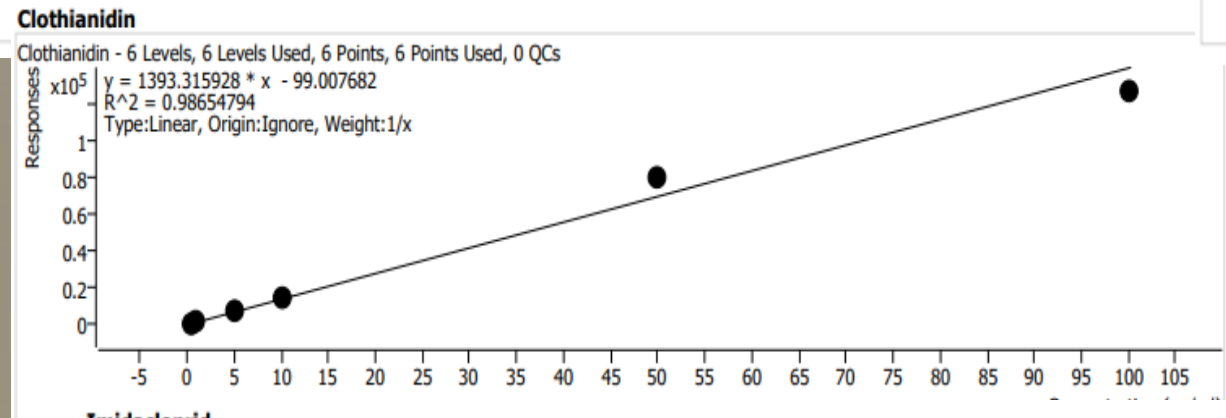
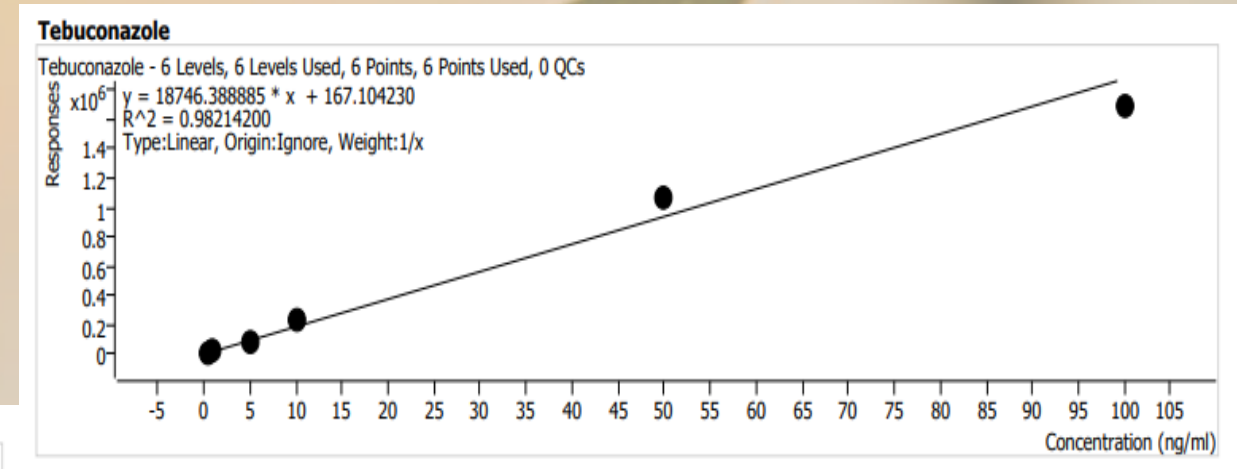
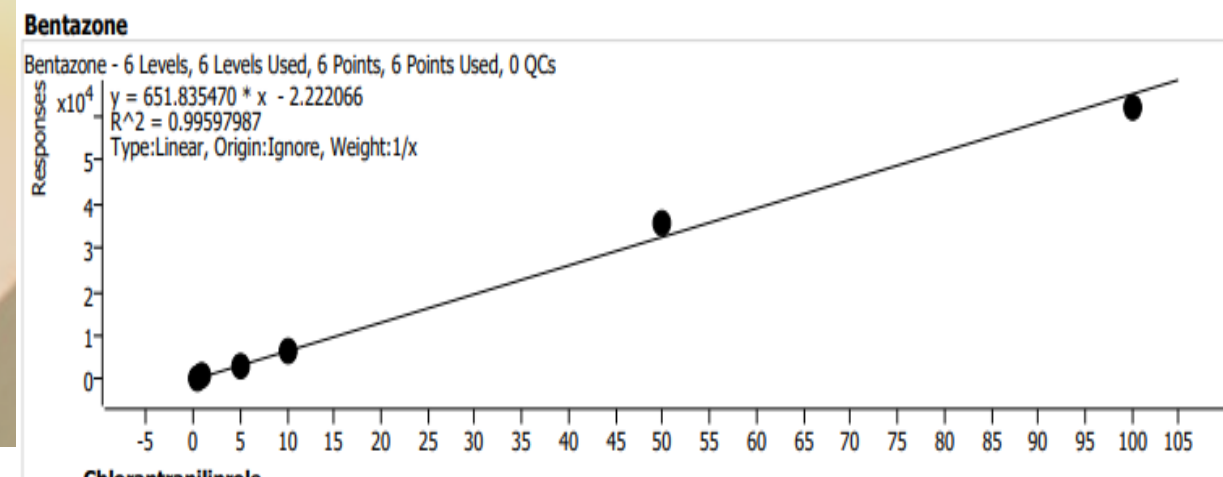
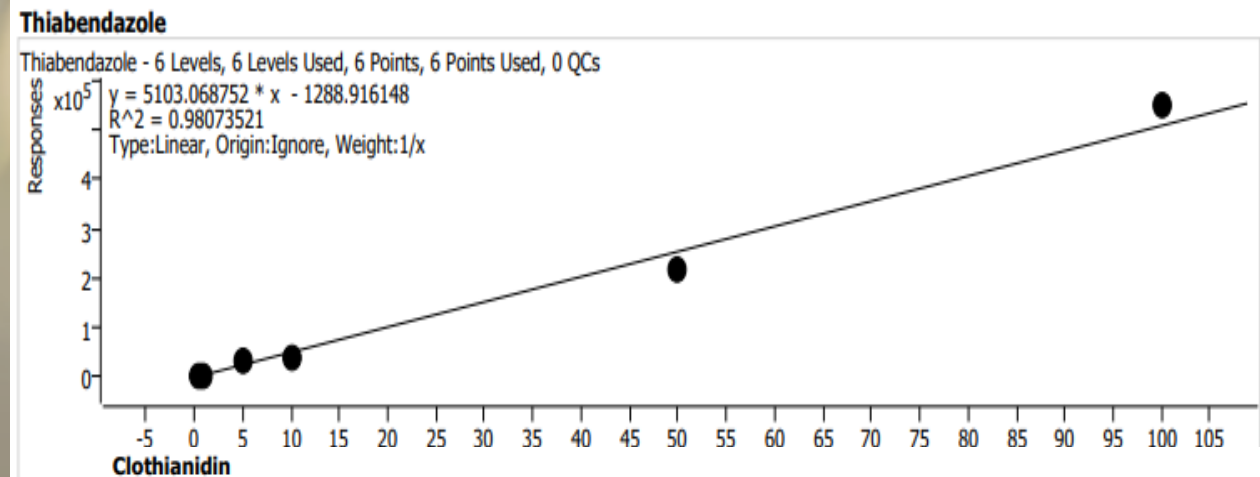
На рисунке представлены результаты хроматографического разделения действующих веществ средств защиты растений экстрагированные из зерна пшеницы с использованием подхода QuEChERS оптимизированным ранее.



Хроматограммы стандартных образцов ДВ СЗР, матрица зерно хлебных злаков (пшеница)

- 1) тиабендазол, экстракция по иону m/z 202,0;
- 2) клотианидин экстракция по иону m/z 250,0;
- 3) имидаклоприд, экстракция по иону m/z 256,1;
- 4) ацетамиприд, экстракция по иону m/z 223,1;
- 5) бентазон, экстракция по иону m/z 241,1;
- 6) хлорантранилипрол, экстракция по иону m/z 482,0;
- 7) флудиоксонил, экстракция по иону m/z 247,0;
- 8) азоксистробин, экстракция по иону m/z 404,1;
- 9) тебуконазол, экстракция по иону m/z 308,2;
- 10) протиоконазол, экстракция по иону m/z 344,0;
- 11) хлорпирифос, экстракция по иону m/z 349,9

В ходе работы были построены калибровочные зависимости для всех анализируемых действующих веществ средств защиты растений, приготовленных в анализируемых матрицах (кукуруза, картофель, зерно хлебных злаков (пшеница)) и воде, калибровочные концентрации варьировались от 0,5 нг/мл до 100 нг/мл.





Спасибо за внимание!

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

