

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ
Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены»

УТВЕРЖДАЮ

Директор государственного
предприятия
«НПЦГ»

С.И. Сычик
« 28 » 2020 г.



Система обеспечения единства измерений Республики Беларусь

МАССОВАЯ ДОЛЯ АМИТРАЗА И ЕГО МЕТАБОЛИТОВ
В ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

МВИ. МН 6330-2020



Минск, 2020

Свидетельство об аттестации методики № 1280/2020 от 28.12.2020

МВИ. МН 6330-2020

«Массовая доля амитраза и его метаболитов
в пищевой продукции животного происхождения.

Методика выполнения измерений методом высокоэффективной
жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием»

Принцип метода:

- экстракция амитраза и его метаболитов из пищевой матрицы при помощи ацетонитрильно-водной смеси;
- удаление органического растворителя;
- очистка водного экстракта и концентрирование аналитов при помощи жидкость-жидкостной экстракции на твердом носителе (на картриджах, заполненных диатомовой землей);
- анализ методом ВЭЖХ-МС/МС в режиме регистрации множественных реакций;
- количественное определение амитраза методом внутреннего стандарта с использованием матричной градуировки и определении ДМА, ДМФФ и ДМФ методом абсолютной матричной градуировки

ОСНОВНЫЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Таблица 1 – Относительные значения показателей повторяемости, промежуточной прецизионности, пределов повторяемости и промежуточной прецизионности при уровне доверия $P=0,95$ для меда, почек, печени, жира-сырца

Аналит	Диапазон измерения, мкг/кг	Стандартное отклонение повторяемости $s_r, \%$	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(TO)}, \%$	Предел повторяемости $r, \%$	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}, \%$
Амитраз	25,0 – 250,0	13,3	21,3	37,1	59,6
ДМА	25,0 – 250,0	3,2	3,2	9,0	8,9
ДМФФ	25,0 – 250,0	4,5	4,5	12,5	12,6
ДМФ	25,0 – 250,0	6,3	6,0	17,6	16,8

Таблица 2 – Относительные значения показателей повторяемости, промежуточной прецизионности, пределов повторяемости и промежуточной прецизионности при уровне доверия $P=0,95$ для молока

Аналит	Диапазон измерения, мкг/кг	Стандартное отклонение повторяемости $s_r, \%$	Стандартное отклонение промежуточной прецизионности $s_{I(TO)}, \%$	Предел повторяемости $r, \%$	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}, \%$
Амитраз	1,0 – 12,0	8,1	8,1	22,6	5,7
ДМА	1,0 – 12,0	2,9	3,1	8,1	2,1
ДМФФ	1,0 – 12,0	2,1	3,7	5,8	1,5
ДМФ	1,0 – 12,0	5,8	5,1	16,2	4,1

Диапазон определяемых значений массовой доли амитраза и его метаболитов составляет для молока от 1,0 до 10,0 мкг/кг, для меда, печени, почек, жира-сырца – от 5,0 до 50,0 мкг/кг.

При выполнении измерений рекомендуется применение следующего оборудования: жидкостной хроматограф с квадрупольным масс-спектрометрическим детектором, оснащенный источником элетрораспылительной ионизации, с диапазоном измерений m/z от 50 до 500 атомных единиц массы (а.е.м.), с пределом попускаемой погрешности m/z не более 0,2 а.е.м.