

Применение высокоэффективной жидкостной хроматографии – времяпролетной масс-спектрометрии для определения неоникотиноидных летальных интоксикантов пчел

© Рахметова*⁺ Эльвира Равелевна, Фицев Игорь Михайлович,
Мухарлямова Айсылу Завдатовна, Буркин Константин Евгеньевич,
Сайфутдинов Александр Маратович, Шлямина Оксана Викторовна
и Насыбуллина Жанна Равилевна

Федеральный центр токсикологической, радиационной и биологической безопасности.
ул. Научный городок-2. г. Казань. 420075. Республика Татарстан. Россия.
E-mail: elvira_rakhmetova@mail.ru

*Ведущий направление; ⁺Поддерживающий переписку

Ключевые слова: высокоэффективная жидкостная хроматография – времяпролетная масс-спектрометрия, летальные интоксиканты пчел, неоникотиноиды, экстракция QuEChERS, мультиметод.

Аннотация

Применение в сельском хозяйстве неконтролируемых токсических концентраций системных инсектицидов, относящихся к классу неоникотиноидов, оказывает негативное воздействие на жизнь медоносных пчел. Ситуация усугубляется тем, что по сравнению с другими пестицидами, неоникотиноиды обладают острой токсичностью по отношению к пчелам, способствующей их гибели. В настоящей работе представлен разработанный мультиметод качественного и количественного определения некоторых летальных интоксикантов пчел ряда неоникотиноидов: тиаметоксама, клотианидина, имидаклоприда и ацетамиприда методом высокоэффективной жидкостной хроматографии–квадруполь-времяпролетной тандемной масс-спектрометрии (ВЭЖХ-МС/МС). Подготовку проб для ВЭЖХ-МС/МС проводили модифицированным способом по технологии QuEChERS, с последующей доочисткой проб методом дисперсионной твёрдофазной экстракции (ТФЭ). Хроматографическое разделение осуществляли градиентной обращённо-фазовой ВЭЖХ, детектируя неоникотиноиды в режиме мониторинга множественных реакций (MRM). Проведенная оценка и проверка полноты степени извлечения неоникотиноидов модифицированным вариантом QuEChERS, по результатам ВЭЖХ-МС/МС определений, свидетельствуют о достигнутой высокой степени их извлечения.

В предложенных условиях хроматографического разделения аналитические сигналы определяемых неоникотиноидов характеризуются коэффициентами корреляции (r^2), равными 0.999. Установлены пределы обнаружения ($3 \cdot S_a/b$) детектируемых в условиях ВЭЖХ-МС/МС неоникотиноидов, составившие: $1.6 \cdot 10^{-3}$ мг/кг тиаметоксама и имидаклоприда; $1.8 \cdot 10^{-3}$ мг/кг ацетамиприда и $1.9 \cdot 10^{-3}$ мг/кг клотианидина. Разработанный мультиметод ВЭЖХ-МС/МС использован при скрининге материала мертвых пчел на содержание неоникотиноидов, являющихся их летальными интоксикантами.