**Разработка методики количественного определения остаточного содержания метаболитов нитрофуранов в продукции животноводства методом ВЭЖХ-МС/МС.**

***Некрасов Д.Ю.,1 Батов И.В.1***

*Научный сотрудник*

*1Всероссийский государственный Центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов,*

*Москва, Россия*

*E-mail:* *rusndu@yandex.ru*

Нитрофураны являются синтетическими антибактериальными средствами, получившими широкое применение в медицине и ветеринарии. Токсикологические исследования показали канцерогенные, тератогенные и мутагенные свойства нитрофуранов и их метаболитов [1].

Расхождения между нормативными актами ЕС и Таможенного Союза, регулирующими содержание нитрофуранов и их метаболитов в продукции животноводства выявили необходимость разработки актуального арбитражного метода, применимого в рамках законодательства Таможенного союза и имеющего предел количественного определения не выше 0.5 мкг/кг.

Нитрофураны не определяют непосредственно. Главная стратегия – определение маркерных дериватов метаболитов нитрофуранов. В организме нитрофураны метаболизируют, метаболиты, извлекаемые из пробы, подвергают процедуре дериватизации, дериваты идентифицируют и количественно определяют. В качестве дериватизирующего агента чаще всего выступает 2-нитробензилальдегид (НБА) [2].

Хроматографическое разделение проводили при помощи обращённо-фазовой колонки Agilent Pursuit 5 C18 (150 мм × 2,0 мм, 5 мкм). Подвижная фаза А – вода с 0,5 % муравьиной кислоты, формиат аммония с концентрацией 2 г/дм3, подвижная фаза Б – ацетонитрил-вода 9-1 с 0,25 % муравьиной кислоты, формиат аммония с концентрацией 2 г/дм3. Разделение аналитов проводили в градиентном режиме.

Масс-спектрометрический анализ проводили с помощью детектора AB Sciex QTRAP 6500 с ионизацией электроспреем (ESI). Детектирование проводили в двух режимах: положительном для НФ-АОЗ (метаболит фуразолидона), НФ-АМОЗ (метаболит фуралтадона), НФ-АГД (метаболит нитрофурантоина), НФ-СЕМ (метаболит нитрофуразона) и отрицательном для НФ-ДСГ (метаболит нифурсола).

В качестве отправной точки для разработки был выбран действующий ГОСТ 32014. Оптимизированная пробоподготовка обеспечивает высокую степень извлечения аналитов и нивелирует влияние матрицы. В качестве дополнительной очистки предложена твердофазная экстракция с использованием силикагеля в качестве неподвижной фазы.

В ходе экспериментов были построены градуировочные зависимости на матричных образцах мяса, мяса птицы, молока, молочной продукции, субпродуктов, яиц, рыбы, креветок, раков. Проведена оценка линейности и воспроизводимости методики, получены метрологические характеристики. Нижний предел количественного определения АОЗ, АМОЗ, СЕМ, ДСГ – 0,3 мкг/кг, АГД – 0,5 мкг/кг.

В результате исследований разработана надёжная, воспроизводимая и актуальная методика количественного определения остаточного содержания метаболитов нитрофуранов методом ВЭЖХ-МС/МС, отвечающая всем требованиям пищевой безопасности Таможенного Союза.

**Литература**

1. McCalla, D. R.. Mutagenicity of nitrofuran derivatives // Review. Environmental Mutagenesis, 1983 Vol 5(5) P. 745–765

2. Barbosa J., Freitas A., Moura S., Mourao J. L., Noronha da Silveira M. I., Ramos F. Detection, Accumulation, Distribution, and Depletion of Furaltadone and Nifursol Residues in Poultry Muscle, Liver, and Gizzard // J. Agric. Food Chem. 2011 Vol. 59. P. 11927–11934