

<https://doi.org/10.31279/2949-4796-2026-16-1-101-111>

# Определение пестицидов в подморе пчел с применением газовой хромато-масс-спектрометрии

## КОРРЕСПОНДЕНЦИЯ:

Алла Владимировна Новикова  
E-mail: navbaa@mail.ru

## ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ:

Халявин И.А., Екатерина С.О., Мурашкин М.Р., Новикова А.В. Определение пестицидов в подморе пчел с применением газовой хромато-масс-спектрометрии. *Аграрный вестник Северного Кавказа*. 2026;16(1):101-111. <https://doi.org/10.31279/2949-4796-2026-16-1-101-111> EDN DFXZGK

**ПОСТУПИЛА:** 14.02.2026

**ДОРАБОТАНА:** 30.02.2026

**ПРИНЯТА:** 10.03.2026

## КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ:

авторы сообщают об отсутствии конфликта интересов.

**COPYRIGHT:** © 2026 Халявин И.А.,  
Осинова Е.С.,  
Мурашкин М.Р.,  
Новикова А.В.



И.А. Халявин , Е.С. Осинова , М.Р. Мурашкин ,  
А.В. Новикова ✉  
ИЦНМВЛ ФГБУ «ВНИИЗЖ», Москва, Россия

## АННОТАЦИЯ

**ВВЕДЕНИЕ.** Пестициды, применяемые в сельском хозяйстве, могут вызывать гибель пчел – важнейших опылителей и биоиндикаторов экологического состояния. В Российской Федерации отсутствует нормативная база по контролю остаточного содержания пестицидов в подморе пчел, что затрудняет объективную диагностику причин гибели пчелиных семей.

**ЦЕЛЬ.** Разработка и аттестация методики определения 22 пестицидов в подморе пчел методом газовой хромато-масс-спектрометрии (ГХ-МС/МС) с использованием пробоподготовки по методу QuEChERS.

**МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ.** Исследования выполнены в Испытательной центральной научно-методической ветеринарной лаборатории ФГБУ «ВНИИЗЖ» (ИЦНМВЛ ФГБУ «ВНИИЗЖ», г. Москва) в 2024–2025 гг. Проанализировано 15 образцов подмора пчел. Экстракцию и очистку проводили по методу QuEChERS с применением ацетонитрила, набора солей цитрата, сорбентов PSA и C18. Анализ выполняли на хромато-масс-спектрометре GCMS-TQ8050 (Shimadzu) с колонкой Rxi-5ms. Валидацию методики проводили по показателям линейности, чувствительности, степени извлечения и селективности.

**РЕЗУЛЬТАТЫ.** Методика характеризуется линейностью калибровочных кривых с коэффициентом детерминации  $R^2 > 0,98$  для всех аналитов. Пределы количественного определения (LOQ) составили 0,012–0,018, пределы обнаружения (LOD) – 0,0041–0,0062 мг/кг. Степень извлечения варьировала от 88 до 97 %. Селективность метода подтверждена отсутствием мешающих хроматографических пиков на временах удерживания целевых соединений. Полученные значения соответствуют критериям приемлемости для мультиэстаточных методов анализа.

**ЗАКЛЮЧЕНИЕ.** Разработанная методика позволяет надежно идентифицировать и количественно определять 22 пестицида в подморе пчел и может быть рекомендована для лабораторной практики с целью установления причин острых и хронических отравлений пчелиных семей, а также для проведения мониторинговых исследований.

**КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА:** пчелиный подмор, пестициды, газовая хроматография-масс-спектрометрия, валидация метода, QuEChERS, анализ, обработка образцов

<https://doi.org/10.31279/2949-4796-2026-16-1-101-111>

# Determination of pesticides in bee mortality using gas chromatography-mass spectrometry

## CORRESPONDENCE:

Alla V. Novikova

E-mail: navbaa@mail.ru

## FOR CITATION:

Khalyavin I.A., Osinova E.S., Murashkin M.R., Novikova A.V. Determination of pesticides in bee mortality using gas chromatography-mass spectrometry. *Agrarian Bulletin of the North Caucasus*.

2026;16(1):101-111. (In Russ.)

<https://doi.org/10.31279/2949-4796-2026-16-1-101-111>

RECEIVED: 14.02.2026

REVISED: 30.02.2026

ACCEPTED: 10.03.2026

## DECLARATION OF COMPETING INTEREST:

none declared.

**COPYRIGHT:** © 2026 Khalyavin I.A., Osinova E.S., Murashkin M.R., Novikova A.V.



I.A. Khalyavin , E.S. Osinova , M.R. Murashkin ,  
A.V. Novikova ✉

Research Center for Scientific and Medical Research of Veterinary Medicine, Federal Center for Animal Health (ARRIAH), Moscow, Russia

## ABSTRACT

**INTRODUCTION.** Pesticides used in agriculture can cause the death of bees, which are crucial pollinators and bioindicators of ecological status. In Russia, there is no regulatory framework for the control of residual pesticide content in dead bees, complicating the objective diagnosis of causes of honey bee colony mortality.

**AIM.** To develop and validate a method for the determination of 22 pesticides in dead bees using gas chromatography–tandem mass spectrometry (GC-MS/MS) with QuEChERS-based sample preparation.

**MATERIALS AND METHODS.** The research was conducted at the Testing Central Scientific Methodological Veterinary Laboratory of FGBI “ARRIAH” (Moscow) in 2024–2025. A total of 15 samples of dead bees were analyzed. Extraction and purification were performed using the QuEChERS method with acetonitrile, a citrate salt mixture, and PSA and C18 sorbents. Analysis was carried out on a GCMS-TQ8050 (Shimadzu) chromatograph–mass spectrometer equipped with an Rxi-5ms column. Method validation was conducted based on linearity, sensitivity, recovery, and selectivity.

**RESULTS.** The method demonstrated linearity of calibration curves with coefficients of determination  $R^2 > 0.98$  for all analytes. Limits of quantification (LOQ) ranged from 0.012 to 0.018 mg/kg, and limits of detection (LOD) ranged from 0.0041 to 0.0062 mg/kg. Recovery rates varied from 88 to 97%. Selectivity was confirmed by the absence of interfering chromatographic peaks at the retention times of the target compounds. The obtained values meet the acceptability criteria for multi-residue analytical methods.

**CONCLUSION.** The developed method enables reliable identification and quantification of 22 pesticides in dead bees and can be recommended for use in laboratory practice to determine the causes of acute and chronic poisoning of honey bee colonies, as well as for conducting monitoring studies.

**KEYWORDS:** dead bees, pesticides, gas chromatography–tandem mass spectrometry, method validation, QuEChERS, analyte, sample preparation

## ВВЕДЕНИЕ

Пестициды являются одним из важнейших открытий, которое оказало влияние на развитие сельскохозяйственной отрасли за счет предотвращения роста заболеваний целевых культур, увеличения производства продуктов питания и кормовой базы для сельскохозяйственных животных, что оказало благоприятное влияние на валовой сбор урожая и экономическую безопасность государства. Однако, как и любые химические средства, пестициды обладают рядом негативных характеристик, которые при несоблюдении регламентов их применения могут оказывать нежелательное воздействие на биологические системы, а также накапливаться в сельскохозяйственной продукции и тем самым загрязнять её [1; 2]. Одним из наиболее значимых негативных эффектов является их способность аккумулироваться в почве, водных экосистемах и продуктах питания, а также мигрировать по трофическим цепям, увеличивая свою концентрацию на каждом последующем уровне. Это явление может привести к значительным изменениям в экосистемных балансах и потенциально негативно сказаться на здоровье человека и других организмов [3–5].

Термин «пестициды» включает в себя несколько классов химических соединений, один из которых – это инсектициды, применяющиеся для борьбы с насекомыми в основном у плодовых, декоративных деревьев, а также и в растениеводстве, результат которых оценивается как незаменимый агротехнологический процесс, обеспечивающий параметры роста и продуктивности растений [6–8]. Однако их использование приводит к гибели нецелевых видов насекомых, таких как пчелы, с которыми сталкиваются ежегодно пчеловоды [9; 10]. Несмотря на принятый ряд мер, в том числе и законодательных, пчеловоды продолжают сталкиваться с мором пчелиных семей. Специалисты выделяют две основные причины: болезни пчел различной этиологии и отравления химикатами в период аграрных работ.

Основными видами отравления насекомых являются контактное, пероральное и ингаляционное отравление. По клиническим проявлениям выделяют течение заболевания/отравления в острой и хронической формах. При острой форме пчелы становятся малоподвижными, теряют ориентацию в пространстве, ползают по дну улья и земле, могут проявлять агрессию и впоследствии погибают. При хронической форме пчелы употребляют с водой и кормом сублетальные дозы пестицида, что приводит к ослаблению и заражению всей

семьи, что в итоге отражается на качестве выпускаемого продукта, здоровье, приводит к снижению продолжительности жизни пчел, а также существенно наносит экономический ущерб пчеловодству [11].

Пчелы представляют интерес не только в качестве объектов биомониторинга, но и как важное звено агропромышленного комплекса, поскольку они выступают производителями ценных продуктов питания и лекарственных средств, а также участвуют в опылении сельскохозяйственных растений [12]. Следовательно, мониторинг мора пчелиных семей является крайне важной задачей. Сложность в мониторинге представляет тот факт, что отравление пестицидами часто не имеет явной клинической картины, а установить точные причины мора пчел без специальных аналитических (методов) методик невозможно. В связи с этим возникает потребность в разработке и внедрении в практику лабораторных методик количественного определения содержания пестицидов на широкий их перечень в подморе пчел [12–14].

Существующие методики анализа подмора пчёл ориентированы на ограниченный перечень действующих веществ и не учитывают всю номенклатуру пестицидов, применяемых в современном сельском хозяйстве [15]. Данное ограничение создаёт научный пробел: высока вероятность, что случаи отравления пчел соединениями, не входящими в стандартные схемы анализа, остаются невыявленными, что искажает реальную картину гибели пчел.

Цель работы – разработка и аттестация методики измерений 22 пестицидов в подморе пчел хромато-масс-спектрометрическим методом для установления причин гибели пчелиных семей при отравлениях пестицидами.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

### Объект исследования

Исследование выполняли в Испытательной центральной научно-методической ветеринарной лаборатории ФГБУ «ВНИИЗЖ» (ИЦНМВЛ ФГБУ «ВНИИЗЖ») в период с 2024 по 2025 г. В качестве объектов исследования использовались образцы подмора пчел. Количество – 15 образцов, которые поступали на исследования в химикотоксикологический отдел лаборатории. Природа происхождения и география обитания пчел нам не известна, так как мы работали с зашифрованными пробами, зная только матрицу – подмор пчел.

## Оборудование

Аналитические исследования проводились с использованием системы газовой хроматографии (Shimadzu, Япония), сопряжённой с тандемным масс-спектрометром с тройным квадруполом GCMS-TQ8050. Разделение компонентов осуществлялось на хроматографической колонке Rxi-5ms (30м\*0,25мм\*0,25мкм (фаза: 5 %-фенил 95 %-метилполисилоксан) Restek, США). Вспомогательное оборудование: аналитические весы Sartorius AC 121S (Sartorius, Германия); лабораторная центрифуга SL40R (Thermo Scientific, США); шейкер MultiReax (Heidolph, Германия), система упаривания в замкнутом контуре TurboVar II (Caliper Life Sciences, США).

## Реактивы

Для проведения анализа использовался органический растворитель ацетонитрил. Использовались наборы для экстракции пестицидов методом QuEChERS (Lab-Standard® QuE-Lab EN 15662:2018 LLe Citrate). Метод QuEChERS, разработанный в США, является стандартом для определения пестицидов. Данный метод признан быстрым и простым методом выявления сразу нескольких видов аналитов, основанным на ацетонитрильной экстракции/разделении и дисперсионной твердофазной экстракции для определения остатков пестицидов в продуктах [16]. В качестве стандартного образца применяли аналитические стандарты (Lab-Standard, Италия), аллетрин, бифлутамид, бромфосэтиловый, диклоцимет, димепипарат, зоксамид, мекарбам, метидатион, метопрен, пропафос, процимидон, транс-хлордан, триадименол, трифлумизол, феноксикарб, фентоат, феримзон, фипронил, фуралаксил, хиналфос, хинометионат, хлорбензид.

## Приготовление градуировочных растворов

Матричные градуировочные растворы готовили из «чистых» проб массой  $2,00 \pm 0,05$  г, не содержащих остаточных количеств определяемых аналитов, в которые добавляли смесь стандартных образцов пестицидов 20, 35, 50, 100, 150, 200 мкг/кг соответственно. Для построения градуировочного графика использовали матричные градуировочные растворы, приготовленные из образцов, не содержащих целевые аналитические соединения. Калибровочные кривые строили путем линейной аппроксимации зависимости концентрации аналита (по оси  $X$ ) от отношения площади пика аналита без принудительного прохождения через ноль. Линейность калибровочных кривых оценивалась путем расчета коэффициента детерминации ( $R^2$ ) и обратного расчета концентраций калибровочных стандартов.

## Первичная подготовка проб

### Экстракция и очистка образцов

Пробы подмора пчел перед проведением анализа тщательно гомогенизировали с помощью лабораторной мельницы или другого измельчающего оборудования. Пробоподготовку для экстракции пестицидов проводили методом QuEChERS, проиллюстрированным на рисунке 1.

### Условия хроматографического анализа и детектирования

В центрифужные пробирки отбирали навески измельченного образца по  $2,00 \pm 0,05$  г и проводили пробоподготовку двух параллельных проб в условиях повторяемости для каждого образца с последующим добавлением деионизирующей воды в объеме  $10 \text{ см}^3$ , после чего перемешивали.

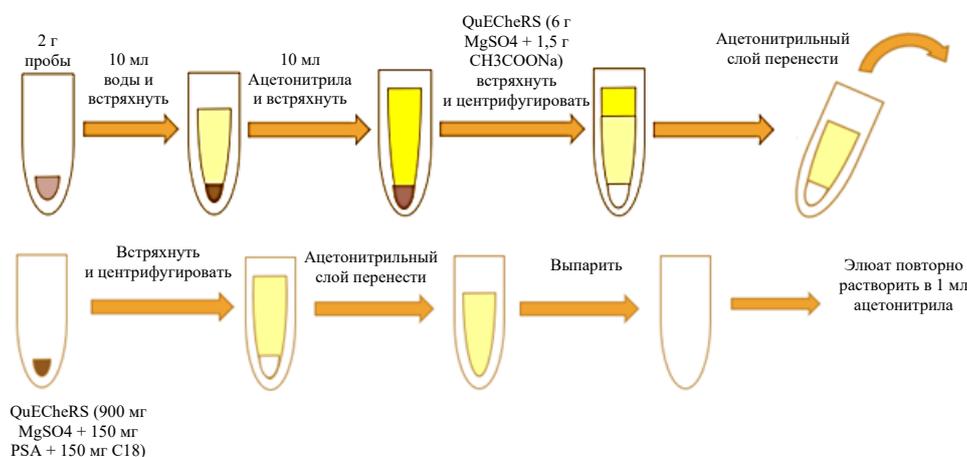


Рисунок 1

Схема этапов пробоподготовки образцов подмора пчел для определения пестицидов

Figure 1

Steps for pesticide determination of sample preparation of bee mortality

Затем добавляли 10 см<sup>3</sup> ацетонитрила (для матричной градуировки 9 см<sup>3</sup>, плотно закрывали пробирку и помещали в вибрационный шейкер на 5 мин). Далее в пробирку добавляли содержимое пакета набора для экстракции, содержащего 4,0±0,3 % г сульфата магния безводного, 1,0 г хлорида натрия, 1,0 г натрия лимоннокислого тризамещенного двойного гидрата и 0,5 г натрия лимоннокислого двузамещенного полуторного гидрата. Пробирку помещали в ротационный шейкер на 15 мин, после чего центрифугировали при 4 °С в течение 10 мин с частотой вращения 4500 об/мин. После центрифугирования отбирали 6 мл ацетонитрильного экстракта и переносили его в пробирку объемом 15 мл, содержащую 900±0,5 % мг сульфата магния безводного, 150±0,8 % мг сорбента Bondesil-PSA, 150±0,8 % мг сорбента C18. Пробирку помещали на ротационный шейкер на 5 мин, а затем центрифугировали при 4 °С в течение 10 мин с частотой вращения 4500 об/мин. По окончании центрифугирования отбирали 4 мл экстракта и упаривали экстракт на устройстве для упаривания растворителей в токе азота с нагревательным модулем при температуре 30 °С досуха. Полученный сухой остаток перерастворяли в ацетонитриле, фильтруя через шприцевой фильтр в виалу для проведения хроматографического анализа.

Детектирование пиков проводили методом «регистрации множественных реакций» (Monitoring Multiple Reactions, MRM). Для каждого пестицида изме-

ряли сигнал не менее чем двух характеристичных переходов MRM, наиболее интенсивный из которых выбирался в качестве расчетного (по его пику на хроматограмме проводят расчёт концентрации аналита), остальные – в качестве подтверждающих для качественной идентификации аналита.

Градуировочную характеристику строили в координатах зависимости площади пика определяемого соединения от концентрации аналита. При построении градуировочной характеристики использовали линейную регрессию. Коэффициент корреляции должен быть не менее 0,98. Построение градуировочной характеристики проводили при каждой серии измерений.

Метод идентификации пестицидов основывается на газовой хроматографии в сочетании с tandemной масс-спектрометрией (ГХ-МС/МС), реализованной в режиме MRM. Дочерние ионы вводили в масс-спектрометр стандартные индивидуальные растворы пестицидов с концентрацией 100,0 нг/мл для установления ионов-предшественников. Массы иона-предшественника, дочерних ионов, а также параметры режима программного обеспечения MRM представлены в таблице 2.

На рисунке 2 показана масс-хроматограмма стандартного образца смеси 22 пестицидов с концентрацией 100,0 нг/мл, полученная при описанных условиях анализа.

**Таблица 1**

Условия хроматографического разделения и параметры регистрации масс-спектрометрического детектора

**Table 1**

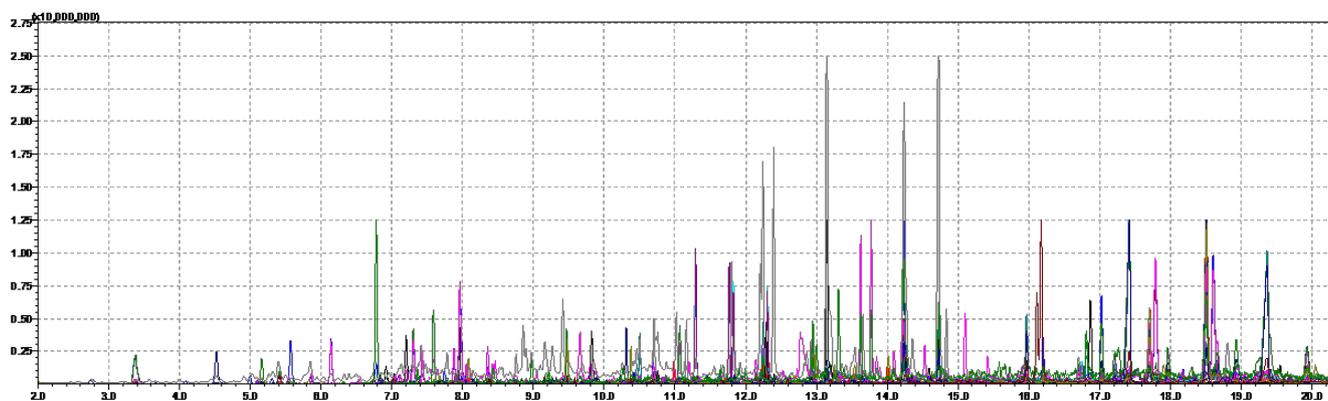
Conditions of chromatographic separation and registration parameters of the mass spectrometric detector

Условия газохроматографического разделения	
Режим инжектора	Без деления потока
Задержка деления потока	2 минуты
Температура инжектора	250 °С
Инжектируемый объем	2 мкл
Задержка включения филаментов	1,5 минуты
Температурный режим колонки	Нагрев до 105 °С в течение 3 мин; нагрев со скоростью 10 °С/мин до 130 °С; нагрев со скоростью 10 °С/мин до 200 °С; нагрев со скоростью 15 °С/мин до 290 °С с задержкой 3 мин
Скорость потока газа-носителя (гелия) через колонку	1,4 мл/мин
Условия масс-спектрометрического детектирования	
Температура интерфейса	280 °С
Температура ионного источника	230 °С
Устанавливают программу работы масс-спектрометра для селективного детектирования характеристических ионов действующих веществ пестицидов с переходами	

**Таблица 2**  
Параметры в режиме мониторинга множественных реакций

**Table 2**  
Parameters in mode monitoring multiple reactions (MRM)

№ п/п	Аналит	Время удерживания, мин	Ион-предшественник, масса/заряд	Энергия соударения, эВ	Ион-продукт, масса/заряд
1	Аллетрин	5,19	136,10/186,10	13/30	93,10/109,10
2	Бефлубутамид	7,6	368,90/123,10	23/29	214,90/81,10
3	Бромфосэтиловый	7,6	329,00/366,90	16/11	159,10/212,90
4	Диклоцимет	8,2	221,10/329,00	22/10	155,00/131,10
5	Димепипарат	9,6	91,00/277,10	11/14	65,00/221,10
6	Зоксамид	10,2	145,10/176,00	8/17	112,10/91,00
7	Мекарбам	10,5	146,10/119,10	27/22	91,00/91,10
8	Метидатион	11,3	128,10/146,10	17/20	65,00/118,00
9	Метопрен	11,6	273,90/168,10	25/6	246,00/70,00
10	Пропафос	11,9	95,00/273,90	13/16	67,00/125,00
11	Процимидон	11,9	187,00/242,00	20/10	123,00/95,00
12	Транс-хлордан	12,4	111,10/187,00	20/13	83,00/159,00
13	Триадименол	12,4	285,00/111,10	22/13	96,00/55,00
14	Трифлумизол	13,8	125,00/283,00	7/14	99,00/96,00
15	Феноксикарб	15,2	254,10/125,00	21/20	137,10/89,00
16	Фентоат	16,3	278,10/239,10	11/14	73,00/107,00
17	Феримзон	15,8	206,00/206,10	15/24	148,00/179,10
18	Фипронил	8	372,80/234,00	10/15	263,90/206,00
19	Фуралаксил	13,53	145,00/374,80	12/17	58,00/265,90
20	Хиналфос	5,19	220,10/145,00	13/20	125,10/85,00
21	Хинометионат	12,2	221,10/220,10	8/25	155,00/140,10
22	Хлорбензид	17,1	302,90/277,10	15/21	284,90/221,10



**Рисунок 2**  
Хроматограмма 22 пестицидов 100 нг/мл с колонкой Restek Rxi-5ms

**Figure 2**  
Chromatogram of 22 pesticides 100 ng/ml with a column Restek Rxi-5ms

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Апробация представленной методики проводилась с целью минимизации влияния матричных эффектов и увеличения чувствительности метода. Исследование состояло из нескольких этапов, направленных на определение точности, воспроизводимости и пригодности методики для практических целей. Определение зависимости сигнала от концентрации пестицидов проводилось на основании построения калибровочной кривой. Для подтверждения селективности метода проводилось сравнение хроматограмм и масс-спектров. Исследованы чистые стандарты в растворителях, стандарты и образцы подмора пчел, не содержащие анализируемых веществ.

Результаты показали отсутствие хроматографических интерференций со стороны компонентов матрицы подмора пчел в моменте удерживания целевых соединений. Масс-спектры пестицидов в растворителях

и экстрактах матрицы оказались практически идентичными. Сопоставление относительных интенсивностей ключевых ионов для каждого пестицида в обоих типах стандартов выявило высокую степень совпадения (в пределах  $\pm 15\%$ ), что значительно превосходит установленный критерий допустимого отклонения ( $\pm 30\%$ ). Данный факт свидетельствует о высокой надежности идентификации и отсутствии значимого влияния матричных компонентов на масс-спектральное подтверждение аналитов, что критически важно для исключения ложноположительных результатов.

Предварительно было установлено, что во всех используемых растворителях и анализируемых образцах отсутствовали хроматографические пики, мешающие определению пестицидов. Результаты сравнения, представленные в таблице 3, свидетельствуют о том, что разработанный метод обеспечивает удовлетворительную степень выделения большинства соединений и необходимую очистку экстрактов.

**Таблица 3**

Аналитические характеристики метода определения содержания 22 пестицидов в подморе пчел

**Table 3**

Analytical characteristics of the proposed method for determining the content of 22 pesticides in bee mortality

Аналит	Линейность $R^2$	Степень выделения, %	LOD*, мкг/кг	LOQ**, мкг/кг
Аллетрин	0,990	94	0,0055	0,0165
Бефлубутамид	0,996	97	0,0048	0,0144
Бромфосэтиловый	0,978	89	0,0045	0,0135
Диклоцимет	0,985	93	0,0044	0,0132
Димепипарат	0,995	92	0,0048	0,0144
Зоксамид	0,992	94	0,0046	0,0138
Мекарбам	0,987	95	0,0052	0,0156
Метидатион	0,995	91	0,0061	0,0183
Метопрен	0,992	96	0,0047	0,0141
Пропафос	0,983	92	0,0044	0,0132
Процимидон	0,987	94	0,0062	0,0186
Транс-хлордан	0,981	94	0,0062	0,0186
Триадименол	0,993	93	0,0043	0,0129
Трифлумизол	0,997	93	0,0047	0,0141
Феноксикарб	0,985	90	0,0049	0,0147
Фентоат	0,978	91	0,0061	0,0183
Феримзон	0,999	98	0,0043	0,0129
Фипронил	0,998	91	0,0041	0,0123
Фуралаксил	0,986	88	0,0056	0,0168
Хиналфос	0,982	96	0,0055	0,0165
Хинометионат	0,993	88	0,0053	0,0159
Хлорбензид	0,996	93	0,0054	0,0162

\*Предел обнаружения аналита

\*\* Предел количественного определения аналита

В таблице 3 представлена линейность  $R^2 > 0,98$ . Полученные коэффициенты детерминации ( $R^2$ ) для всех анализов превышали 0,98, что подтверждает хорошую линейность зависимости сигнала от концентрации во всем исследуемом диапазоне. Отклонение обратных расчетов концентраций от истинных значений не превышало 20 %. Высокие показатели извлечения (97–98 %) отмечены для бифлутамида и феримзона, что свидетельствует об оптимальности условий экстракции для данных веществ. Несколько более низкие значения для фуракса и хинометионата (88 %) могут быть связаны с их частичной сорбцией на этапе очистки или особенностями физико-химических свойств, однако полученные значения полностью соответствуют критериям приемлемости для мультиэlementных методов анализа (70–120 %) [17; 18]. Разработанный аналитический метод продемонстрировал высокую чувствительность, что подтверждается определенными пределами обнаружения (Limit of Detection, LOD) и количественного определения (Limit of Quantification, LOQ). Эти пределы были установлены путем сравнения шума в пустых образцах с сигналами пестицидов при низких концентрациях, используя соотношение сигнал/шум (3x для LOD и 10x для LOQ). Полученные значения LOD-LOQ (0,0041–0,0062 и 0,012–0,018 мкг/кг соответственно).

В работе Л. А. Осинцевой [19] приводится исследование сублетального отравления фипронилом. Токсичное воздействие в отношении методической пчелы составило 0,013 мкг на пчелу, в то время как разработанная нами методика на определение 22 анализов показывает значения LOQ значительно ниже максимально допустимых уровней (МДУ) для подобных соединений в продукции пчеловодства, что делает методику пригодной для контроля даже следовых количеств пестицидов, способных вызвать хроническую интоксикацию пчелиных семей.

В работе Роика [20] и Ермилова [21] степень извлечения для ряда фосфорорганических пестицидов составляла 85–95 %, что сопоставимо с нашими результатами. Преимуществом разработанной методики является расширенный перечень одновременно определяемых соединений (22 вещества) и сокращенное время анализа (менее 21 мин), что повышает производительность лабораторных исследований по сравнению с традиционными подходами.

Полученные результаты согласуются с исследованием других авторов, применявших метод QuEChERS для анализа пестицидов в сельскохозяйственных объектах [22]. Преимуществом разработанной методики является расширенный перечень одновременно определяемых соединений (22 анализа) и сокращенное время анализа (менее 21 мин), что повышает производительность лабораторных исследований.

Этапы апробации подтвердили, что разработанная методика подходит для регулярного применения в лабораторных исследованиях и мониторинговых программах контроля содержания пестицидов в подморе пчёл. Сочетание высокой чувствительности, селективности и удовлетворительных показателей извлечения позволяет рекомендовать методику для установления причин как острых, так и хронических отравлений пчелиных семей. Установлено, что наилучшие результаты достигаются при указанных в таблице 1 условиях. Исследования охватывали широкий диапазон концентраций от низких (<20 мкг/кг) до высоких уровней (до 200 мкг/кг).

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведенного исследования разработана и валидирована методика определения 22 пестицидов в подморе пчел методом газовой хроматографии с масс-спектрометрией (ГХ-МС/МС) с пробоподготовкой по методу QuEChERS. Установлено, что методика характеризуется высокой чувствительностью (пределы количественного определения 0,012–0,018 мкг/кг), хорошей линейностью ( $R^2 > 0,98$ ), приемлемой степенью извлечения (88–97 %) и селективностью, что соответствует современным критериям валидации. Практическая значимость работы заключается в возможности применения методики в лабораторной практике для установления причин гибели пчелиных семей при острых и хронических отравлениях пестицидами, а также для мониторинговых исследований. Перспективы дальнейших исследований связаны с расширением перечня определяемых соединений и адаптацией методики для других объектов пчеловодства.

## Вклад авторов

**И. А. Халявин:** разработка концепции, курирование данных, разработка концепции, формирование цели, научное руководство, разработка методологии, написание рукописи – рецензирование и редактирование.

**Е. С. Осина:** разработка методологии, выполнение экспериментов, валидация результатов, визуализация, написание черновика рукописи.

**М. Р. Мурашкин:** выполнение экспериментов, проверка воспроизводимости результатов, визуализация, написание черновика рукописи.

**А. В. Новикова:** проведение критического анализа рукописи, курирование данных, формальный анализ, визуализация, написание черновика рукописи.

## Contributions

**I. A. Khalyavin:** concept development, data curation, concept development, goal formulation, scientific supervision, methodology development, writing-review & editing.

**E. S. Osinova:** project administration, methodology, validation, visualization, writing-original draft.

**M. R. Murashkin:** methodology, visualization, writing-original draft.

**A. V. Novikova:** conducting critical review of the manuscript, data curation, formal analysis, visualization, writing-original draft.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Jeffrey R. Applegate Jr. DVM, DACZM, Olivia A. Petritz DVM, DACZM. Common and Emerging Infectious Diseases of Honeybees (*Apis mellifera*). *Veterinary Clinics of North America: Exotic Animal Practice*. 2020;2:285-297. <https://doi.org/10.1016/j.cvex.2020.01.001>
2. Туктаров В.Р., Андреева А.В., Ильясова З.З. Применение водных экстрактов и спиртовых настоек растительного происхождения в пчеловодстве. *Ученые записки Казанской государственной академии ветеринарной медицины им. Н. Э. Баумана*. 2022;249(1):214-217. [https://doi.org/10.31588/2413\\_4201\\_1883\\_1\\_249\\_214](https://doi.org/10.31588/2413_4201_1883_1_249_214)  
Tuktarov V.R., Andreeva A.V., Ilyasova Z.Z. Application of water extracts and alcoholic tinks of vegetable origin in beekeeping. *Scientific Notes of the Kazan Academy of Veterinary Medicine named after N.E. Bauman*. 2022;249(1):214-217. (In Russ.) [https://doi.org/10.31588/2413\\_4201\\_1883\\_1\\_249\\_214](https://doi.org/10.31588/2413_4201_1883_1_249_214)
3. Пашаян С.А. Экономический ущерб в пчеловодстве от применения гербицидов «зета» и «имквант 0,5/0,5». *АПК: инновационные технологии*. 2023;60:25-29. [https://doi.org/10.35524/2687-0436\\_2023\\_01\\_25](https://doi.org/10.35524/2687-0436_2023_01_25)  
Pashayan S.A. Damage to beekeeping due to the application of herbicides “Zeta” and “Imkvant 0.5/0.5”. *AIC: Innovative Technologies*. 2023;60:25-29. (In Russ.) [https://doi.org/10.35524/2687-0436\\_2023\\_01\\_25](https://doi.org/10.35524/2687-0436_2023_01_25)
4. Kratschmer S., Zettel H., Ockermüller E. et al. Threat Ahead? An Experts’ Opinion on the Need for Red Lists of Bees to Mitigate Accelerating Extinction Risks – The Case of Austria. *Bee World*. 2021;98(3):74-77. <https://doi.org/10.1080/0005772X.2021.1940734>
5. Сатыбаев Б.Г. Экологические проблемы пчеловодства в Западно-Казахстанской области. *Наука и образование*. 2022;1(67):252-259. EDN QZOJQI.  
Satybaev B.G. Environmental problems of beekeeping in the west Kazakhstan region. *Science and Education*. 2022;1(67):252-259. (In Russ.) EDN QZOJQI.
6. Айсанов Т.С., Романенко Е.С., Селиванова М.В. и др. Параметры роста и продуктивности летних и зимних сортов яблони. *Аграрная Россия*. 2019;(2):17-21. <https://doi.org/10.30906/1999-5636-2019-2-17-21>  
Aysanov T.S., Romanenko E.S., Selivanova M.V. et al. Parameters of growth and productivity of summer and winter apple varieties. *Agrarian Russia*. 2019;(2):17-21. (In Russ.) <https://doi.org/10.30906/1999-5636-2019-2-17-21>
7. Smirnov M.A., Bartenev I.I., Nechaeva O.M. Prospects of Using Chemical and Physical Methods of Raw-Material Protection in Sugar Beet Seed-Growing. *Russian Agricultural Sciences*. 2023;49(5):552-557. <https://doi.org/10.3103/s1068367423050129>

8. Дворянкин Е.А., Бартенев И.И. Эффективные способы борьбы с сорняками на семенниках сахарной свеклы. *Сахарная свекла*. 2024;(6):15-18. <https://doi.org/10.25802/SB.2024.27.42.003>  
Dvoryankin E.A., Bartenev I.I. Effective methods of weed control in sugar beet crops. *Sugar beet*. 2024;(6):15-18. (In Russ.) <https://doi.org/10.25802/SB.2024.27.42.003>
9. Калинникова Т.Б., Гатиятуллина А.Ф., Егорова А.В. Токсическое действие пестицидов на пчел: обзор. *Российский журнал прикладной экологии*. 2021;№ 3(27):50-57.  
Kalinnikova T.B., Gatiyatullina A.F., Egorova A.V. Toxic effects of pesticides on honey bees: review. *Rossiiskij zurnal prikladnoj ekologii*. 2021;№ 3(27):50-57. (In Russ.)
10. Авраменко А.С., Миронова А.А., Авраменко М.В. Диагностика инфекционных заболеваний пчел. *Ветеринария Северного Кавказа*. 2024;9:131-137. <https://doi.org/10.24412/cl-37120-2024-9-131-137>  
Avramenko A.S., Mironova A.A., Avramenko M.V. Diagnostics of infectious diseases of bees. *Veterinary medicine of the North Caucasus*. 2024;9:131-137. (In Russ.) <https://doi.org/10.24412/cl-37120-2024-9-131-137>
11. Delso N.S., Mędrzycki P., Sgolastra F. et al. Apitox – The COLOSS Task Force to Investigate the Impact of Pesticides on Bees. *Bee World*. 2022;99(1):32-34. <https://doi.org/10.1080/0005772X.2021.2016291>
12. Rui C., Vincent B., Thomas P. et al. Bee pollination outperforms pesticides for oilseed crop production and profitability. *Proceedings of the Royal Society B Biological Sciences*. 2019;286:1550-1550. <https://doi.org/10.1098/rspb.2019.1550>
13. Słowik-Borowiec M., Baryła N., Kubis H. Determination of pesticides, antibiotics, PAHs, PCBs, and plasticizers in honeybees, honey, and other bee products – modified QuEChERS method. Method review for 2018–2024. *Food Chemistry*. 2026;504:147864.
14. Shubina E.G., Novikova A.V., Khalyavin I.A. Creation and experience of using a multi-method for controlling pesticides in grain on the territory of the Russian Federation. *International Conference on Advance in Energy, Ecology and Agriculture (AEEA2024)*. KHUJAND, 24-26 June 2024. KHUJAND, Tajikistan, EDP Sciences, 2024;1048. <https://doi.org/10.1051/bioconf/202412601048> EDN EIOTRR
15. Tong L., Nieh J.C., Tosi S. Combined nutritional stress and a new systemic pesticide (flupyradifurone, Sivanto<sup>(R)</sup>) reduce bee survival, food consumption, flight success, and thermoregulation. *Chemosphere*. 2019;237:124408. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.124408>
16. Veiga-del-Bano J.M. et al. Overview of the evolution and trends of the QuEChERS sample preparation procedure. *Reviews of Environmental Contamination and Toxicology*. 2024;262(1):22. <https://doi.org/10.1007/s44169-024-00073-1>
17. Margaoan R., Papa G., Nicolescu A. et al. Environmental pollution effect on honey bees and their derived products: a comprehensive analysis. *Emerging Chemical Pollution of the Planet*. 2025;32:10370-10391. <https://doi.org/10.1007/s11356-024-33754-4>
18. Осинцева Л. А. Состояние популяций медоносных пчёл *Apis mellifera* L. при росте пестицидной нагрузки в агроценозах. *Вестник НГАУ (Новосибирский государственный аграрный университет)*. 2023;4(69):253-271. <https://doi.org/10.31677/2072-6724-2023-69-4-253-271>  
Osintseva L.A. The state of populations of honey bees *Apis mellifera* L. with an increase in the pesticide load in agro- noses. *Bulletin of NSAU (Novosibirsk State Agrarian University)*. 2023;(4):253-271. (In Russ.) <https://doi.org/10.31677/2072-6724-2023-69-4-253-271>
19. Роик Б.О., Ермилов И.В. Определение пестицидов методом газовой хроматографии в подморе медоносных пчел после летальной интоксикации. *Актуальные вопросы ветеринарной биологии*. 2019;3(43):69-78. <https://doi.org/10.24411/2074-5036-2019-10041>  
Roik B.O., Ermilov I.V. Determination of pesticides by gas chromatography in the corpses of honey bees after lethal intoxications. *Actual Questions of Veterinary Biology*. 2019;3(43):69-78. (In Russ.) <https://doi.org/10.24411/2074-5036-2019-10041>
20. Iwasaki J.M., Hogendoorn K., Iwasaki J.M. Non-insecticide pesticide impacts on bees: A review of methods and reported outcomes. *Agriculture, Ecosystems and Environment*. 2021;314:107423. <https://doi.org/10.1016/j.agee.2021.107423>
21. Balsebre A., Báez M.E., Martínez J. et al. Matrix solid-phase dispersion associated to gas chromatography for the assessment in honey bee of a group of pesticides of concern in the apicultural field. *Journal of Chromatography A*. 2018;1567:47-54. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2018.06.062>

22. Śmiełowska M., Vilčiauskis A., Dzingelevičius N. et al. Solid-Phase Microextraction (SPME) for Food Safety: Recent Innovations in Monitoring Anthropogenic Endocrine Disruptors. *Reda Kubiliūtė*. 2026; 56. <https://doi.org/10.1080/10408347.2026.2628134>

## СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

### **Халявин Илья Александрович –**

младший научный сотрудник  
химико-токсикологического отдела,  
ИЦНМВЛ ФГБУ «ВНИИЗЖ», Москва, Россия

<https://orcid.org/0000-0002-6656-7515>

SPIN-код: 6174-6305

[raiderpetrovich@mail.ru](mailto:raiderpetrovich@mail.ru)

### **Осина Екатерина Сергеевна –**

младший научный сотрудник  
химико-токсикологического отдела,  
ИЦНМВЛ ФГБУ «ВНИИЗЖ», Москва, Россия

<https://orcid.org/0000-0003-4088-6822>

SPIN-код: 9063-6384

[osinova\\_kat@mail.ru](mailto:osinova_kat@mail.ru)

### **Мурашкин Михаил Ростиславович –**

ветеринарный врач химико-токсикологического  
отдела, ИЦНМВЛ ФГБУ «ВНИИЗЖ», Москва, Россия

<https://orcid.org/0009-0004-4049-2588>

SPIN-код: 5472-7047

[1mrmur2000@yandex.ru](mailto:1mrmur2000@yandex.ru)

### **Новикова Алла Владимировна –**

кандидат сельскохозяйственных наук, младший  
научный сотрудник химико-токсикологического  
отдела, ИЦНМВЛ ФГБУ «ВНИИЗЖ», Москва, Россия

<https://orcid.org/0000-0001-5992-8565>

SPIN-код: 7879-1590

[navbaa@mail.ru](mailto:navbaa@mail.ru)

## ABOUT THE AUTHORS

### **Ilya A. Khalyavin –**

Junior Researcher, Research Center for Scientific  
and Medical Research of Veterinary Medicine, Federal  
Center for Animal Health (ARRIAH), Moscow, Russia

<https://orcid.org/0000-0002-6656-7515>

[raiderpetrovich@mail.ru](mailto:raiderpetrovich@mail.ru)

### **Ekaterina S. Osinova –**

Junior Researcher, Chemical Toxicology Department,  
Research Center for Scientific and Medical Research  
of Veterinary Medicine, Federal Center for Animal  
Health (ARRIAH), Moscow, Russia

<https://orcid.org/0000-0003-4088-6822>

[osinova\\_kat@mail.ru](mailto:osinova_kat@mail.ru)

### **Michael R. Murashkin –**

Veterinarian, Chemical Toxicology Department,  
Research Center for Scientific and Medical Research  
of Veterinary Medicine, Federal Center for Animal  
Health (ARRIAH), Moscow, Russia

<https://orcid.org/0009-0004-4049-2588>

[1mrmur2000@yandex.ru](mailto:1mrmur2000@yandex.ru)

### **Alla V. Novikova –**

Cand. Sci. (Agric.), Junior Researcher, Chemical  
Toxicology Department, Research Center for Scientific  
and Medical Research of Veterinary Medicine, Federal  
Center for Animal Health (ARRIAH), Moscow, Russia

<https://orcid.org/0000-0001-5992-8565>

[navbaa@mail.ru](mailto:navbaa@mail.ru)