

Секция «Мониторинг факторов среды обитания человека и методы аналитического лабораторного контроля»

Разработка условий инструментального анализа и подготовки проб для количественного определения приоритетных микотоксинов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-спектрометрическим детектированием

Андриевская Е.В., Полянских Е.И.,
Бондарук А.М., Журихина Л.Н.,
Цыганков В.Г., Осипова Т.С.

Микотоксины — это токсичные вещества, которые продуцируют некоторые виды плесневых грибов. Наиболее часто загрязнению микотоксинами подвергается сельскохозяйственная продукция. Большинство микотоксинов химически и термически стабильны во время обработки пищевых продуктов, включая приготовление, варку, выпечку, жарку, запекание и пастеризацию. В настоящее время идентифицировано и зарегистрировано более 300 микотоксинов; однако лишь немногие регулярно загрязняют пищевые продукты и корма для животных. К ним относятся: **афлатоксины (AFs), охратоксин А (OTA), патулин (PT), дезоксиниваленол (DON), токсин Т-2, фумонизины (FB1, FB2, FB3), зеараленон (ZEA).**

СХЕМА ПРОВЕДЕНИЯ ПОДГОТОВКИ ПРОБ



РЕЗУЛЬТАТЫ

- ✓ В результате проведенных исследований разработаны оптимальные условия идентификации и количественного определения приоритетных микотоксинов афлатоксины (B₁, B₂, G₁, G₂), охратоксин А, патулин, дезоксиниваленол, Т-2 токсин, зеараленон и фумонизины (B₁, B₂, B₃) в пищевой продукции растительного происхождения с высокой чувствительностью за один хроматографический цикл анализа.
- ✓ Для всех аналитов установлены регистрационные параметры при работе на трехквadrupольных хромато-масс-спектрометрах, включая значения MRM-переходов и энергии фрагментации иона-предшественника в ион-продукт в ячейке соударений.
- ✓ Для исследуемых соединений установлен диапазон линейности градуировочных графиков 0,1-10,0 нг/см³.

УСЛОВИЯ ХРОМАТОГРАФИРОВАНИЯ

- жидкостной хроматограф EXPEC 5210 с масс-спектрометрическим детектором;
- колонка Agilent Poroshell HPH-C18 (4,6 x 150 мм, 2,7 мкм);
- температура термостата: 40°C;
- объем вводимой пробы: 20 мкл;
- скорость потока элюента: 0,25 мл/мин;
- подвижная фаза:
 - (А) смесь вода : метанол (90 : 10) с добавлением ацетата аммония и 0,1% муравьиной кислоты,
 - (В) смесь метанол : вода (97 : 3) с добавлением ацетата аммония и 0,1% муравьиной кислоты, градиентный режим элюирования.

- ✓ Исследованы различные методы пробоподготовки, включая жидкостную экстракцию органическими растворителями и метод QuEChERS, с использованием различных матриц пищевой продукции растительного происхождения. Установлено, что метод QuEChERS обеспечивает меньшую трудоемкость и времязатратность, при сохранении необходимой степени очистки анализируемых проб.
- ✓ Экстракция аналитов методом QuEChERS проводилась ацетонитрилом в присутствии солей MgSO₄, NaCl, цитрата натрия трехзамещенного и цитрата натрия двухзамещенного. Очистка экстрактов от мешающих компонентов проводилась в присутствии MgSO₄, сорбентов PSA и GCB.
- ✓ Полученный ацетонитрильный экстракт анализировали методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с масс-спектрометрическим детектированием.
- ✓ Планируются дальнейшие скрининговые исследования пищевой продукции растительного происхождения.