



Практическое использование современного метода пробоподготовки твёрдофазной экстракции для определения нитрозаминов в молочной продукции детского питания

*К.С. Ершова
Научный руководитель: д.б.н. Т.В. Нурисламова
ФБУН «Федеральный научный центр медико-профилактических
технологий управления рисками здоровью населения», Россия, г.
Пермь*

*В рамках отраслевой программы «Гигиеническое обоснование
минимизации рисков для здоровья населения России»
на период 2011-2015 гг.*

*П. 1.10.6. Разработка методов определения пищевых добавок и
контаминантов пищевых продуктов*

Актуальность

- Одним из особо актуальных направлений деятельности Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (Роспотребнадзор) является контроль качества продуктов питания.
- Нормативно-технические документы гигиенической службы регламентируют необходимость контроля качества и безопасности пищевого сырья и пищевых продуктов.
- Обеспечить его можно лишь при наличии необходимой лабораторной испытательной базы, которая включает в себя современные методы анализа, измерительные приборы и оборудование.

Контроль контаминантов I класса опасности в пищевых продуктах детского питания

- Пестициды,
- Диоксины,
- ПАУ,
- Полихлорированные бифенилы,
- Нитрозамины (канцероген группы 2А).



Цель работы - экспериментальная отработка условий и параметров подготовки образцов молочной продукции (детские каши) для химического анализа нитрозаминов с использованием современного способа пробоподготовки твердофазной экстракции (ТФЭ).

Автоматическая система твердофазной экстракции (ТФЭ) the Separts





*Подготовка стандартных образцов
нитрозаминов для хромато-масс-
спектрометрического (ХМС) анализа*

*включала ряд последовательных
операций:*

- получение представительной пробы определённого химического состава исследуемого образца;
- перевод ее в удобную для химического анализа форму с выраженными аналитическими свойствами.

Отработка параметров процесса ТФЭ

типы
картриджей

условия
оптимальной
схемы
элюирования

применение различных
растворителей для
элюирования
нитрозаминов с
картриджей

Типы картриджей:

```
graph TD; A[Типы картриджей:] --- B[угольные (Supelco Superclean Coconut)]; A --- C[на полимерной основе (Strata-X на 200 мг)]; A --- D[заполненные октадецилом (Chromobond C18 на 100 мг, C18 на 500 мг)];
```

угольные
(*Supelco
Superclean
Coconut*)

на полимерной
основе
(Strata-X на
200 мг)

заполненные
октадецилом
(Chromobond
C18 на 100 мг,
C18 на 500 мг)

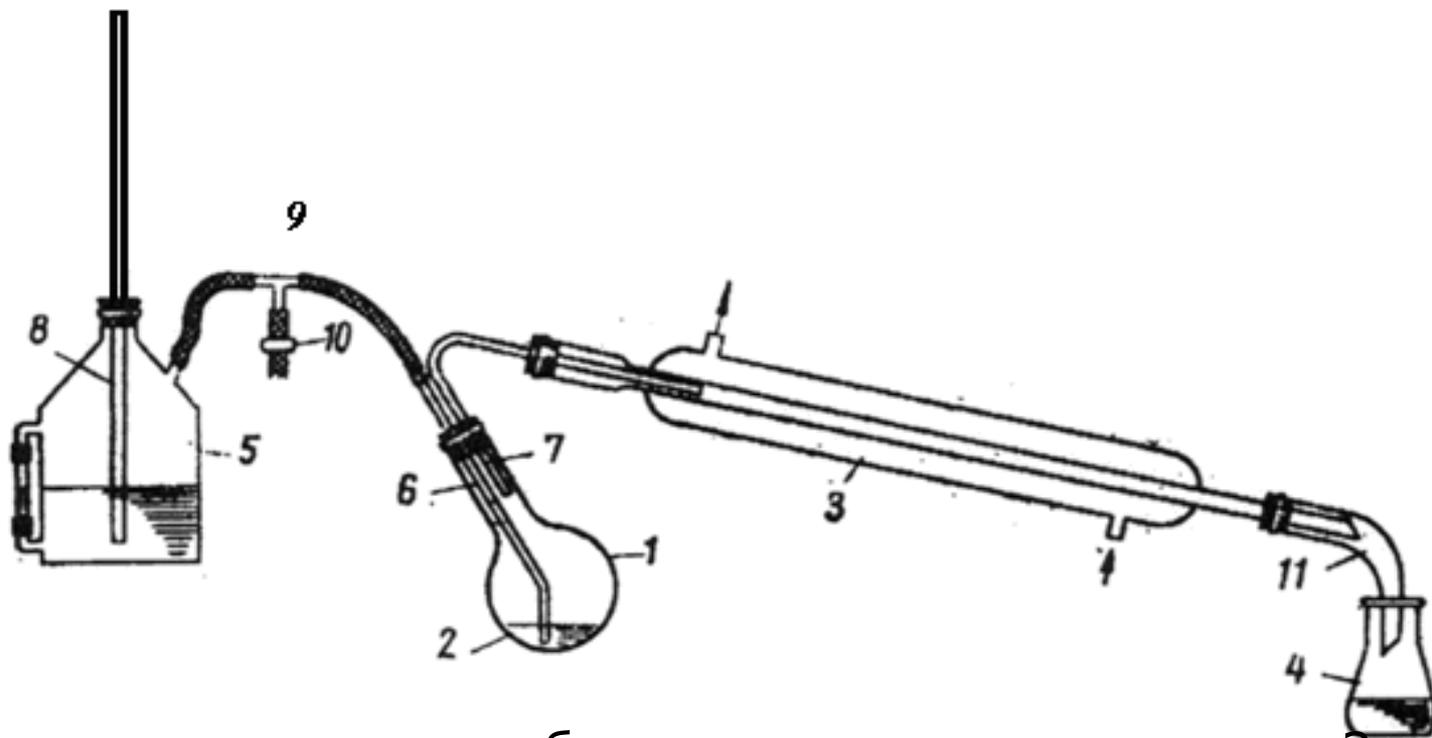
Таблица 1–Результаты исследования полноты извлечения N-нитрозаминов (N-нитрозодиметиламин - НДМА и N-нитрозодиэтиламин - НДЭА) с картриджа Сосопит 6 мл с применением различных схем элюирования

| НДМА, мкг/мл | | Полнота извлечения, % | НДЭА, мкг/мл | | Полнота извлечения, % |
|--------------|---------|-----------------------|--------------|---------|-----------------------|
| Введено | Найдено | | Введено | Найдено | |
| Схема 1 | | | | | |
| 0,04 | 0,00012 | 0,3 | 0,04 | 0,00027 | 0,68 |
| Схема 2 | | | | | |
| 0,04 | 0,033 | 82,5 | 0,04 | 0,034 | 85 |
| Схема 3 | | | | | |
| 0,8 | 0,263 | 32,88 | 0,8 | 0,625 | 78,13 |
| Схема 4 | | | | | |
| 0,8 | 0,04 | 5 | 0,8 | 0,12 | 15 |
| Схема 5 | | | | | |
| 0,0004 | 0,0003 | 75 | 0,0004 | 0,00036 | 90 |
| Схема 6 | | | | | |
| 0,1 | 0,078 | 78 | 0,1 | 0,1 | 100 |
| Схема 7 | | | | | |
| 0,0004 | 0,00039 | 97,5 | 0,0004 | 0,0004 | 100 |

Оптимальная схема элюирования ТФЭ (схема 7):

- *Стадия кондиционирования* с целью активации картриджа:
 - промывали хлористым метиленом объемом 2 мл,
 - пропускали этилацетат объемом 2,5 мл с задержкой растворителя в течение 30 сек.
 - для удаления остаточных количеств растворителей картридж промывали водой объемом 2 мл;
- *Стадия адсорбции* с целью концентрирования целевых компонентов, объем стандартного образца (70 мл) пропускали через картридж;
- *Сушка картриджа* для удаления остаточных количеств образца в течение 20 минут;
- *Элюирование целевых аналитов* с картриджа хлористым метиленом, объемом 4 мл.

Прибор для дистилляции N-нитрозаминов из образца с водяным паром:



1–круглодонная колба с длинным горлом; 2–перегоняемое вещество и вода; 3–холодильник; 4–приемник; 5–парообразователь; 6–трубка, по которой поступает пар; 7–пароотводная трубка; 8–предохранительная трубка; 9–тройник; 10–винтовой зажим; 11–аллонж.

Таблица 2 -Результаты исследований полноты извлечения нитрозаминов из стандартных образцов с применением различных схем дистилляции и метода ТФЭ

| НДМА, мкг/мл | | Полнота извлечения, % | НДЭА, мкг/мл | | Полнота извлечения, % |
|--|-------------|-----------------------|--------------|-----------|-----------------------|
| Введено | Найдено | | Введено | Найдено | |
| Дистилляция нитрозаминов стандартного образца с перегретым паром (объем=25 мл) | | | | | |
| 0,1 | 0,05±0,0063 | 50 | 0,1 | 0,1±0,016 | 100 |
| Дистилляция нитрозаминов стандартного образца с перегретым паром (объем=70 мл) | | | | | |
| 0,1 | 0,08±0,0050 | 80 | 0,1 | 0,1±0,015 | 100 |

Выводы

- В ходе экспериментальных исследований было установлено, что применение выбранного картриджа Supelco Superclean Coconut 6 мл, метода дистилляции с перегретым паром, а также оптимальной схемы элюирования 7 твердофазной экстракции позволяет определять содержание нитрозаминов из стандартного образца с наиболее высокой полнотой извлечения для НДМА – 80 %, для НДЭА - 100%.