

Башун Т. В., Фурс С. Ф., Бельшева Л. Л., Шуляковская О. В.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИХ МЕТОДОВ В ПРАКТИКЕ ЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ

*Белорусская медицинская академия последипломного образования,
Республиканский научно-практический центр гигиены*

Вопросы обеспечения населения продовольствием всегда были и остаются одними из важнейших как для отдельного человека, так и для всего общества в целом. В настоящее время рынок продуктов питания способен практически полностью удовлетворить потребность населения в полноценных пищевых продуктах. Однако это не снимает проблемы разработки и производства новых продуктов питания, обладающих высокими качественными показателями. Особое внимание при этом уделяется разработке и применению новых эффективных методик контроля качества и безопасности продуктов питания, статистическому контролю и управлению процессами анализа путем составления и интерпретации данных контрольных карт Шухарта.

В настоящее время в Республике Беларусь разрабатываются современные методы оценки микронутриентов в пищевых продуктах. В связи с этим

актуальным является обзор новых методов, таких как газожидкостная и высокоэффективная жидкостная хроматография, определения показателей качества и безопасности продуктов питания. В частности к ним относятся:

1. МВИ МН 3008-2008 «Методика определения массовой доли пантотеновой кислоты в специализированных продуктах питания и БАД».

Методика предназначена для определения массовой доли свободной и связанной пантотеновой кислоты (витамина В₃):

- в специализированных продуктах для питания детей, беременных женщин и кормящих матерей, спортсменов;
- небогатых продуктах питания;
- обогащенных витамином продуктах питания;
- биологически активных добавках (БАД).

Метод определения основан на газохроматографическом определении пантолактона — продукта гидролиза пантотеновой кислоты в кислой среде. Количество образовавшегося в результате гидролиза пантолактона прямо пропорционально содержанию пантотеновой кислоты в анализируемом образце.

Диапазон измерений: 0,1–250,0 мг/100 г продукта. Нижний предел измерения методики (LOQ) составляет 0,1 мг/100 г.

2. МВИ МН 3261-2009 «Методика определения насыщенных жирных кислот (НЖК) и полиненасыщенных жирных кислот (ПНЖК) классов ω -3, ω -6 в сырье и готовой продукции для детского питания».

Методика предназначена для определения содержания НЖК и ПНЖК классов ω -3 (содержат первую двойную связь у третьего углеродного атома, считая от концевой метильной группы) и ω -6 (содержат первую двойную связь у шестого углеродного атома, считая от концевой метильной группы) в сырье для изготовления детского питания (молоко-сырье, фрукты, овощи), а также готовой продукции для питания детей от 0 до 3 лет и выше (молоко сухое, молочные смеси, специализированные молочные продукты, кисломолочные продукты, каши сухие молочные, плодоовощные консервы, мясо-растительные консервы, мороженое).

Наименования жирных кислот приведены в табл. 1.

Таблица 1

Наименования жирных кислот

Наименование жирной кислоты	Наименование жирной кислоты по номенклатуре IUPAC	Условное обозначение
<i>Насыщенные ЖК</i>		
Масляная	Бутановая	C _{4:0}
Капроновая	Гексановая	C _{6:0}
Каприловая	Октановая	C _{8:0}
Каприновая	Декановая	C _{10:0}
Лауриновая	Додекановая	C _{12:0}

Миристиновая	Тетрадекановая	C _{14:0}
Пальмитиновая	Гексадекановая	C _{16:0}
Стеариновая	Октадекановая	C _{18:0}
Арахидиновая	Эйкозановая	C _{20:0}
Бегеновая	Докозановая	C _{22:0}
Лигноцериновая	Тетракозановая	C _{24:0}
<i>ω-3 ПНЖК</i>		
α-Линоленовая	Цис-9,12,15-октадекатриеновая	C _{18:3 n3}
Эйкозапентаеновая	Цис-5,8,11,14,17-эйкозапентаеновая	C _{20:5 n3}

Окончание табл. 1

Наименование жирной кислоты	Наименование жирной кислоты по номенклатуре IUPAC	Условное обозначение
Докозагексаеновая	Цис-4,7,10,13,16,19-докозагексаеновая	C _{22:6 n3}
<i>ω-6 ПНЖК</i>		
Линолевая	Октадекадиеновая	C _{18:2 n6}
γ-Линоленовая	Цис-6,9,12-октадекатриеновая	C _{18:3 n6}
Арахидоновая	Цис-5,8,11,14-эйкозатетраеновая	C _{20:4 n6}

Метод определения основан на экстракции липидов из продукта органическими растворителями, переэтерификации с метанольным раствором метилата натрия с получением метиловых эфиров (МЭ) жирных кислот, газохроматографическом разделении последних и их количественном определении по методу абсолютной градуировки.

Диапазоны измерений жирных кислот и нижние пределы измерения методики (LOQ) приведены в табл. 2.

Таблица 2

Диапазоны измерений жирных кислот и нижние пределы измерения методики

Наименование жирной кислоты	Диапазон измерений, мг/100 г	Нижние пределы измерения методики (LOQ), мг/100 г
Масляная	0,1–1500	0,1
Капроновая	0,1–1500	0,1
Каприловая	0,1–1500	0,1
Каприновая	0,1–1500	0,1
Лауриновая	1,0–4500	1,0
Миристиновая	1,0–4500	1,0
Пальмитиновая	1,0–4500	1,0
Стеариновая	1,0–4500	1,0
Линолевая	1,0–4500	1,0
γ-Линоленовая	0,1–750	0,1
α-Линоленовая	0,1–1500	0,1
Арахидиновая	0,1–1500	0,1
Бегеновая	0,1–1500	0,1
Лигноцериновая	0,1–300	0,1
Арахидоновая	0,1–300	0,1
Эйкозапентаеновая	0,1–300	0,1
Докозагексаеновая	0,1–300	0,1

3. МВИ МН 3287-2009 «Определение содержания меламина в молоке, детском питании на молочной основе, молочных и соевых продуктах».

Методика предназначена для определения содержания меламина (мг/кг) в молоке, детском питании на молочной основе, молочных и соевых продуктах.

Меламин (1,3,5-триазин-2,4,6-триамин) — бесцветное кристаллическое вещество, молекулярный вес — 126,12, температура плавления — 354 °С (с разл.), плотность $d = 1,571 \text{ г/см}^3$. Растворим в воде (0,5 % по массе при 20 °С, 4 % — при 90 °С), мало растворим в метаноле и этаноле, не растворим в большинстве органических растворителей. В водных и щелочных растворах по мере увеличения температуры меламин гидролизует-ся последовательно до аммелина, аммелида и циануровой кислоты.

В промышленности меламин используют для получения меламиноформальдегидных и ионнообменных смол, ингибиторов коррозии и др. По токсичности меламин относится к 2-й группе токсичности. В соответствии с требованиями СанПиН 11-63 98 не допускается наличие меламина в пищевых продуктах (на уровне чувствительности метода лабораторного контроля < 1,0 мг/кг).

Метод основан на экстракции меламина 5%-ной смесью раствора трихлоруксусной кислоты (ТХУ) с ацетонитрилом с помощью ультразвука, очистке и концентрировании полученного экстракта методом твердофазной экстракции и определении его содержания с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Диапазон измерений: 0,2–10 мг/кг продукта. Нижний предел измерения методики составляет 0,2 мг/кг.

4. МВИ МН 3703-2010 «Методика определения содержания транс-изомеров жирных кислот в продуктах детского питания».

Методика предназначена для определения массовой доли транс-изомеров олеиновой, линолевой, линоленовой жирных кислот, а также массовой доли суммы транс-изомеров указанных жирных кислот в следующих продуктах для детского питания:

- на молочной основе;
- мучных кондитерских изделиях;
- консервированной продукции (плодоовощной, мясо-растительной, мясной и т. д.).

Метод определения основан на экстракции липидов из продукта органическими растворителями, метанолизе липидов с получением МЭ жирных кислот, газохроматографическом разделении последних и количественном определении методом внутренней нормализации.

Диапазоны измерений и нижние пределы измерения (LOQ) транс-изомеров жирных кислот приведены в табл. 3.

Таблица 3

Диапазоны измерений и нижние пределы измерения (LOQ) транс-изомеров жирных кислот

Наименование транс-изомера	Диапазон измерения, % от суммы ЖК	Нижний предел измерения, % от суммы ЖК
Элаидиновая C _{18:1} (9t)	0,20–7,00	0,20
Линолевая C _{18:2} (9t12t)	0,10–0,20	0,10

Окончание табл. 3

Наименование транс-изомера	Диапазон измерения, % от суммы ЖК	Нижний предел измерения, % от суммы ЖК
Линолевая C _{18:2} (9c12t)	0,10–0,30	0,10
Линолевая C _{18:2} (9t12c)	0,10–0,50	0,10
Линоленовая C _{18:3} (9t12t15t)	0,10–0,20	0,10
Линоленовая C _{18:3} (9t12t15c)	0,10–0,30	0,10
Линоленовая C _{18:3} (9c12t15t)	0,10–0,20	0,10
Линоленовая C _{18:3} (9c12t15c)	0,10–0,20	0,10

5. МВИ. МН 4138-2011 «Определение содержания оксиметилфурфуrolа в плодоовощной продукции, напитках, меде и БАД».

Методика предназначена для определения массовой доли оксиметилфурфуrolа (мг/кг) в плодоовощной продукции (в т. ч. детском питании на плодоовощной основе и с добавлением сливок, творога, круп), напитках, меде и БАД на основе меда.

Оксиметилфурфуrol (5-оксиметилфурфуrol, гидроксиметилфурфуrol, ОМФ) — это гетероциклический альдегид, который образуется при разложении моносахаридов в кислой и слабокислой средах, неустойчив на свету. Химическая формула ОМФ — C₆H₆O₃, молекулярная масса — 126,11.

Метод основан на экстракции оксиметилфурфуrolа дистиллированной водой, очистке полученного экстракта с помощью реактивов Карреза I и II и определении его содержания с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии с диодно-матричным детектором при длине волны 284 нм.

Диапазон определяемых концентраций: 0,5–200 мг/кг. Нижний предел измерения методики (LOQ) составляет 0,5 мг/кг.

Присутствие ОМФ в пищевых продуктах нежелательно по следующим причинам: фурановые производные являются ядами, большие дозы их вызывают судороги и паралич, малые дозы угнетают нервную систему. Эти простые и комплексные соединения организм человека не может метаболизировать, что приводит к их накоплению в печени, а возможно — и к нарушению биохимических процессов в организме.

Токсическое действие оксиметилфурфуrolа обосновывает необходимость нормирования его максимального количества в продуктах, в особен-

ности — продуктах детского питания. В странах Евросоюза содержание ОМФ в соках ограничено предельно допустимой величиной 20 мг/л. В нашей республике содержание ОМФ также нормируется такими документами как Санитарные нормы, правила и гигиенические нормативы «Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов», «Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к товарам, подлежащим санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю), утв. решением Комиссии Таможенного Союза от 7 апреля 2011 г. № 622». На основании этих документов, содержание ОМФ в соках и соковой продукции, в т. ч. сырье для производства детского питания должно быть не более 10–20 мг/л (кг), в меде и БАД — не более 25 мг/кг.

Анализируя вышеизложенное, можно сделать вывод, что хроматографические методы являются наиболее перспективными при проведении физико-химических исследований сложных органических соединений. В настоящее время перечисленные выше методики находят широкое применение в лабораторной практике ЦГЭ.