



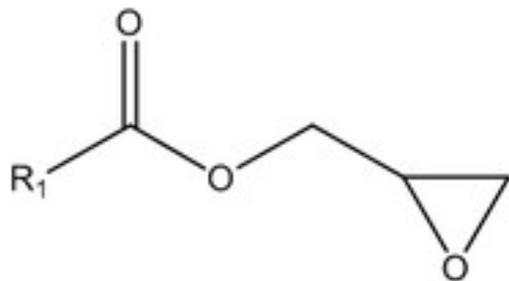
# ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СЛОЖНЫХ ЭФИРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ МОНОХЛОРПРОПАДИОЛОВ (МХПД) И ГЛИЦИДОЛА В ОБРАЗЦАХ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ТАНДЕМНОЙ ХРОМАТО-МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

**АВТОРЫ:** Плешак Е.М., Батуревич А.И., Бельшева Л.Л.

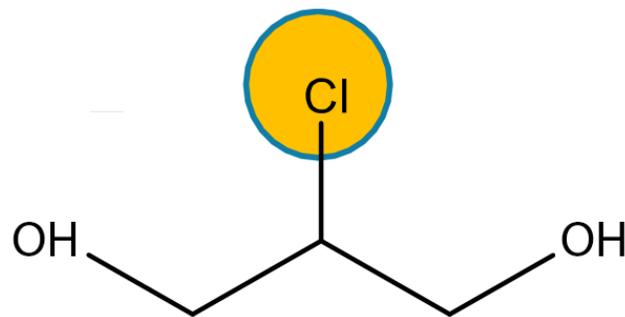
Виртуальная выставка  
научных разработок  
«Гигиеническая  
безопасность»

# ГОСТ ISO 18363-2-2020

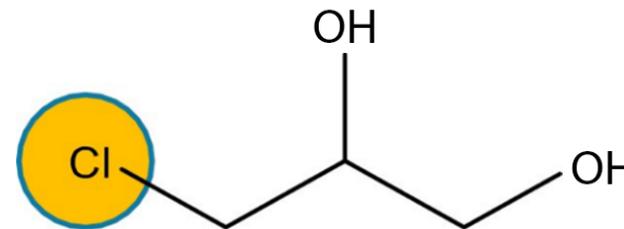
Данный метод позволяет одновременно определять сложные эфиры глицидола, 2-МХПД и 3-МХПД, присутствующие в маслах и жирах.



Глицидиловый эфир (ГЭ)



2-моноклорпропан-1,3-диол (2-МХПД)



3-моноклорпропан-1,2-диол (3-МХПД)

## Максимально допустимый уровень ГЭ в некоторых продуктах

Единые санитарно-эпидемиологические и гигиенические требования к продукции (товарам) подлежащей санитарно-эпидемиологическому контролю, внесены решением Коллегии Евразийской экономической комиссии от 06.08.2019 №132	Максимально допустимый уровень ГЭ в пересчете на глицидол
Масла растительные, предназначенные для непосредственного употребления человеком в пищу и в качестве продовольственного (пищевого сырья)	1 мг/кг
Масло подсолнечное, соевое, кукурузное, используемые при изготовлении продуктов детского питания	0,5 мг/кг

Европейская комиссия законодательно ограничила содержание ГЭ жирных кислот в растительных маслах и жирах, продающихся в рознице и используемых в качестве сырья для производства продуктов питания на уровне 1 мг/кг продукта

## ГОСТ ISO 18363-2-2020

- Область применения: Твердые и жидкие жиры и масла растительного и животного происхождения.
- Количественная оценка выполняется путем внутренней одноточечной калибровки с использованием соответствующих  $d_5$ -эфиров в качестве внутренних стандартов.
- Диапазон определения:
  - ✓ 0,2 – 25 мг/кг – глицидол, 2-МХПД
  - ✓ 0,4 – 25 мг/кг – 3-МХПД

# Пробоподготовка

1  
Взвешивание

2  
Внесение  
внутреннего  
стандарта

3  
Расщепление  
сложного эфира  
и  
преобразование  
глицидола

4  
Остановка  
гидролиза  
кислым  
раствором NaBr

5  
Очистка  
изогексаном

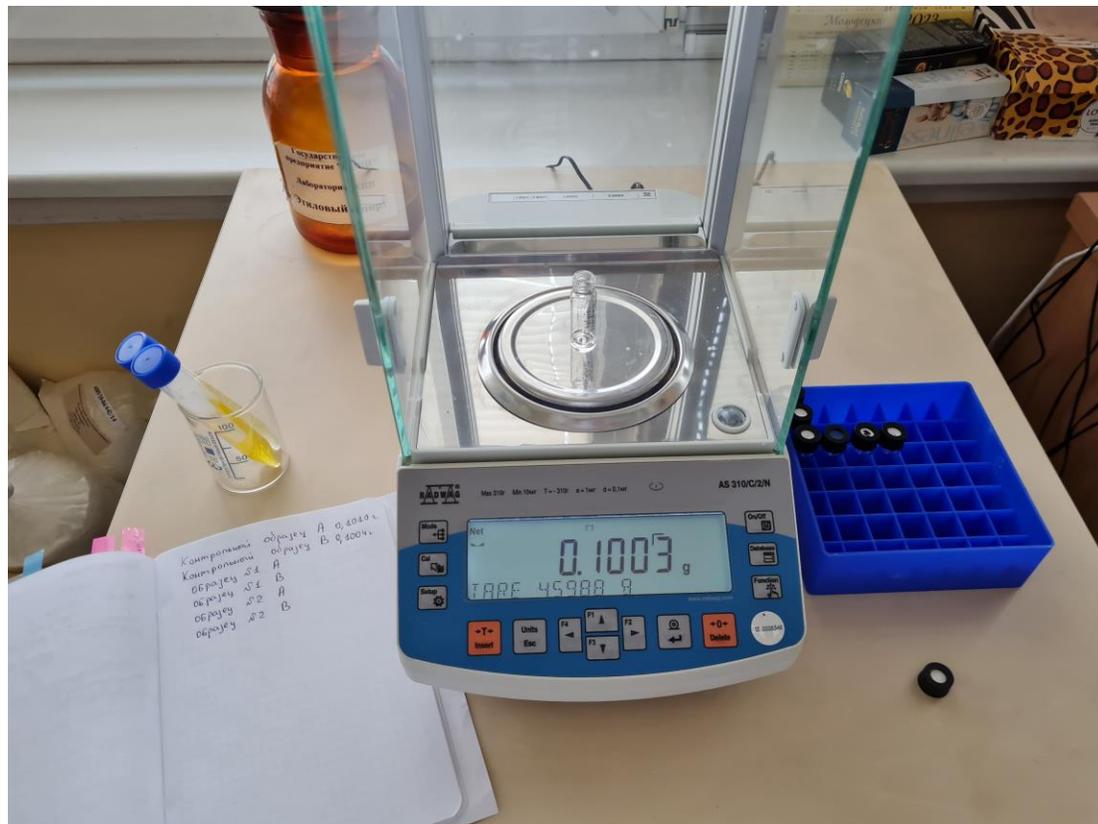
6  
Экстракция  
смесью  
диэтиловый эфир  
+ этилацетат

7  
Образование  
производных ФБК

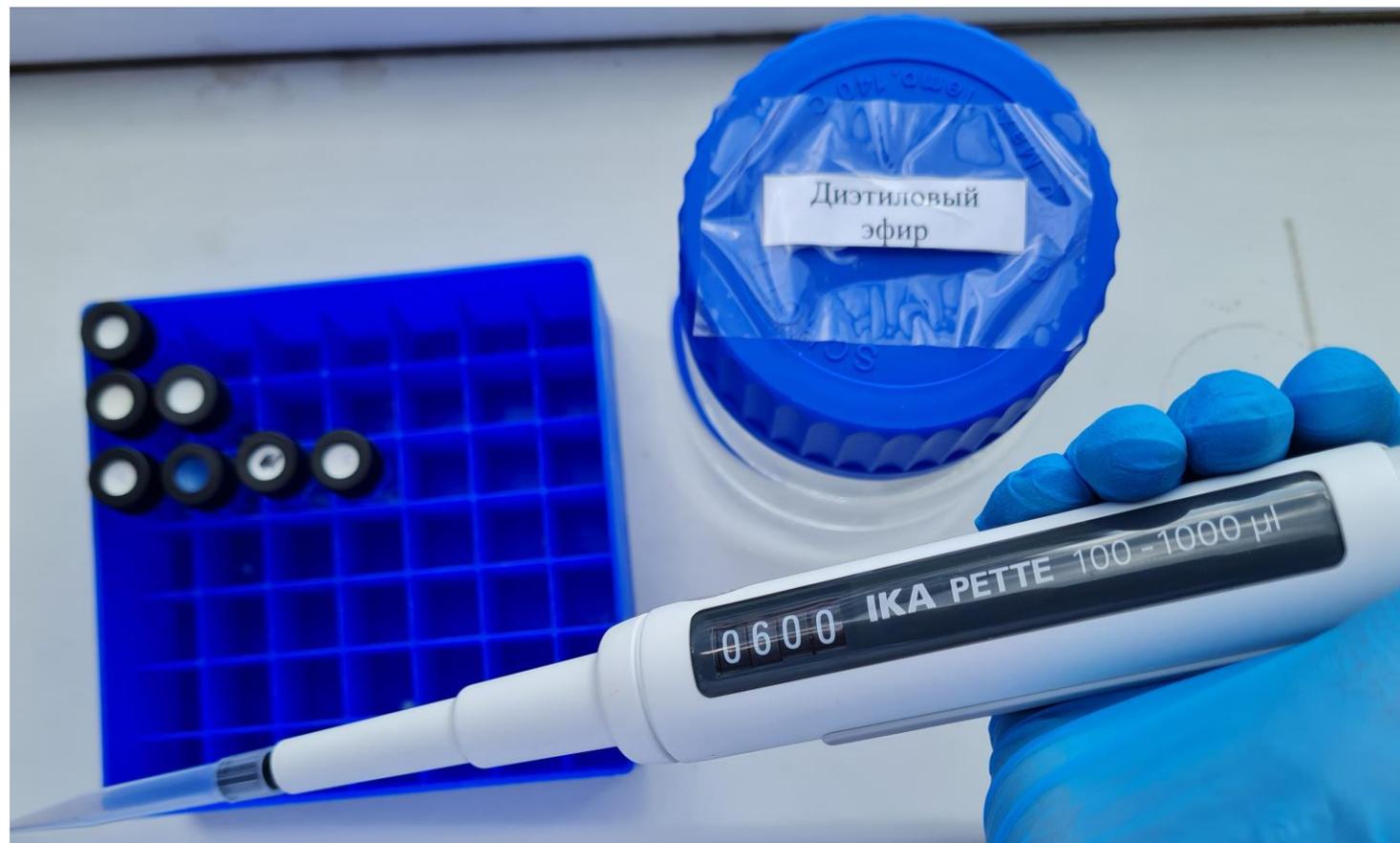
8  
Концентрирова-  
ние и  
растворение в  
изооктане

9  
ГХ-МС/МС  
измерение

# 1. Взвешивание двух навесок образца (100 мг)



## 2. Добавление к каждому образцу 600 мкл диэтилового эфира



### 3. Внесение внутренних стандартов

А

50 мкл 2-МХПД-d<sub>5</sub> (10 мкг/мл)  
50 мкл 3-МХПД-d<sub>5</sub> (10 мкг/мл)  
100 мкл Эфира глицидола (23,2 мкг/мл)



В

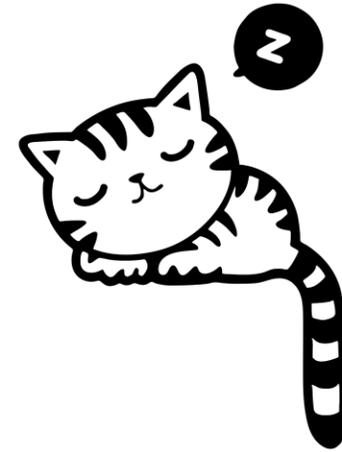
100 мкл Сложного эфира 2-МХПД-d<sub>5</sub>  
100 мкл Сложного эфира 3-МХПД-d<sub>5</sub>



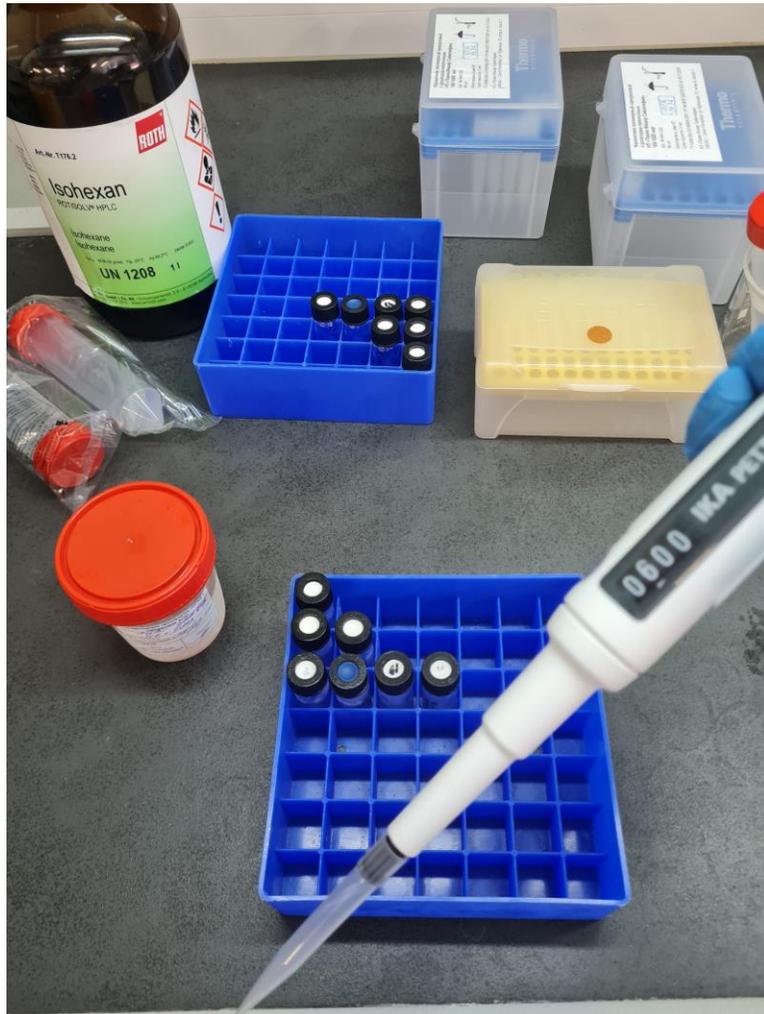
4. Добавление 350 мкл раствора NaOH в метаноле



5. Выдерживание в холоде в течение 8-12 часов (высвобождение свободных 2-МХПД, 3-МХПД и свободного глицидола)



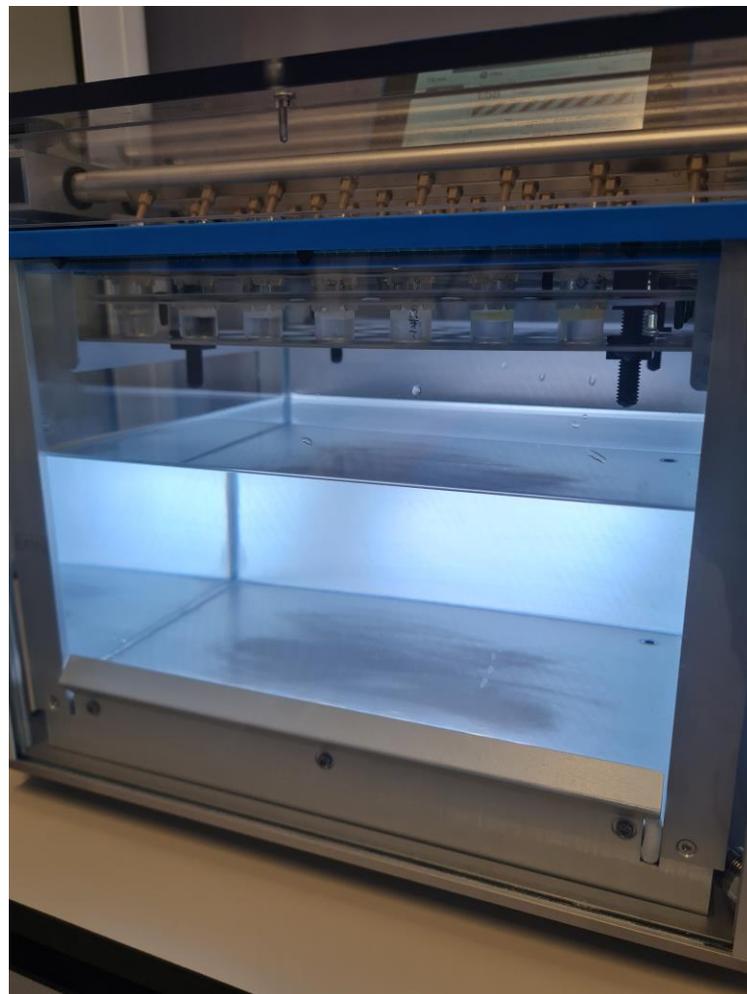
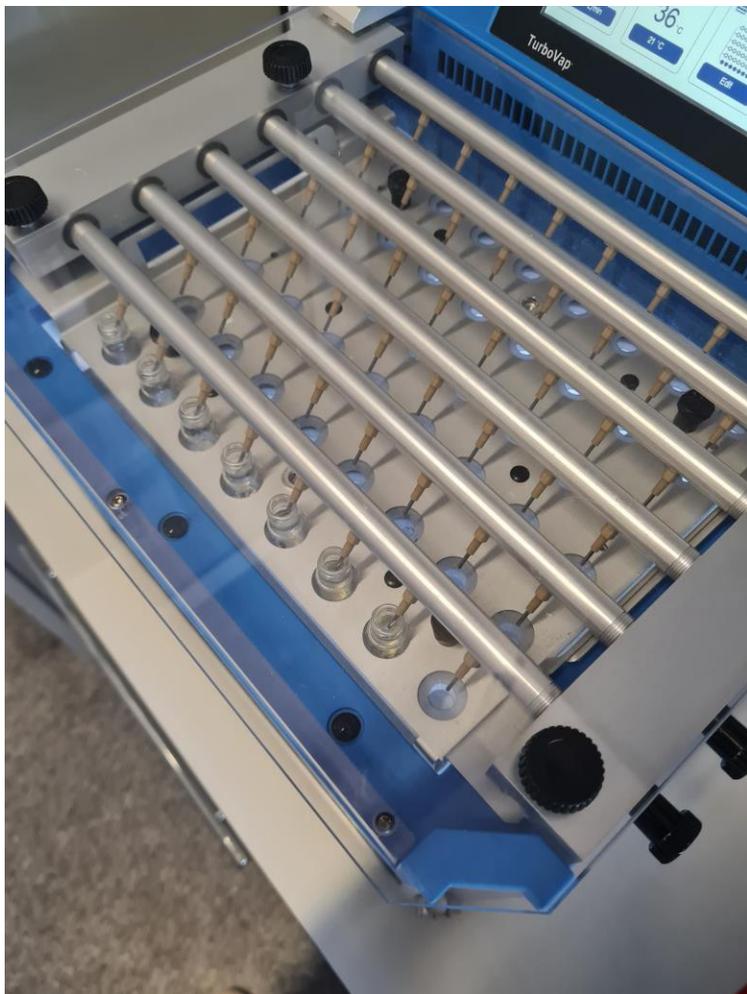
6. Добавление 600 мкл подкисленного раствора NaBr (Прекращение реакции гидролиза сложных эфиров)



7. Перемешивание



## 8. Упаривание органической фазы до 100 мкл в потоке азота



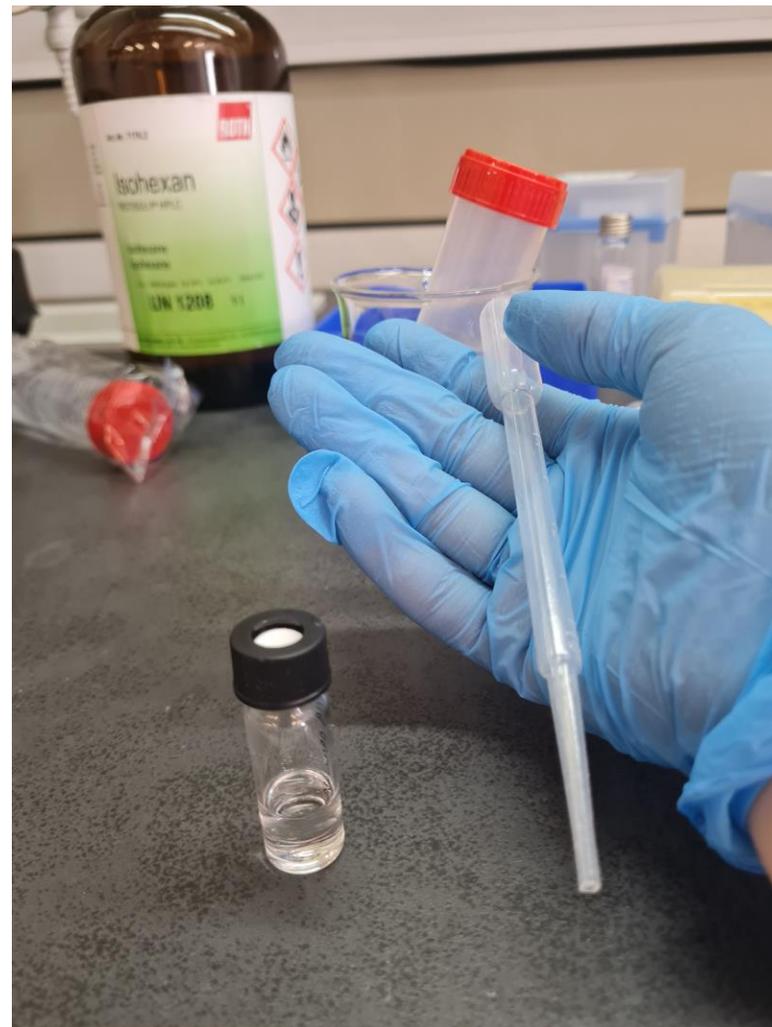
9. Добавление к обеим пробам 600 мкл изогексана (Очистка от неполярных соединений)



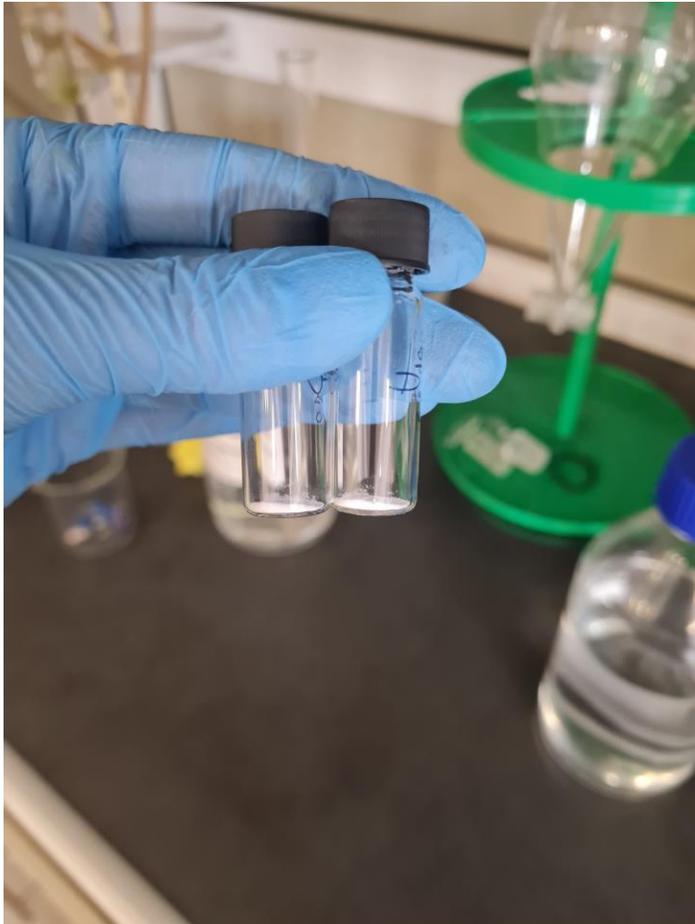
10. Перемешивание



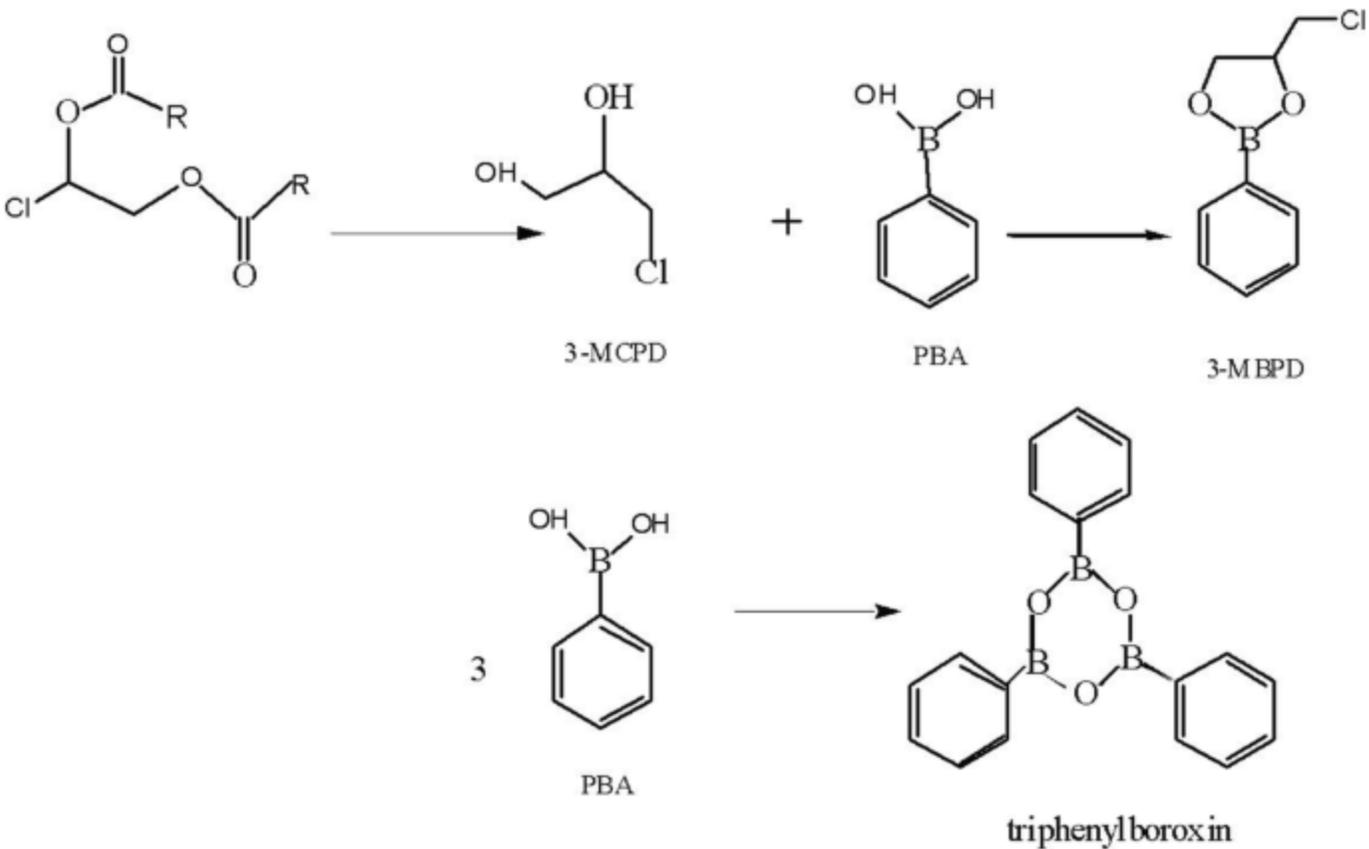
11. Удаление органической фазы пипеткой Пастера. Повторение очистки еще 2 раза.



12. Перевод определяемых соединений вместе с внутренним стандартом в органическую фазу путем экстракции смесью диэтиловый эфир : этилацетат (3 : 2). Экстракцию проводят порциями по 600 мкл, 3 раза. Органический экстракт переливается в новую виалу с безводным сульфатом натрия.



13. Добавление 50 мкл насыщенного раствора фенилборной кислоты к органической фазе (получение производных веществ в процессе реакции с ФБК)



14. Упаривание растворителя досуха в токе азота.

15. Пробу растворить в изооктане (500 мкл), проведение измерений с применением ГХ/МС-МС



# Анализ проводится на газовом хромато-масс-спектрометре Shimadzu GCMS-8040 NX.

## Условия хроматографирования

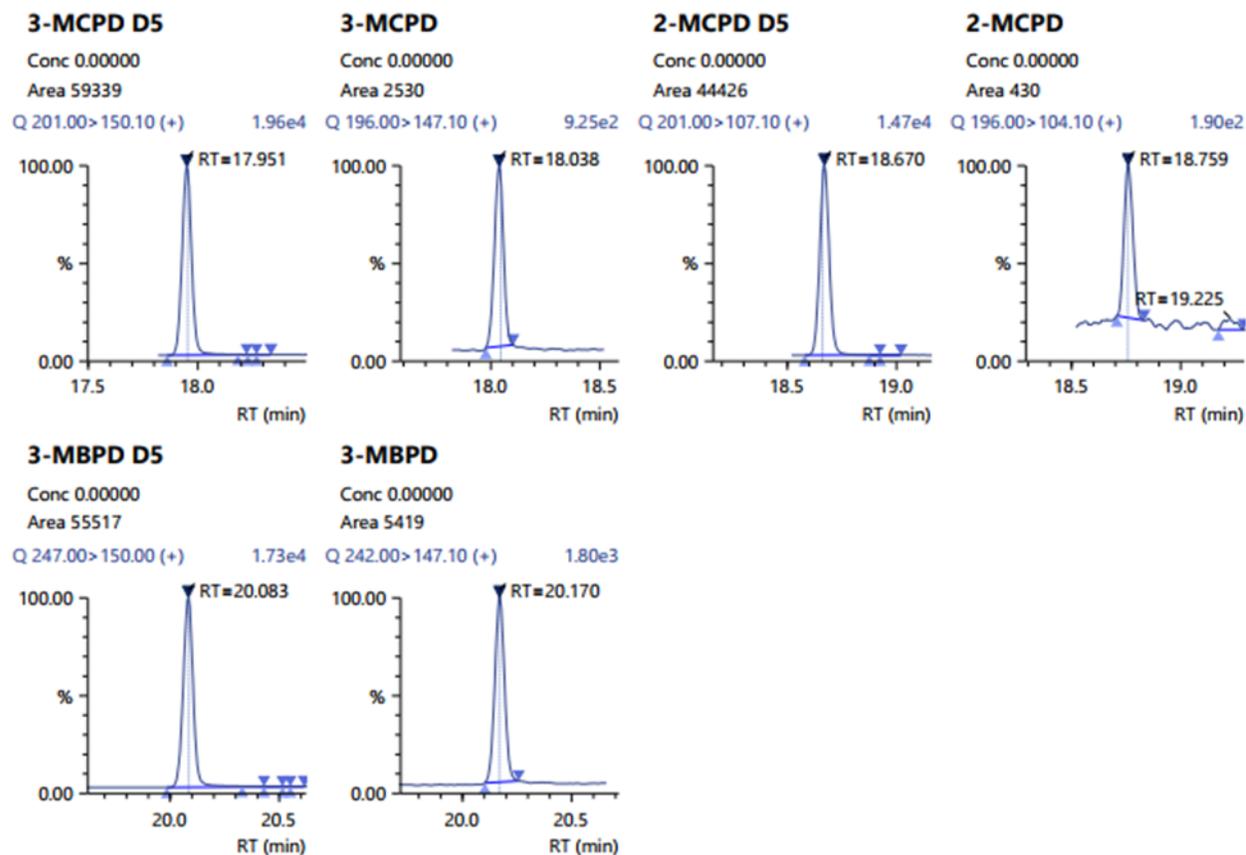
<i>Температурная программа</i>	60 °С – 5 °С/мин – 190 °С – 20 °С/мин – 280 °С (5 мин) – 20 °С/мин – 290 °С (5 мин)
<i>Колонка</i>	SH-5MS (30 м x 0,25 мм x 0,25 мкм)
<i>Режим работы инжектора</i>	Без деления потока
<i>Температура инжектора</i>	250 °С
<i>Вводимый объем пробы</i>	1 мкл
<i>Газ-носитель</i>	Гелий
<i>Скорость потока газа-носителя</i>	1,2 см <sup>3</sup> /мин
<i>Режим потока</i>	Постоянный поток
<i>Температура интерфейса</i>	280 °С
<i>Температура источника</i>	230 °С
<i>Режим работы МС</i>	MRM

# Анализ проводится на газовом хромато-масс-спектрометре Shimadzu GCMS-8040 NX

Параметры режима мониторинга выбранных реакций (MRM)

<i>Аналит</i>	<i>Прекурсор&gt; продукт, m/z</i>	<i>Энергия, В</i>	<i>Прекурсор&gt; продукт, m/z</i>	<i>Энергия, В</i>
3-МХПД-d <sub>5</sub> (внутренний стандарт)	201,00 > 150,10	9	150,00 > 93,10	15
3-МХПД	196,00 > 147,10	6	147,00 > 91,10	15
2-МХПД-d <sub>5</sub> (внутренний стандарт)	201,00 > 107,10	12	201,00 > 104,10	21
2-МХПД	196,00 > 104,10	25	198,00 > 104,20	15
3-МБПД -d <sub>5</sub> (внутренний стандарт)	247,00 > 150,00	10	245,00 > 150,20	9
3-МБПД	242,00 > 147,10	9	240,00 > 147,10	9

Пример хроматограммы образца рапсового масла. Установлено содержание определяемых компонентов: связанный 2-МХПД менее 0,2 мг/кг, связанный 3-МХПД менее 0,4 мг/кг, связанный глицидол – 0,44 мг/кг.



## Результаты исследований масел растительных

<i>Образец</i>	<i>Связанный 2-МХПД, мг/кг</i>	<i>Связанный 3-МХПД, мг/кг</i>	<i>Связанный глицидол, мг/кг</i>
Масло подсолнечное нерафинированное (образец 1)	< 0,200	< 0,400	< 0,200
Масло подсолнечное нерафинированное (образец 2)	< 0,200	< 0,400	< 0,200
Масло подсолнечное нерафинированное (образец 3)	< 0,200	< 0,400	< 0,200
Масло подсолнечное нерафинированное (образец 4)	< 0,200	< 0,400	< 0,200
Масло подсолнечное рафинированное (образец 5)	< 0,200	< 0,400	2,664
Масло подсолнечное рафинированное (образец 6)	< 0,200	< 0,400	0,933
Масло подсолнечное рафинированное (образец 7)	0,376	0,844	0,663
Масло подсолнечное рафинированное (образец 8)	< 0,200	< 0,400	< 0,200
Масло подсолнечное рафинированное (образец 9)	< 0,200	< 0,400	< 0,200
Масло подсолнечное рафинированное (образец 10)	0,266	0,843	0,146
Масло подсолнечно-оливковое рафинированное (образец 11)	0,345	0,580	0,911
Масло оливковое рафинированное (образец 12)	< 0,200	< 0,400	< 0,200

Результаты оценки правильности (Rec, %) и прецизионности (RSD, %) методики определения

<i>Уровень концентрации</i>	<i>Показатель</i>	<i>Связанный 3-МХПД</i>	<i>Связанный 2-МХПД</i>	<i>Связанный глицидол</i>
1 уровень	Внесение, мг/кг	0,400	0,200	0,200
1 уровень	Полученное среднее значение, мг/кг	0,417	0,195	0,248
1 уровень	Rec, %	104	97	124
1 уровень	RSD <sub>r</sub> , %	2,5	3,6	6,8
1 уровень	df <sub>r</sub>	12	12	12
1 уровень	RSD <sub>I</sub> , %	2,8	3,8	7,1
1 уровень	df <sub>I</sub>	7	7	7
2 уровень	Внесение, мг/кг	25,0	25,0	25,0
2 уровень	Полученное среднее значение, мг/кг	28,0	24,2	29,5
2 уровень	Rec, %	112	97	118
2 уровень	RSD <sub>r</sub> , %	1,1	1,3	1,9
2 уровень	df <sub>r</sub>	12	12	12
2 уровень	RSD <sub>I</sub> , %	1,1	1,3	1,9
2 уровень	df <sub>I</sub>	7	7	7



Республиканское унитарное предприятие  
«Научно-практический центр гигиены»



220012, г. Минск  
ул. Академическая, 8



+375 17 347-73-70



rspch@rspch.by



+375 17 272-33-45



rspch.by  
certificate.by

Лаборатория химии  
пищевых продуктов:



+375 17 379-13-80



chf@rspch.by

### Образовательный центр «МОЦНА»:

- курсы повышения квалификации;
- обучающие семинары;
- стажировки на рабочих местах.



+375 17 399-87-34



edu@rspch.by



Информация о всех разработках Центра  
доступна по ссылке:  
<https://rspch.by/ru/DevelopedDocuments>