

# РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ ЛАКТОНОВ В АРОМООБРАЗУЮЩИХ ВЕЩЕСТВАХ ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ

**В. А. Прокопчук**

*nikaprokopchuk09@gmail.com;*

*Научный руководитель — В. Р. Юрченко, ассистент кафедры аналитической химии*

Разработана методика определения следовых количеств лактонов в ароматизирующих веществах пищевой продукции методом газовой хроматографии с масс-селективным детектированием в режиме мониторинга выбранного иона. В ходе разработки методики определения следовых количеств лактонов в режиме выбранного иона было определено количество характеристических масс, достаточных для нормальной идентификации лактонов в сложных смесях. Было изучено влияние степени разбавления на форму пиков и определен рабочий диапазон концентраций.

**Ключевые слова:** лактоны; ароматизирующие вещества; следовые количества; газовая хроматография; масс-спектрометрическое детектирование.

## ВВЕДЕНИЕ

За последние годы производство алкогольных напитков значительно увеличилось, объем мирового рынка алкоголя в стоимостном выражении составляет триллион долларов. Для получения еще большей прибыли производители фальсифицируют алкогольную продукцию для минимизации издержек при производстве. Выявлению идентификационных признаков крепких алкогольных напитков и их анализу уделяют большое внимание, поскольку фальсифицированные спиртные напитки могут нанести серьезный ущерб здоровью и в некоторых случаях даже жизни человека.

Одним из способов определения фальсификата алкогольной продукции, выдержанной в дубовой древесине, является отсутствие лактонов. Например,  $\gamma$ -лактоны,  $\delta$ -лактоны, в особенности виски-лактон, являются одними из наиболее важных соединений, влияющих на органолептические характеристики алкогольной продукции, выдержанной в дубовой древесине. Несмотря на их значительный вклад в общее ощущение вкуса, количество лактонов в ароматизирующих веществах очень низкое, и для их определения требуются чувствительные аналитические методы.

Хроматография является основным методом анализа лактонов, а в случае летучих соединений широкое применение находит газо-жидкостная хроматография с масс-селективным детектированием.

Мониторинг выбранных ионов (SIM) — это режим масс-детектора, широко используемый для анализа следовых количеств. В нем масс-спектрометр не записывает полные масс-спектры, а настраивается на мониторинг интенсивности конкретных  $m/z$ . SIM позволяет повысить селективность и чувствительность анализа [1].

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Для разработки методики определения следовых количеств лактонов в SIM режиме следует определить количество характеристических масс, необходимых для нормальной идентификации. Эксперимент проводился на простой смеси бутанола в этаноле с использованием системы HP-5890/5972 в следующих условиях [2]:

- Капиллярная кварцевая колонка «Инновакс» 50% полиэтиленгликоль 55 м на 0,25 мм;
- Газ-носитель – гелий;
- Скорость потока – 0,9 мл/мин;
- Давление на входе в колонку – 97 кПа;
- Ручной ввод пробы объемом 1 мкл, режим ввода – со сбросом избытка пробы 1:30;
- Температура инжектора 250 °С, температура колонки изменяется в соответствии с программой: начальная температура 50 °С поддерживается постоянной 3 минуты, далее увеличивается со скоростью 12 град/ мин до 140 °С. Температура детектора 280 °С;
- Условия детектирования: энергия электронов ионизации — 70 эВ, режим сканирования ионов — от 19 до 450  $m/z$ .
- Запись хроматограммы начинается спустя 8 минут после ввода пробы, что связано с задержкой на пик растворителя, который не регистрируется детектором.

В ходе эксперимента выявлено, что при малом количестве характеристических масс пик расщепляется. При уменьшении на одну характеристическую массу при каждом сканировании, малейшее расщепление наблюдается уже при 4  $m/z$ , которое постепенно усиливается (рис. 1).

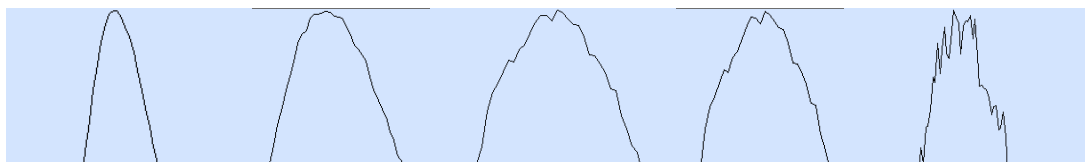


Рис. 1. Хроматограмма бутанола  $10^{-8}$  М sim-режим 9, 4-1  $m/z$

Предполагаемая причина подобного явления, следующая: хроматограмма – это наложение всех распознанных детектором характеристических масс, соответственно, чем меньше характеристических масс детектируется, тем более резкое падение интенсивности пиков масс-спектра происходит и наблюдается большее расщепление пика, в результате вещество не распознается.

Для определения следовых количеств лактонов в сложной смеси требуется определить рабочий диапазон концентраций (рис. 2).

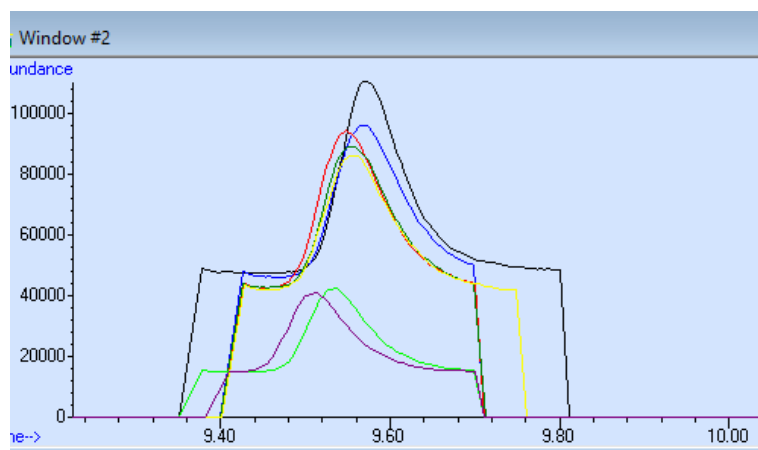


Рис. 2. Хроматограмма бутанола  $10^{-6}$  -  $10^{-9}$  М sim-режим 9 m/z

Установленный рабочий диапазон концентраций составляет  $10^{-6}$  –  $10^{-9}$  М. Показано, что разбавление не влияет на форму пиков.

Следующей задачей эксперимента было определить следовые количества лактонов, а именно дельта-декалактона, дельта-ундекалактона, дельта-додекалактона в образце ароматизирующей добавки, используемой в винной продукции, в режиме полного ионного тока (рис. 3).

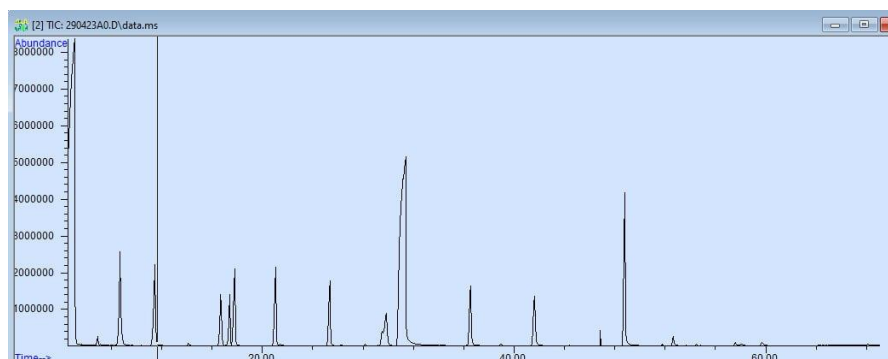


Рис. 3. Хроматограмма образца ароматизирующей добавки в режиме полного ионного тока  $10^{-6}$  М 4 m/z

Искомых веществ обнаружено не было, но органолептический анализ указывал на наличие данных веществ в образце.

После подбора оптимальных условий для разработки методики определения следовых количеств лактонов в режиме мониторинга выбранного иона, проанализирован образец ароматизирующей добавки (рис. 4).

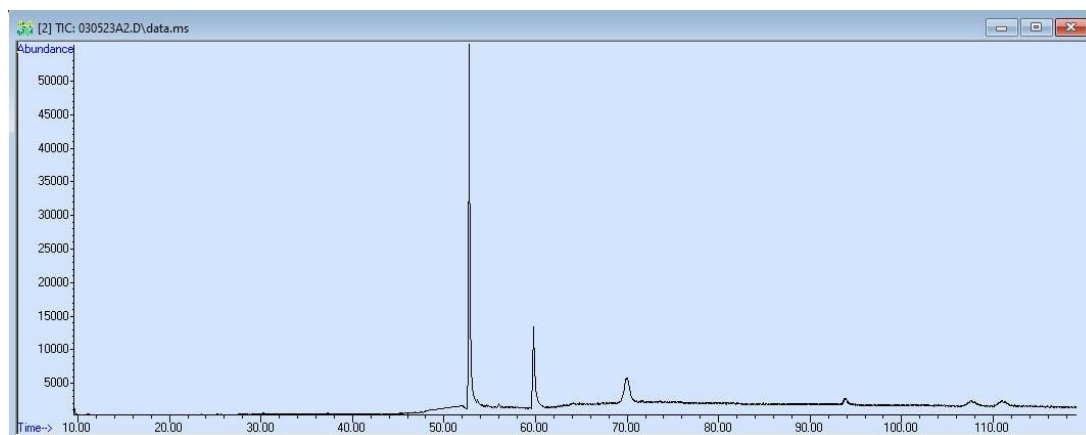


Рис. 4. Хроматограмма образца ароматизирующей добавки  $1541 \cdot 10^{-6}$  M sim-режим 4 m/z

В образце подтверждено наличие искомых лактонов.

Таким образом, разработана методика определения следовых количеств лактонов в ароматизирующих веществах пищевой продукции методом газовой хроматографии с масс-селективным детектированием в режиме мониторинга выбранного иона.

### Библиографические ссылки

1. Shimadzu.com [Электронный ресурс]. Режим доступа: [https://www.shimadzu.com/an/service-support/technical-support/gas-chromatograph-mass-spectrometry/required\\_tools/scan\\_and\\_sim.html](https://www.shimadzu.com/an/service-support/technical-support/gas-chromatograph-mass-spectrometry/required_tools/scan_and_sim.html). Дата доступа: 04.06.2023.
2. Масс-селективный детектор 5972 Инструкция по аппаратной оснастке / Agilent Technologies. 1999. 320 с.