



ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

Научная статья

УДК 543.544

doi: 10.17308/sorpchrom.2024.24/12125

Хроматографические подходы в контроле качества пищевой продукции по химическому составу

**Ярослав Олегович Рудаков^{1,3}, Владимир Федорович Селеменев¹,
Людмила Васильевна Рудакова², Олег Борисович Рудаков³✉**

¹Воронежский государственный университет, Воронеж, Россия

²Воронежский государственный медицинский университет, Воронеж, Россия

³Воронежский государственный технический университет, Воронеж, Россия, robi57@mail.ru✉

Аннотация. В статье представлен обзор хроматографических методов, комплексное использование которых обеспечивает контроль качества и безопасности пищевой продукции. Рассмотрены методы газовой хроматографии, позволяющие анализировать в продуктах летучие компоненты с использованием пламенно-ионизационного детектора, детектора электронного захвата, масс-селективных детекторов (ГХ-ПИД, ГХ-ДЭЗ, ГХ-МС, ГХ-МС/МС). Перечислены аналиты, которые можно определять с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии в сочетании с рефрактометрическим, спектрометрическими и масс-селективными детекторами (ВЭЖХ-РМД, ВЭЖХ-УФ, ВЭЖХ-СФД, ВЭЖХ-МС, ВЭЖХ-МС/МС). Показаны возможности ионной хроматографии и капиллярного электрофореза с электрохимическими детекторами (ИХ-ЭХД, КЭ-ЭХД) в определении ионогенных соединений. Отмечено значение тонкослойной хроматографии (ТСХ) в тандеме с оптическими цифровыми цветорегистрирующими устройствами в качественном и количественном анализе контаминантов в пищевой продукции. В связи с установлением негативного влияния микро- и нанопластика на здоровье человека актуальной задачей стало определение этих частиц в пищевой продукции, эту задачу можно решать с применением гелепроникающей хроматографии (ГПХ) и гидродинамической хроматографии (ГДХ), а также методом фракционирования в потоке в силовом поле (FFF).

Показано, что метод ГХ-МС в настоящее время становится приоритетным инструментальным методом, применяемым в аккредитованных аналитических лабораториях в идентификации примесей контаминантов в сельскохозяйственной продукции. Перспективен в этом аспекте метод пиролитической ГХ-МС. Пиролитическая ячейка не требует обязательного перевода твердого образца в раствор для его анализа.

Рассмотрены экстракционные и сорбционные методы подготовки проб для хроматографического анализа. Наиболее часто используют разнообразные способы жидкостно-жидкостной экстракции (ЖЖЭ), твердофазной экстракции (ТФЭ). В последнее время был разработан и широко внедрен комбинированный метод «квечерс» (QuEChERS). В обзоре авторы опирались в первую очередь на труды воронежских научных школ по хроматографии и смежным методам разделения.

Ключевые слова: газовая хроматография, высокоэффективная жидкостная хроматография, ионная хроматография, пищевая продукция, химический состав.

Для цитирования: Рудаков Я.О., Селеменев В.Ф., Рудакова Л.В., Рудаков О.Б. Хроматографические подходы в контроле качества пищевой продукции по химическому составу // *Сорбционные и хроматографические процессы*. 2024. Т. 24, № 2. С. 197-208. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2024.24/12125>

Original article

Chromatographic approaches to food quality control by chemical composition

**Yaroslav O. Rudakov^{1,3}, Vladimir F. Selemenev¹,
Ludmila V. Rudakova², Oleg B. Rudakov³✉**

¹Voronezh State University, Voronezh, Russia



²Voronezh State Medical University, Voronezh, Russia

³Voronezh State Technical University, Voronezh, Russia, robi57@mail.ru[✉]

Abstract. The article provides an overview of chromatographic methods, which, when used comprehensively, ensure food quality control and safety. It considers gas chromatography methods that allow analysing volatile components in products using a flame ionization detector, an electron capture detector, and mass-selective detectors (GC-FID, GC-ECD, GC-MS, and GC-MS/MS). The article provides a list of analytes that can be detected by high performance liquid chromatography in combination with refractometric, spectrometric, and mass selective detectors (HPLC-RMD, HPLC-UV, HPLC-SPD, HPLC-MS, and HPLC-MS/MS). The study showed how ion chromatography and capillary electrophoresis with electrochemical detectors (IC-ECD, CE-ECD) can be used to detect ionogenic compounds. It highlighted the importance of thin layer chromatography (TLC) in combination with optical digital colour recording devices in the qualitative and quantitative analysis of contaminants in food products. Since it has been established that micro- and nanoplastics have a negative impact on human health, it is very important to detect these particles in food products. This task can be solved by using gel permeation chromatography (GPC) and hydrodynamic chromatography (HDC), as well as the method of field-flow fractionation (FFF).

It was shown that the GC-MS method is now becoming a priority instrumental method used in accredited analytical laboratories to identify impurities of contaminants in agricultural products. The pyrolytic GC-MS method is promising in this regard. The pyrolytic cell does not require the transfer of a solid sample into a solution for its analysis.

The paper considers extraction and sorption methods for the preparation of samples for chromatographic analysis. A variety of liquid-liquid extraction (LLE) and solid-phase extraction (SPE.) methods are most commonly used. Recently, the QuEChERS method has been developed and widely implemented. The overview is primarily based on the papers dedicated to chromatography and related separation methods published by researchers belonging to Voronezh scientific schools.

Keywords: gas chromatography, high performance liquid chromatography, ion chromatography, food products, chemical composition.

For citation: Rudakov Ya.O., Selemenov V.F., Rudakova L.V., Rudakov O.B. Chromatographic approaches to food quality control by chemical composition. *Sorbtsionnye i khromatograficheskie protsessy*. 2024. 24(2): 197-208. (In Russ.). <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2024.24/12125>

Введение

Широкое применение комплекса хроматографических методов в аналитическом контроле качества и безопасности пищевой продукции зиждется на достижениях ученых и инженеров в теории, практике и техническом прогрессе в области хроматографии. В России успешно действует несколько научных школ, развивающих хроматографические методы: в Москве, Санкт-Петербурге, Самаре, Новосибирске, Нижнем Новгороде и Воронеже. Особо отметим воронежских ученых, которые обеспечили научное сопровождение аграрной промышленности Воронежской области и всего Центрального Черноземья [1-4].

Хроматографические методы основаны, как известно, на разделении смеси аналитов за счет процессов динамической сорбции и десорбции в гетерогенной

системе, состоящей из подвижной и неподвижной фаз. Разделенные компоненты анализируемой смеси поочередно попадают в детектор, регистрирующий аналитические сигналы в виде хроматограммы, на которой время удерживания характеризует хроматографические свойства, а геометрические размеры пиков – концентрацию аналитов.

Пищевая продукция, как правило, имеет сложный химический состав. Это многокомпонентные гетерогенные матрицы содержащие белки, углеводы, жиры, или их смеси в разных комбинациях, сравнительно низкомолекулярные органические вещества – витамины, БАВ и минеральные вещества природного, искусственного и синтетического происхождения. Кроме полезных компонентов пищевая продукция содержит разнообразные пищевые добавки, улучшающие реологические, органолептические и тех-



нологические характеристики продукции. Вместе с тем, в ней могут присутствовать контаминанты – загрязнители природного и антропогенного происхождения, ухудшающие качество и безопасность пищевой продукции.

В аналитической практике лабораторий Роспотребнадзора, в чью функциональную обязанность входит госконтроль над качеством и безопасностью пищевой продукции, универсального хроматографического метода не существует. Для определения химического состава продукции, обнаружения контаминантов, загрязняющих продукцию, применяют целый комплекс хроматографических методов. Газовая хроматография применяется для определения летучих органических соединений, подвижной фазой в этом случае служит газ-носитель. Жидкостная хроматография, в первую очередь, высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ), в которой подвижной фазой является жидкость, используется для разделения и анализа смесей термолабильных и относительно высокомолекулярных веществ. Ионогенные вещества, органические и неорганические электролиты – аналиты для ионообменной хроматографии (ИХ) и капиллярного электрофореза (КЭ, не является хроматографическим методом, его роднит с хроматографией наличие жидкой подвижной фазой). Для олигомеров, полимеров, биополимеров, наночастиц применяется эксклюзионная (гельпроникающая хроматография, ГПХ) и гидродинамическая жидкостная хроматография (ГДХ), а также фракционирование в потоке в силовом поле (FFF, в этом методе жидкость является подвижной фазой, но механизм удерживания отличен от хроматографии) (рис.1) [5-18].

Химический состав пищевой продукции

Химический брутто-состав пищевой продукции – количество жиров, углево-

дов, белков, витаминов и других биологически активных добавок (БАД) определяют с целью сертификации продукции, для установления ее пищевой ценности. Чтобы определить натуральность продукции, аутентичность, т.е. отсутствие фальсификации, требуется идентификация отдельных компонентов жиров, углеводов и аминокислот, выявление наличия или отсутствия тех или иных компонентов, или количественного соотношения аналитов. С этой точки зрения методы хроматографии, отличающиеся высокой эффективностью и селективностью разделения, являются приоритетными методами анализа в пищевой индустрии.

С точки зрения качества и безопасности продукции важнейшей задачей является определение наличия в ней экотоксикантов и контаминантов в количествах не превышающих предельно допустимую концентрацию (ПДК).

Если брутто-состав определяется методами физической сепарации, экстракции и классического химического анализа, то для решения задач идентификации и выявления конкретных химических соединений применяются те или иные хроматографические методы (табл. 1).

Газовая хроматография

В газовой хроматографии пищевой продукции в настоящее время применяют преимущественно капиллярные колонки (25-100 м) и пламенно-ионизационные детекторы (ПИД). Работа ПИД основана на изменении фонового тока водородного пламени при внесении в него органического вещества.

Другой ставший популярным детектором в пищевой химии стал масс-селективный детектор. Хромато-масс-спектрометрия – это гибридный метод анализа, сочетающий хроматографию и масс-спектрометрию. Сочетание газового хроматографа и масс-спектрометра (ГХ-МС) усиливает возможности обоих методов. Масс-спектрометр – высокочувствительный детектор, универ-

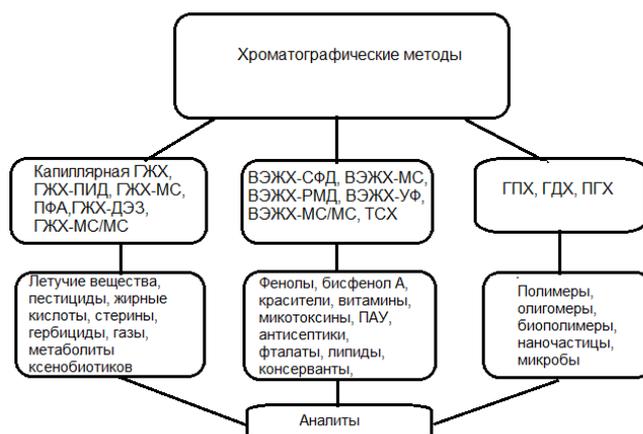


Рис. Хроматографические методы в определении химического состава пищевой продукции

Fig. Chromatographic methods used to determine the chemical composition of food products

сальный и селективный одновременно, с уникальной способностью по идентификации компонентов. Возможности МСД для качественного анализа в хроматографии превосходят возможности любых других детекторов. Детектор МСД позволяет идентифицировать соединения не только по временам удерживания, но и сравнивая масс-спектр пика определяемого вещества с библиотечным. Библиотеки насчитывают сотни тысяч различных соединений, а программное обеспечение проводит поиск в считанные секунды. Масс-спектрометр благодаря хроматографу сканирует разделенные индивидуальные соединения, таким образом аналитик работает с чистыми масс-спектрами. В аналитическую практику внедрены тандемные масс-спектрометры с квадрупольным масс-анализатором (МС/МС), они в сочетании с газовой хроматографией нашли широкое применение в аналитических решениях проблем биотехнологии, медицины, экологии и др. [17-21].

Разработаны и внедрены в газовую хроматографию десятки различных по принципу действия детекторов. Например, катарометр, или детектор по теплопроводности (ДТП). В основу работы ДТП положен процесс передачи

тепла от нагретого термочувствительного элемента к более холодному корпусу детектора за счет теплопроводности газового потока. С изменением состава газового потока меняется его теплопроводность. Детектор универсальный, но менее чувствительный, чем ПИД.

Следует упомянуть еще детектор электронного захвата (ДЭЗ), применяемый для контроля над рядом загрязнителей. Принцип действия этого детектора основан на захвате молекулами анализируемых соединений свободных электронов, находящихся в ионизационной камере детектора. В ДЭЗ устанавливается источник бета-излучения. Детектор селективен к галогенорганическим соединениям. Активно применяется для анализа хлорорганических пестицидов и летучей галогенорганики.

Жидкостная хроматография

В жидкостной хроматографии, в варианте ВЭЖХ, применяется своя линейка детекторов. Прежде всего универсальный рефрактометрический детектор (РМД), ультрафиолетовый (УФД), спектрофотометрический (СФД), включающий ультрафиолетовый, видимый и частично инфракрасный диапазон спектра, флуориметрический детектор (ФЛД), детектор по светорассеянию испаренного образца



Таблица 1. Хроматографические методы в определении химического состава пищевой продукции и ее загрязнителей [5-25]
Table 1. Chromatographic methods in determining the chemical composition of food products and their contaminants [5-25]

Метод разделения	Методы детектирования	Определяемые химические соединения
Капиллярная газожидкостная хроматография (ГЖХ)	Масс-спектрометр (МС), тандемный масс-спектрометр (МС/МС)	цис-, транс-изомерные жирные кислоты, пестициды, гербициды, метаболиты ксенобиотиков, стирол, бисфенол А, нонилфенол, глицидиловые эфиры, 3- и 2-хлорпропандиолы
ГЖХ, ПФА, ПФА-МС	Пламенно-ионизационный детектор (ПИД)	пестициды, гербициды, метанол, ПАВ, эфиры жирных кислот
ГЖХ	Детектор электронного захвата (ДЭЗ)	Галогенсодержащие пестициды, инсектициды, гербициды, бисфенол А
ВЭЖХ	МС, МС/МС	антибиотики, микотоксины, диоксины, ПАУ, инсектициды, сульфаниламиды, амфениколы, пенициллины, тетрациклины, витамины
ВЭЖХ	спектрофотометрические детекторы (УФД, СФД), рефрактометрические детекторы (РМД), электрохимические детекторы (ЭХД), детекторы по светорассеянию испаренного образца (ELSD)	Консерванты, тартразин, метаболиты ксенобиотиков, фенолы, эфиры фталатов, сульфаниламиды, фталаты, углеводы (монозы, биозы, триозы) и их производные, витамины, липиды, аминокислоты
ВЭЖХ	Флуориметрический детектор (ФЛД)	Макролиды, антибиотики, фикотоксины, афлатоксины
Ионная хроматография	ЭХД	Токсичные элементы, органические и неорганические ионы, нитраты, ПАВ, сульфиты, аминокислоты, пептиды, фосфолипиды
Эксклюзионная хроматография	Рефрактометрический детектор (РМД)	Олигосахариды, полисахариды, наночастицы, полипептиды, белки
Капиллярный электрофорез	ЭХД, СФД	Антибиотики, ионный состав, ПАВ, консерванты, бисфенол А, аминокислоты, водорастворимые витамины
Тонкослойная хроматография (ТСХ)	Видеоденситометры, сканеры, фотокамеры, смартфоны, УФ-камеры	экотоксиканты, антибиотики, микотоксины, фенолы, бисфенол А
Гидродинамическая хроматография	РМД, СФД	Биополимеры, наночастицы, микроорганизмы
Фракционирование в потоке в силовом поле (FFF)	РМД, СФД	Биополимеры, наночастицы, микроорганизмы, пыль

(ELSD). После решения технической проблемы сочетания жидкостной хроматографии и масс-спектрометрии получил развитие методы ВЭЖХ-МС, ВЭЖХ-МС/МС [13,17].

В ионной хроматографии нашли использование кроме оптических детекторов различные электрохимические детекторы (ЭХД) – кондуктометрические и амперометрические [9,13,17].

Таблица 2. Пути контаминации пищевой продукции [25]

Table 2. Ways of contamination in food products [25]

Источники загрязнений	Вид сырья	Пути контаминации	Контаминанты
Антропогенный	Растительное сырье, корма	Прямое осаждение на листьях, плодах и других открытых частях растений	Пестициды, инсектициды, фунгициды, гербициды, глифосат
Природный и антропогенный	Растительное сырье, корма	Всасывание через корневую систему из загрязнений почвы	Соли кадмия, свинца, цинка, ртути, минеральные удобрения, нитраты
Антропогенный	Сырое молоко, мясо	Аккумуляция в тканях животных, используемых для стимуляции их роста и лечения	Гормоны, антибиотики, ветеринарные препараты
Антропогенный	Сырое молоко, мясо	Образование в процессе технологической обработки, упаковки, транспортировки	ПАУ, нитрозоамины, фенолы, олово, свинец
Антропогенный	Полупродукты и продукты	Специальное внесение в продукт с целью улучшения его потребительских свойств и обеспечения ложноположительных интегральных показателей качества	Пищевые добавки, красители, консерванты, антиоксиданты, эмульгаторы, ароматизаторы, нейтрализаторы и др.
Природный	Молочные и мясные полупродукты и продукты	Бактериальная обсемененность и размножение бактерий с возможным образованием токсинов	<i>B. cereus</i> , токсины, <i>Cl. botulinum</i> , сальмонеллы, стафилококковые энтеротоксины и др.
Природный и антропогенный	Продукты переработки	Аккумуляция в продуктах при употреблении контаминированных кормов	Микотоксины: афлатоксины, охратоксины
Природный	Продукты переработки	Поражение паразитами	Паразиты и продукты их жизнедеятельности
Природный и антропогенный	Вода	Загрязнение источников питьевой воды, при транспортировке и в технологических процессах	Тяжелые металлы, органика, хлорорганика, ПАВ
Антропогенный	Вода	Миграция из тары	Микро- и нанопластик

Отдельно стоит сказать о методе тонкослойной хроматографии (ТСХ). Этот метод основан на применении пластин, на которые нанесен слой сорбента, качественным аналитическим сигналом в методе служит фактор замедления R_f – отношение расстояния, пройденного центром пятна, к расстоянию, пройденному фронтом растворителя, а не время удерживания, а количественным – площадь пятна и интенсивность его окраски, после проведения хромофорной реакции, если аналит не имеет собственного цвета. В этом методе для качественного и количествен-

ного определения используются видеоденситометры, сканеры, цифровые фотокамеры, смартфоны, УФ-камеры, если определяемое вещество или фон пластины имеют поглощение в ультрафиолетовом диапазоне [10,13,35].

В табл. 1 приведены основные хроматографические методы разделения и способы детектирования химических соединений в пищевой продукции, в таблицах 2 и 3 приведены пути контаминации на разных технологических стадиях получения продуктов питания.

Таблица 3. Технологические стадии, на которых происходит загрязнение [25]

Table 3. Technological stages associated with pollution [25]

Стадия жизненного цикла продукции	Субъект воздействия	Контаминанты
Стадия получения сырого молока и мяса, муки	Объекты окружающей среды, корма	Пестициды, ветпрепараты и их метаболиты, природные токсины, токсичные и следовые элементы, аллергены
Стадия переработки молока и мяса, выпечка	Технологическое оборудование, обоснованные компоненты рецептуры и добавки	Токсичные элементы, фальсифицирующие добавки, наночастицы, моноклорпропандиолы, глицидиловые эфиры жирных кислот
Стадия упаковки готового продукта или полуфабриката	Упаковочные материалы, компоненты из тары	Тяжелые металлы, бисфенол А, мономеры, пластификаторы, наночастицы, микропластик
Стадия хранения	Микроорганизмы	Мигрирующие из упаковки контаминанты, микотоксины

Методы подготовки проб

Ахиллесовой пятой хроматографических методов является подготовка проб. Для введения в хроматографическую колонку и в случае ГХ, и ВЭЖХ, требуется смесь аналитов перевести, как правило, в раствор, который помещается в шприц, кран-дозатор, или автосемплер и уже с помощью этих дозирующих устройств небольшое количество пробы вводится в хроматографическую систему.

Пищевой продукт является гетерогенной системой неоднородной консистенции, перед хроматографическим анализом его измельчают, затем извлекают из образца искомые аналиты. Для этого применяют самые разнообразные физические и физико-химические методы сепарации: твердофазную экстракцию (ТФЭ), микро-ТФЭ; низкотемпературную ТФЭ, жидкостно-жидкостную экстракцию (ЖЖЭ), высаливание, высахаривание, микро-ЖЖЭ, дисперсионную микро-ЖЖЭ, флюидную экстракцию, низкотемпературную микро-ЖЖЭ (liquid-liquid extraction with partition at low temperature, LLE-PLT), экстракционное вымораживание; газовую экстракцию (head space), экстракцию ионными жидкостями, комбинацию способов разделения, получившую название квечерс (QuEChERS), (quick, easy, cheap, effective, rugged, safe –

быстрый, простой, дешевый, эффективный и безопасный) [24-27].

ЖЖЭ в разных модификациях основана на переводе веществ из одной жидкой фазы в другую при их непосредственном контакте; при этом жидкие фазы не должны смешиваться, то есть их взаимная растворимость должна быть очень мала. Если одна фаза – полярная жидкость (вода), а вторая – неполярный растворитель, гидрофобные компоненты вытесняются во второй растворитель, а гидрофильный – в воду. Этому способствуют высаливание, высахаривание, вымораживание и даже просто понижение температуры. В этих случаях возможно применение растворителей, которые расслаиваются с водой при высаливании, добавлении водорастворимого полимера или при низких температурах (LLE-PLT). ЖЖЭ применяют как с целью получения первоначального экстракта твердых, жидких или диспергированных образцов, так в целях очистки экстракта и замены растворителя экстракта.

В газовой хроматографии летучих соединений применяют метод парофазного анализа (ПФА, head space) [28]. Для извлечения летучих целевых соединений используют парофазную экстракцию. Сущность этого подхода состоит в выделении из образца паров содержащихся в

нем летучих соединений при помощи нагревания, пропускания потока инертного газа или при применении комбинации обоих воздействий. Агрегатное состояние образца может быть как жидким, так и твердым.

Метод твердофазной экстракции (ТФЭ), основанный на извлечении целевых соединений из жидких образцов, экстрактов и газообразных образцов путем их адсорбции на малых количествах (от нескольких до сотен мг) адсорбционных материалов стал одним из основных в аналитической практике [24]. Элюирование (смыв) целевых аналитов осуществляют сравнительно небольшими объемами в пределах десяти мл, что дает возможность избежать при проведении пробоподготовки операций, связанных с применением и расходом больших объемов растворителей. Метод адсорбционной очистки (АО), основанный на извлечении из жидких образцов и экстрактов мешающих анализу компонентов матрицы путем адсорбции на малых количествах (от нескольких до сотен мг) адсорбционных материалов. При проведении АО целевые соединения (аналиты) проскакивают через сорбционный материал, то есть не сорбируются, а остаются в пробе (экстракте). Закономерности и технические средства проведения ТФЭ и АО одинаковы; различие подходов заключается в логике их применения. В методе ТФЭ целевые соединения на первой стадии удаляются из образца (экстракта) адсорбцией на подходящем материале, что позволяет проводить как очистку пробы, так и ее концентрирование, а также проводить замену растворителя пробы. В методе АО целевые соединения проскакивают через сорбент, который лишь поглощает часть загрязняющих пробу соединений; таким образом, АО применима исключительно для проведения очистки пробы. Нередко АО осуществляют на достаточно дешевых сорбентах, которые применяют однократно и выбрасывают после использования. При проведении

ТФЭ, напротив, стараются регенерировать адсорбционные материалы и использовать их многократно, что дает возможность применять для твердофазной экстракции более дорогие и качественные (нередко также специализированные) адсорбенты. В совокупности ТФЭ и АО называют сорбционными методами подготовки пробы. Сорбция может осуществляться в статических и динамических условиях [24].

Широкое применение в анализе пищевых продуктов получил комбинированный метод пробоподготовки квечерс (QuEChERS) [24-27]. Метод QuEChERS используют для обнаружения остатков пестицидов, антибиотиков, полиароматических углеводородов (ПАУ), полихлорированных дифенилов и других контаминантов в пищевых продуктах. Образец (фрукты, овощи, яйца и т.д.) гомогенизируют, центрифугируют с реагентом и перемешивают в течение 1 мин. Используемые реагенты зависят от типа анализируемого образца. Затем проводится экстракция. Этот шаг основан на распределении вещества между фазами посредством высаливания или холодной ЖЖЭ. При этом устанавливается равновесие между водной и органической фазами. На втором этапе осуществляется очистка способом дисперсионной твердофазной экстракции (ТФЭ) с последующим использованием различных сочетаний солей и пористых сорбентов, чтобы удалить мешающие вещества. Детектирование соединений обычно проводится методом газовой хромато-масс-спектрометрии (ГХ-МС) или жидкостной хромато-масс-спектрометрии (ВЭЖХ-МС).

После получения в результате операций отделения аналитов от матрицы продукта в виде раствора с достаточной концентрацией может потребоваться дополнительная стадия подготовки – дериватизация. Для целей ГХ аналиты переводят в сравнительно летучее производное. Например, жиры подвергают гидролизу,



образовавшиеся жирные кислоты метилируют [12]. Смесь метиловых эфиров жирных кислот анализируют методом ГЖХ. Смесь моно- и дисахаридов силилируют, и методом ГЖХ уже анализируют силилпроизводные. В случае ВЭЖХ также используют получение производных, например, для того, чтобы их можно было бы детектировать оптическими или масс-спектрометрическими детекторами [29].

Пиролитическая хроматография

Определенные возможности при идентификации пищевой продукции имеет метод пиролитической газовой хроматографии (ПГХ) [12,30]. ПГХ нашла свое применение в анализе полимеров. В пиролитическом процессе происходит термический распад полимера на различные сравнительно низкомолекулярные соединения. Продукты пиролитического распада для полимеров, отличающихся первичной структурой, фракционным составом, строением мономерных звеньев, регистрируются на хроматограммах в виде набора пиков, специфического для того или иного полимера, давая своеобразные «отпечатки пальцев». Этот метод применим и для идентификации биополимеров, белков и олиго- и полисахаридов, липидов. Современное сочетание ПГХ с масс-спектрометром (ПГХ-МС) открывает дополнительные возможности метода, так как по масс-спектрам разделенных продуктов пиролитического распада можно расшифровать химическую структуру полимера и технологию производства (обратный инжиниринг), выявить механизм и кинетику деградации анализируемого объекта, провести качественный и количественный анализ добавок (антиоксиданты, стабилизаторы, пластификаторы, антистатик, антипомутнители, огнеупоры, порообразователи и др.) [31]. Таким образом, метод ПГХ-МС пригоден для контроля качества и безопасности полимерной тары и упаковочных материалов, применяемых в пищевой промышленности. Упаковка является одним из источников

контаминации пищи [32-34,36]. Но этот метод применим и для анализа сложных природных матриц, из которых состоит пища, в этих матрицах содержится большое количество различных пищевых добавок и биополимеров. Большим преимуществом ПГХ-МС является то, что пиролитическая ячейка не требует перевода твердого образца в раствор, то есть минимизируется алгоритм подготовки проб. При программируемом нагреве ячейки в начале хроматографируются летучие компоненты и только затем продукты пиролитического распада. Актуальной задачей является внедрение ПГХ-МС в аналитическую практику в области контроля качества и безопасности пищевых продуктов.

Заключение

Широкое применение комплекса хроматографических методов в пищевой промышленности обеспечивает полноценный контроль химического состава конечных продуктов и биотехнологических процессов на разных стадиях их производства и хранения. Особенно важная роль хроматографических методов принадлежит контролю минорных аналитов: биологически активных веществ, витаминов, пищевых добавок, экотоксикантов и контаминантов, в выявлении аутентичности продукции. Для этих целей в аналитических лабораториях необходим набор хроматографических приборов ГЖХ, ИХ, ВЭЖХ, способных обеспечить этот контроль. Наиболее эффективно сочетание хроматографических методов разделения с масс-спектрометрическим детектированием. Перспективным методом для анализа пищевых продуктов является пиролитическая газовая хроматография с МСД, однако не следует отказываться от детекторов, зарекомендовавших себя в рутинных анализах: ПИД, ДЭЗ – в газовой хроматографии, МСД, СФД – в ВЭЖХ, ЭХД - в ионной хроматографии и электрофорезе.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет известных финансовых конфликтов интересов или личных отношений, которые

Список литературы/References

1. Selemenev V.F., Rudakov O.B. Voronezhskie nauchny`e shkoly` po khromatograficheskim i drugim rodstvenny`m metodam. *Analitika*. 2023; 13(3): 226-230. <https://doi.org/10.22184/2227-572X.2023.13.3.226.230> (In Russ.)
2. Rudakov O.B., Ry`bakova E.V. Khromatografiya i my`. K 150-letiyu so dnya rozhdeniya M.S. Czveti. *Khimiya, fizika i mexanika materialov*. 2022; 2(33): 108-123. (In Russ.)
3. Nasledie M.S. Czveti v trudax voronezhskix ximikov: V 2 tomax / V.F. Selemenev, O.B. Rudakov, D.L. Kotova et al. V. 1. Voronezh: Izdatel`sko-poligraficheskij centr "Nauchnaya kniga", 2021. 358 p. (In Russ.)
4. Nasledie M.S. Czveti v trudax voronezhskix ximikov: V 2 tomax / V.F. Selemenev, O. B. Rudakov, D. L. Kotova et al. V. 2. Voronezh: Izdatel`sko-poligraficheskij centr "Nauchnaya kniga", 2021. 330 p. (In Russ.)
5. Selemenev V.F., Rudakova L.V., Rudakov O.B. Lipidomika. Voronezh: Nauchnaya kniga, 2023, 316 p. (In Russ.)
6. Selemenev V.F., Rudakova L.V., Rudakov O.B. Vitaminy` kak ob`ekty` pishhevoj ximii i farmakologii. Voronezh: Izdatel`sko-poligraficheskij centr "Nauchnaya kniga", 2022, 212 p. (In Russ.)
7. Rudakov O.B., Korol`kova N.V., Polyanskij K.K. Texnoximicheskij kontrol` v texnologii zhirov i zhirozamenitelej. Sankt-Peterburg: Izdatel`stvo "Lan`", 2020, 576 p. (In Russ.)
8. Selemenev V.F., Rudakova L.V., Rudakov O.B. Fosfolipidy` na fone prirodny`x matricz. Voronezh: Izdatel`sko-poligraficheskij centr «Nauchnaya kniga», 2020, 318 p. (In Russ.)
9. Dolgonosov A. M., Rudakov O. B., Prudkovskij A. G. Kolonochnaya analiticheskaya xromatografiya: praktika, teoriya,

могли бы повлиять на работу, представленную в этой статье.

modelirovanie. Sankt-Peterburg, Izdatel`stvo "Lan`", 2015, 468 p. (In Russ.)

10. Rudakova L.V., Rudakov O.B. Informacionny`e texnologii v analiticheskom kontrole biologicheskii aktivny`x veshhestv. Sankt-Peterburg: Izdatel`stvo "Lan`", 2015, 468 p. (In Russ.)

11. Polyanskij K.K., Rudakov O.B., Podporinova G.K. Natural`ny`e i iskusstvenny`e podslastiteli. Svoystva i e`kspertiza kac hestva. Moskva: OOO "DeLi print", 2009, 252 p. (In Russ.)

12. Rudakov O.B., Ponomarev A.N., Polyanskij K.K., Lyubar` A.V. Zhiry`. Ximicheskij sostav i e`kspertiza kachestva. M.: OOO "DeLi print", 2005, 312 p. (In Russ.)

13. Rudakov O.B., Selemenev V.F., Vostrov I.A. Sputnik xromatografista. Metody` zhidkostnoj xromatografii. Voronezh, 2004, 526 p. (In Russ.)

14. Rudakov O.B., Rudakova L.V. Aminokislotny`j analiz belkov myasa. *Myasny`e texnologii*. 2020; 2(206): 29-35. (In Russ.)

15. Rudakov O.B., Rudakova L.V., Polyanskij K.K. Analiticheskij kontrol` kontaminantov v pishhevoj produkcii – garantiya ee kachestva i bezopasnosti. Innovacionnoe predprinimatel`stvo: social`noe i ekonomicheskije i marketingovy`e aspekty`: materialy` Mezhdunarodnoj nauchno-prakticheskij konferencii, Voronezh, 28-29 aprelya 2017 goda Voronezh: Izdatel`sko-poligraficheskij centr "Nauchnaya kniga", 2017: 362-368. (In Russ.)

16. Yashin A., Yashin Ya., Chernousova N. Opredelenie summarnogo soderzhaniya zhirorastvorimy`x antioksidantov v molochny`x, ry`bny`x, myasny`x produktax i rastitel`ny`x maslax. *Analitika*. 2012; 5(6):16-21. (In Russ.)

17. Yashin Ya.I. Yashin A.Ya. Analiticheskaya xromatografiya. Metody`, apparatura, primenenie. *Uspexi ximii*. 2006; 75(4): 366-379. (In Russ.)



18. Lavruxina O.I., Amelin V.G., Kish L.K. Opredelenie ostatochny`x kolichestv pesticidov v ob`ektax okruzhayushhej sredy` i pishhevy`x produktax. Obzor. *Ximicheskaya bezopasnost`*. 2022; 6(2): 81-116. (In Russ.)
19. Amelin V.G., Nikeshina T.B., Tretyakov A.V. Identifikaciya i opredelenie pesticidov i policiklicheskih aromaticeskix uglevodorodov v vode i pishhevy`x produktax metodom xromato-mass-spektrometrii. *Zhurnal analiticheskoy ximii*. 2011; 66(10): 1036-1041. (In Russ.)
20. Bolshakov D.S., Kochetova A.N., Podkolzin I.V. Sovremennye metody opredeleniya podlinnosti pishhevy`x produktov. *Trudy` Federal'nogo centra oxrany` zdorov`ya zhivotny`x*. 2020; 17: 257-299. (In Russ.)
21. Borisova T. Kontrol` kachestva produktov pitaniya i pishhevogo sy`r`ya. Resheniya Shimadzu. *Analitika*. 2016; 3(28): 64-71. (In Russ.)
22. Vinogradova N. I. Tonkoslojnaya xromatografiya. M-vo vnutrennix del Rossijskoj Federacii, Moskovskij un-t. Moskva: MosU MVD Rossii, 2008, 23 p. (In Russ.)
23. Paczovskij A.P. Sovremennye dostizheniya v oblasti tonkoslojnoj xromatografii. *Mir izmerenij*. 2013; 1: 36-40. (In Russ.)
24. Sy`chev K.S. Podgotovka proby` dlya gazovoj i zhidkostnoj xromatografii. Moskva. Iz-vo Integrated BioSeparation Solutions OU, 2019. 128 p. (In Russ.)
25. Rudakov O.B., Rudakova L.V., Pol'yanskij K.K. Mesto xromatografii v kontrole kachestva i bezopasnosti sy`r`ya i sel'skoxozyajstvennoj produkcii. Proizvodstvo i pererabotka sel'skoxozyajstvennoj produkcii: menedzhment kachestva i bezopasnosti: Materialy` mezhdunarodnoj nauchno-prakticheskoy konferencii, posvyashhennoj 25-letiyu fakul'teta tekhnologii i tovarovedeniya Voronezhskogo gosudarstvennogo agrarnogo universiteta imeni imperatora Petra I, Voronezh, 07-09 noyabrya 2018 goda. Tom Chast` II. Voronezh: Voronezhskij gosudarstvennyj agrarnyj universitet im. Imperatora Petra I, 2018; 405-410. (In Russ.)
26. Rudakov O.B., Selemenev V.F., Rudakova L.V. Nizkotemperaturnoe razdelenie i koncentrirovaniye v usloviyax obrazovaniya geterogenny`x sistem (obzor), *Sorbtsionnye i khromatograficheskie protsessy*. 2019; 19(4): 418-433. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2019.19/780>. (In Russ.)
27. Rudakov O.B., Selemenev V.F., Rudakova L.V., Podolina E.A. Xromatograficheskie i e`kstrakcionny`e svojstva acetonitrila i ego smesej s vodoj. *Sorbtsionnye i khromatograficheskie protsessy`*. 2018; 18(4): 458-478. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2018.18/554> (In Russ.)
28. Stolyarov B. V. Gazoxromatograficheskij parofaznyj analiz reakcionny`x sistem: dissertaciya... doktora ximicheskix nauk. Sankt-Peterburg, 2000. 397 p. (In Russ.)
29. Rudakov O.B., Rodionova N.S., Bocharova O.N. Sovremennoe sostoyanie kolichestvennogo kontrolya uglevodov v pishhevy`x produktax metodami vy`sokoe`ffektivnoj zhidkostnoj xromatografii (obzor). *Xranenie i pererabotka sel`xozsy`r`ya*, 1999; 2: 52-56. (In Russ.)
30. Rudakov O.B., Boev A.I., Nikitina S.Yu. Vozmozhnosti piroliticheskoy xromatografii v identifikacii molochnogo zhira. *Xranenie i pererabotka sel`xozsy`r`ya*. 2002; 3: 49-52. (In Russ.)
31. Rudakov O.B., Xoroxordin A.M., Rudakov Ya.O., Xoroxordina E.A. Prime-nenie piroliticheskoy xromato-mass-spektrometrii v kontrole kachestva stroitel`ny`x polimerov i kompozitov. *Stroitel`ny`e materialy`*. 2022; 8: 65-69. <https://doi.org/10.31659/0585-430X-2022-805-8-65-69> (In Russ.)
32. Rudakov O.B., Rudakova L.V. Bisfenol A: s chem ego edyat? *Pererabotka moloka*. 2019; 6(236): 24-26. <https://doi.org/10.33465/2222-5455-2019-6-24-26> (In Russ.)



33. Rudakov O.B., Rudakova L.V. PE`T-upakovka na vzglyad khimika-analitika. *Pererabotka moloka*. 2019; 8(238): 36-41. <https://doi.org/10.33465/2222-5455-2019-8-36-40> (In Russ.)

34. Rudakov O.B., Rudakova L.V. NANOchasticy iz plastika – aktual`ny`j kontaminant pishhevoj produkcii. *Myasny`e texnologii*. 2019; 10(202): 48-51. <https://doi.org/10.33465/2308-2941-2019-10-48-51> (In Russ.)

35. Rudakov O.B., Rudakova L.V., Abud M. Cifrovaya czvetometriya v farmaceuticheskom analize i kontrole produktov pitaniya. *Analitika*. 2014; 14(1): 58-67. (In Russ.)

36. Rudakov O.B., Rudakova L.V. Obezogeny` – ser`eznaya problema pishhevoj industrii. *Myasny`e texnologii*, 2024; 2: 38-41. (In Russ.)

Информация об авторах / Information about the authors

Я.О. Рудаков – инженер кафедры химии и химической технологии материалов Воронежского государственного технического университета, аспирант кафедры аналитической химии Воронежского государственного университета, Воронеж

В.Ф. Селеменев – д.х.н., профессор кафедры аналитической химии Воронежского государственного университета, Воронеж, Россия

Л.В. Рудакова – д.х.н., зав. кафедрой фармацевтической химии и фармацевтической технологии Воронежского государственного медицинского университета, Воронеж, Россия

О.Б. Рудаков – д.х.н., зав. кафедрой химии и химической технологии материалов Воронежского государственного технического университета, Воронеж, Россия

Ya.O. Rudakov – engineer of Department of chemistry and chemical technology of materials of Voronezh state technical University, postgraduate student of the Department of Analytical Chemistry of Voronezh State University Voronezh, Russia

V.F. Selemenev – Dr. Sci (Chemistry), professor of the Department of Analytical Chemistry, Voronezh State University, Voronezh, Russia

L.V. Rudakova – Dr. Sci (Chemistry), head of the Department of Pharmaceutical Chemistry and Pharmaceutical Technology of Voronezh State Medical University, Voronezh, Russia

O.B. Rudakov – Dr. Sci (Chemistry), head of Department of chemistry and chemical technology of materials of Voronezh state technical University, Voronezh, Russia, e-mail: robi57@mail.ru

Статья поступила в редакцию 04.03.2024; одобрена после рецензирования 16.04.2024; принята к публикации 17.04.2024.

The article was submitted 04.03.2024; approved after reviewing 16.04.2024; accepted for publication 17.04.2024.