

ОПРЕДЕЛЕНИЕ 1-ГИДРОКСИПИРЕНА В МОЧЕ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С МАСС-СЕЛЕКТИВНЫМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ

Алексеенко А.Н., Меринов А.В., Журба О.М., Шаяхметов С.Ф.

ФГБНУ Восточно-Сибирский институт медико-экологических исследований,
Ангарск, Россия
alexeenko85@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_44

1-гидроксипирен (1-пиренол) в моче относится к биологическим маркерам экспозиции полициклических ароматических углеводородов. Методики ГХ-МС и ВЭЖХ определения 1-гидроксипирена в моче обязательно включают ферментативный гидролиз, извлечение из биологической пробы (ТФЭ или ЖЖЭ), дериватизацию силилирующим агентом (только для ГХ-МС). Существующие ГХ-МС методики обладают следующими недостатками: значительная продолжительность ферментативного гидролиза (16 ч) и дериватизации (40 мин), нижние пределы измерения порядка 1 нг/мл, недостаточные при определении 1-гидроксипирена у лиц, не подверженных воздействию ПАУ в условиях производства [1, 2].

Поставлена цель разработать менее продолжительную и более чувствительную методику определения 1-гидроксипирена в моче методом газовой хроматографии с масс-селективным детектированием (ГХ-МС).

В настоящей работе применяли газовый одноквадрупольный хромато-масс-спектрометр Agilent 5975С, оснащённый автоматическим пробоотборником 7693 и капиллярной колонкой HP-5MS (30 м, 0.25 мм, 0.25 мкм). Ферментативный гидролиз β -глюкуронидазой, необходимый для расщепления конъюгированной формы 1-гидроксипирена (в виде глюкуронида) проводили в течение 1 ч. Извлечение аналита из биологической пробы осуществляли двукратной жидкостно-жидкостной экстракцией гексаном с дальнейшим упариванием экстракта до сухого остатка в токе азота. Факторы жидкостно-жидкостной экстракции (высаливающий агент: время экстракции: кратность экстракции) оптимизировали с помощью математического планирования 3-факторного эксперимента. Сопоставлены два силилирующих реагента БСТФА и МТБСТФА при дериватизации 1-гидроксипирена. Установлено, что сухой остаток лучше дериватизировать в силилирующем реагенте БСТФА (N,O-бис(триметилсилил)трифторацетамиде) в триметилсилиловый эфир при комнатной температуре в течение 5 мин.

Непосредственно перед пробоподготовкой вводили в пробы внутренний стандарт 1-гидроксипирен-d₉, благодаря которому достигаются линейность градуировочной характеристики ($r^2=1$), высокая прецизионность и точность определения.

Проведена оценка метрологических характеристик в диапазоне определяемых концентраций 0,1 – 100 нг/мл. Показатели повторяемости и внутрिलाбораторной прецизионности составили 4.4% и 6.4% соответственно. Систематическая погрешность не значима. Показатель точности в виде суммарной погрешности не превышает 15%. Методика апробирована на образцах мочи работников алюминиевого производства разных профессий, а также лиц, не занятых в данном производстве.

Список литературы

1. L. Campo, F. Rossella, S. Fustinoni. Development of a gas chromatography/mass spectrometry method to a quantify several urinary monohydroxy metabolites of polycyclic aromatic hydrocarbons in occupationally exposed subjects. // J. Chromatog. B. 2008. V. 875. P. 531.
2. Ho-Sang Shin, Hyun-Hee Lim. Simultaneous determination of 2-naphtol and 1-hydroxypyrene in urine by gas chromatography-mass spectrometry // J. Chromatog. B. 2011. V. 879. P. 489