

ПРИМЕНЕНИЕ РЕАКЦИОННОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В АНАЛИЗЕ ПРОДУКТОВ ГИДРОЛИЗА ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ОТРАВЛЯЮЩИХ СОЕДИНЕНИЙ

Корягина Н.Л., Савельева Е.И., Уколов А.И.

ФГУП «НИИ ГПЭЧ» ФМБА России, г.п. Кузьмоловский, Россия

nkoryagina@mail.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_48

Проблема анализа неустойчивых, полярных и нелетучих органических соединений методом газовой хроматографии (ГХ) может быть решена с применением реакционной ГХ, предполагающей конверсию аналитов в летучие и стабильные производные. Широкое распространение метод реакционной ГХ получил в токсикологическом анализе при определении маркеров токсикантов в объектах окружающей среды (ООС) и биосредах ввиду того, что ГХ остается базовым методом в лабораториях химико-токсикологического профиля. Использование химических превращений нелетучих соединений позволяет значительно улучшить селективность определения, оптимизировать условия хроматографического разделения, установить/подтвердить структуру аналитов. Индексы удерживания дериватов аналитов являются дополнительным критерием подтверждения идентификации. Дериватизация может быть проведена непосредственно в пробе, в экстракте пробы, на твердом сорбенте или в инжекторе хроматографа. Выбор реагента в значительной степени зависит от матрицы объекта исследования, постановки задачи (разведочный или целевой анализ), имеющегося лабораторного оборудования.

Определение полярных, термически нестабильных продуктов гидролиза фосфорорганических отравляющих веществ (ФОВ) – *O*-алкилметилфосфонатов, методом ГХ традиционно проводят после их перевода в метильные, силильные или перфторированные производные [1]. В то же время поиск новых дериватирующих реагентов продолжается. В рамках подтверждения компетентности аккредитованной Организацией по запрещению химического оружия лаборатории химико-аналитического контроля и биотестирования ФГУП «НИИ ГПЭЧ» ФМБА России при определении продуктов гидролиза ФОВ в моче в качестве дериватирующего реагента был применен 2-бром-1-(2-метоксифенил)-этанон. Определяемые соединения извлекали из образцов мочи объемом 1 мл методом ТФЭ (Supelclean LC-Si, 500 mg/3 mL). Элюирование аналитов проводили водным раствором ацетонитрила (3:1) порционно (2x1мл). Элюат концентрировали в токе азота досуха. В сухой остаток добавляли 0,05 мл ацетонитрильного раствора 2-бром-1-(2-метоксифенил)-этанола с концентрацией 10 мг/мл и 0,01 г карбоната калия. Образец выдерживали при 80°C в течение 40 минут. Анализ образца проводили методом ГХ-МС/МС в режиме положительной химической ионизации. Подобранные условия были успешно применены к анализу тестовых образцов мочи, в которых были идентифицированы гидролитические метаболиты циклозарина – *O*-циклогексилметилфосфонат и зарина – *O*-изопропилметилфосфонат. Детектирование дериватов проводили в режиме мониторинга заданных реакций по m/z 245 → 149, 121 для 2-(4-метоксифенил)-2-оксоэтил)-(изопропил)метилфосфоната и по m/z 273 → 149, 121 для 2-(4-метоксифенил)-2-оксоэтил)-(циклогексил)метилфосфоната.

В докладе будет представлен опыт применения разных дериватирующих реагентов для определения продуктов гидролиза ФОВ в ООС и биопробах [2, 3].

Список литературы

1. Н.Л. Корягина, Е.И. Савельева, Н.С. Хлебникова и др. // Масс-спектрометрия. – 2015. – Т. 12. – № 4. – С. 236-246.
2. Корягина Н.Л., Савельева Е.И., Уколов А.И. и др. // Токсикологический вестник. – 2016. – Т. 137. – № 2. – С. 8-18.
3. Н.Л. Корягина, Е.И. Савельева, Д.С. Прокофьева и др. // Токсикологический вестник. – 2017. – №3. – С. 8-17.