



ЗАКЛЮЧЕНИЕ СПЕЦИАЛИСТА

по результатам химического исследования

№ А21-03-3/23

от «13» апреля 2023 г.

«27» марта 2023 г., 14 час. 00 мин.
(дата, время начала проведения исследования)

«13» апреля 2023 г., 18 час. 00 мин.
(дата, время окончания проведения исследования)

г. Москва
(место проведения исследования)

Основание производства исследования:

Запрос Индивидуального предпринимателя Саплин Игорь Сергеевич № А21-03-3/23 от 21 марта 2023 г.

Специалист, выполнивший исследование:

Топилин Сергей Васильевич

ВВОДНАЯ ЧАСТЬ.

I. «21» марта 2023 года в ООО «Центр химических исследований» поступил запрос Индивидуального предпринимателя Саплин Игорь Сергеевич на проведение химического исследования.

II. При запросе на исследование представлены материалы (объект поступил в лабораторию 27.03.2023):

1. Мухомор красный сушеный перемолотый, 100 г.

III. На разрешение специалиста поставлен следующий вопрос:
Определение содержания иботеновой кислоты в образце (мухомор).

IV. Проведение исследования поручено специалисту Топилину Сергею Васильевичу.

Сведения о специалисте: Топилин Сергей Васильевич - эксперт-химик, имеет высшее химическое образование (диплом химического факультета Ростовского государственного университета ДВС № 0886528, 2001 г). Прошел обучение по программе повышения квалификации судебных экспертов по специальности: «Основы судебной экспертизы» (НП «Палата судебных экспертов», 2012 г.) Прошел профессиональную переподготовку по программе Судебно-химическая экспертиза» с присвоением квалификации «Судебный эксперт химической экспертизы» (Диплом о профессиональной переподготовке №622415384892, АНО «Современный институт дополнительного профессионального образования», регистрационный номер 004283, дата выдачи 22.10.2021), стаж работы по специальности – с 2001 г.

V. Сведения об экспертном учреждении:

Общество с ограниченной ответственностью «Центр химических исследований» (ООО «ЦХИ») зарегистрировано в установленном порядке. Свидетельство о государственной регистрации ОГРН 1137746231314.

ООО «Центр химических исследований» осуществляет деятельность на основании Устава и действующего законодательства Российской Федерации. Проведение химических исследований и экспертиз является уставной деятельностью организации.

Организация «Центр химических исследований» сертифицирована в соответствии со стандартом ГОСТ ISO 9001 (сертификат соответствия RU.МСК.009.005.СМ.16133 действителен до 30.08.2026 г).

ООО «Центр химических исследований» является членом Союза «Московская торгово-промышленная палата» и Торгово-промышленная палата Российской Федерации, рег. № 126-381 (Свидетельство рег. № 126-381 от 19.06.2019 г., действительно до 18.06.2023 г.).

Юридический адрес: 107143, г. Москва, ул. Вербная д. 8 стр. 5, пом. 207.
Адрес лаборатории: 107143, г. Москва, ул. Вербная д. 8 стр. 1, пом. 106.

Телефон: 8(499)372-22-44. Интернет-сайт: центр-химических-исследований.рф. Адрес электронной почты: ccrlab@yandex.ru.

VI. Перечень оборудования, использованного во время проведения исследования:

1. Весы электронные неавтоматического действия Pioneer модификации РА214С. Свидетельство о поверке № С-ДЮП/25-04-2022/155884011 от 25.04.2022 г. Действительно до 24.04.2023 г. Свидетельство о поверке № С-ДИЭ/16-03-2023/231481464 от 16.03.2023 г. Действительно до 15.03.2024 г.

2. Лабораторная посуда.

3. ВЭЖХ / хроматомасс спектрометр Agilent 1200 Series.

VII. Перечень использованной литературы:

1. Большой химический справочник. А.И. Волков И.М. Жарский. – Изд. Современная школа, 2005 г.

2. Васильев В.П. Аналитическая химия. В 2 ч. Часть 2. Физико-химические методы анализа — М.: Высш. школа, 1989 — 384 с.

3. Практическое руководство по жидкостной хроматографии. Сычев К.С. - Москва: Техносфера, 2010 - 272 с.

4. Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография - Е.Л. Стыскин, Л.Б. Ициксон, Е.В. Брауде.

5. Koujun TSUNODA, Noriko INOUE, Yasuo AOYAGI, Tatsuyuki SUGAHARA. Change in Ibotenic Acid and Muscimol Contents in Amanita muscaria during Drying, Storing or Cooking // Food Hygiene and Safety Science (Shokuhin Eiseigaku Zasshi).— 1993 Volume 34 Issue 2 Pages 153-160_1.

ИССЛЕДОВАНИЕ

Описание объекта исследования.

Объект исследования представляет собой порошок светло-коричневого цвета продукта «Мухомор красный сушеный перемолотый», 100 г.

Внешний вид объекта исследования представлен на фотографиях в приложении 1.

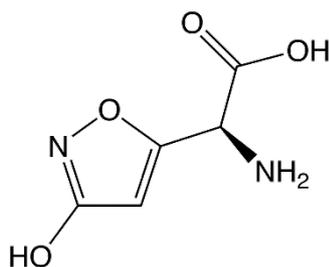
Методы.

- Высокоэффективная жидкостная хроматография с масс-селективным детектором (ВЭЖХ/МС) - аналитический вариант классической колоночной хроматографии в современном приборном исполнении. ВЭЖХ позволяет проводить одновременное разделение сложных проб на составляющие их компоненты, детектирование большинства компонентов, измерение концентрации одного или нескольких соединений (в зависимости от конкретных аналитических задач и наличия стандартных образцов). Детектирование осуществляется при помощи масс-селективного детектора.

Исследование по вопросу:

Определение содержания иботеновой кислоты в образце (мухомор).

Иботеновая кислота — химическое соединение, в природе содержится в плодовых телах некоторых видов мухоморов. Наряду с мусцимолом — одно из главных действующих веществ мухоморов красного, пантерного и некоторых других видов. По химической структуре — аминокислота, содержащая гетероциклическое ядро изоксазола; может существовать в виде двух таутомеров (гидрокси- и оксо-формы). Впервые выделена японскими исследователями в 1964 году, в том же году была определена химическая структура; в 1965 году впервые искусственно синтезирована. Структурная формула:



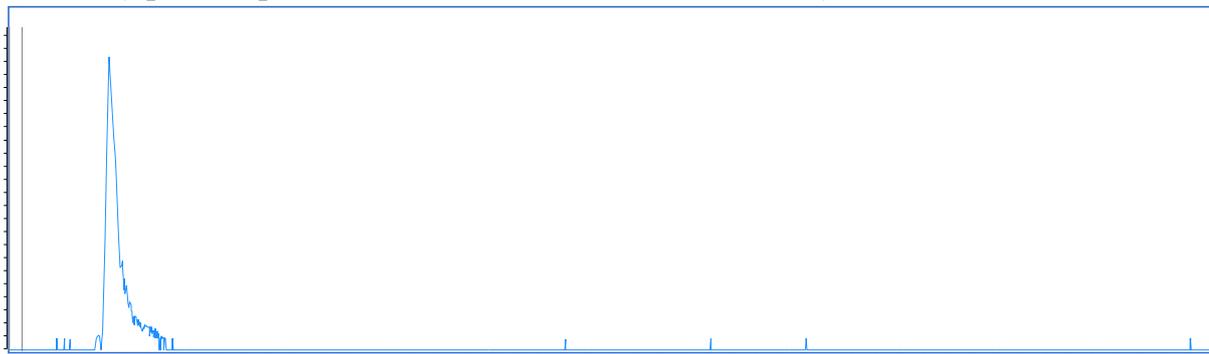
Брутто-формула – $C_5H_6N_2O_4$. Молекулярная масса – 158,11 г/моль.

Брали навеску образца и заливали метанолом. Оставляли пробу экстрагироваться на сутки без нагревания. На следующий день отфильтровывали экстракт в колбу на 100 мл. Затем доводили отфильтрованный экстракт до метки этанолом.

Перед исследованием приготовили стандартный раствор иботеновой кислоты. Для этого навеску 1 мг растворили в 10 мл метанола. Затем аликвоту от полученного раствора в объеме 50 мкл растворили в 1,5 мл метанола. Получили раствор с концентрацией 3,33 мкг/мл, который исследовали методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

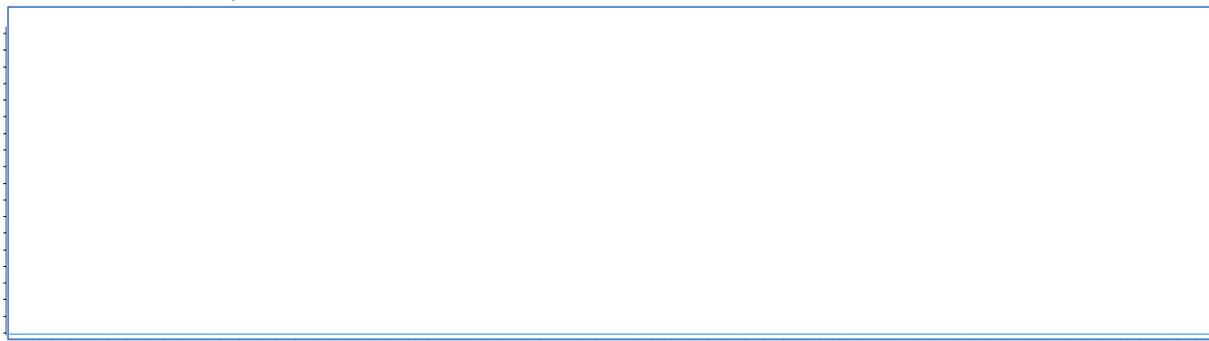
Условия проведения хроматографирования: элюирование изократическое, 1% ацетонитрила, 99% воды (с добавкой 0,1% муравьиной кислоты). Источник ионов - электроспрей, распыление элюента при 40 PSI, температура испаряющего газа- 350 гр., поток газа 8 л/мин.

В результате получена хроматограмма, которую исследовали по иону 159,0400 (протонированный ион иботеновой кислоты).



Хроматограмма стандарта иботеновой кислоты

Пробу образца исследовали в тех же условиях. В результате получена хроматограмма (приведен сигнал по характерному иону для иботеновой кислоты - 159,04):

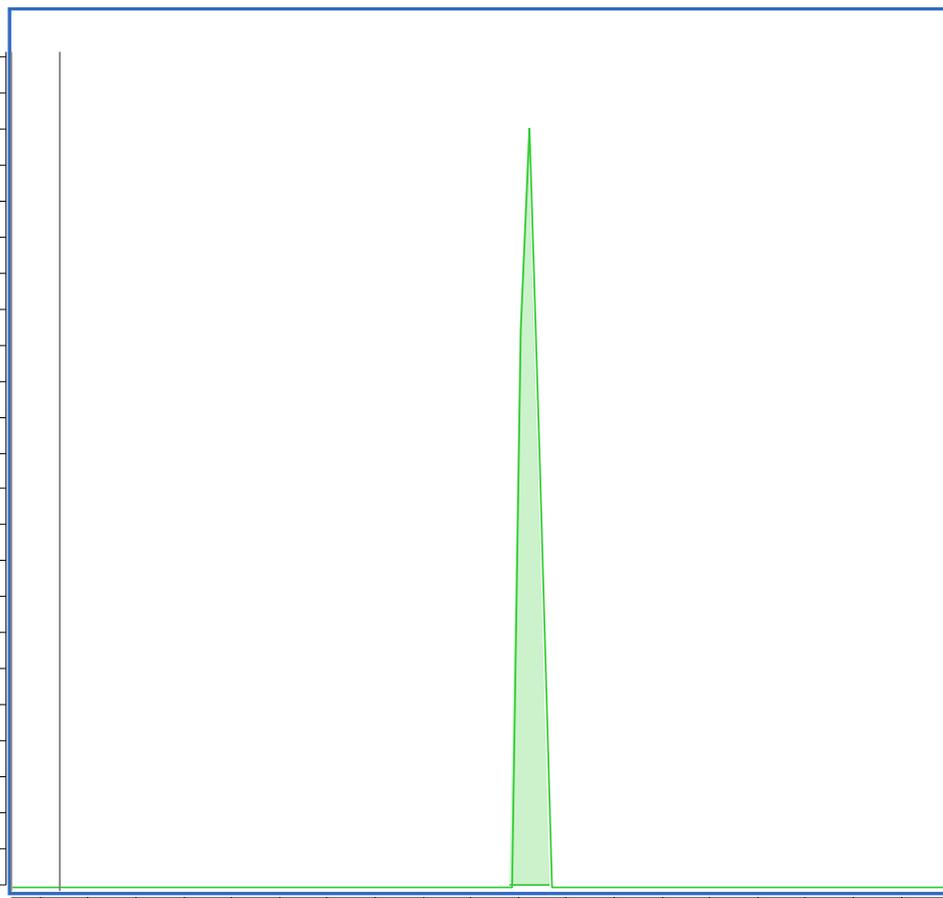


Хроматограмма образца

На хроматограмме отсутствует аналитический сигнал иботеновой кислоты.

Для проверки чувствительности методики, к образцу в количестве 1 мл прилили 30 мкл раствора с концентрацией 3,33 мкг/мл стандарта иботеновой кислоты, в результате концентрация в полученном растворе составила 100 нг/мл. Полученный раствор был исследован методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в аналогичных условиях. В результате получена

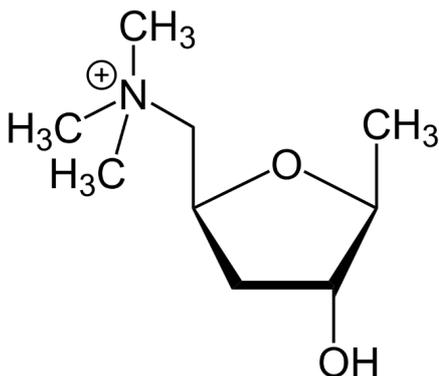
хроматограмма (приведен сигнал по характерному иону для иботеновой к-ты - 159,04):



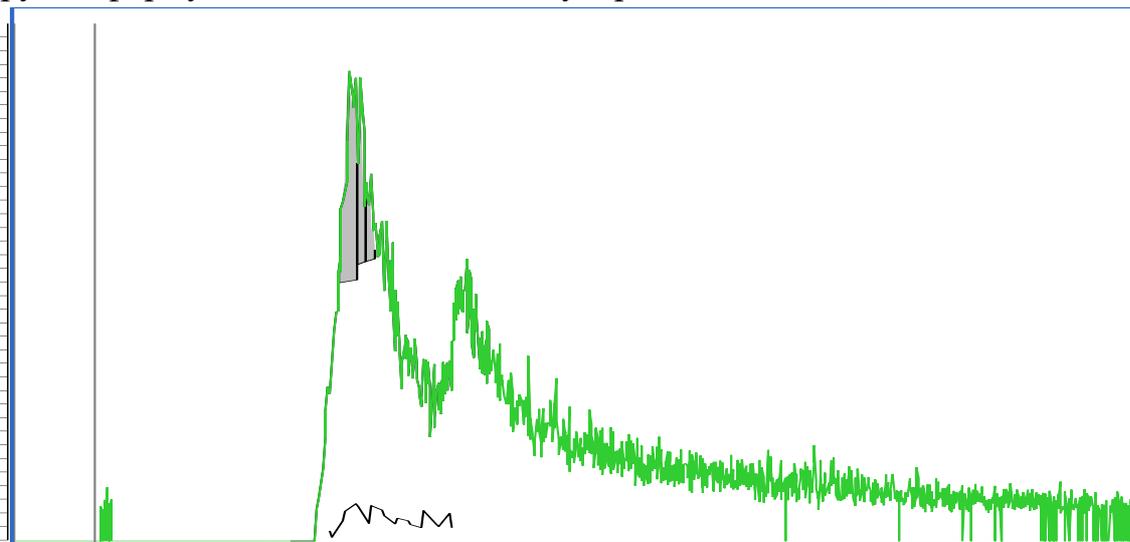
В полученном растворе обнаружен пик иботеновой к-ты, что говорит о том, что в указанной матрице исследуемое вещество может быть обнаружено в концентрации 100 нг/мл и выше. Обнаружение ниже этого предела будет затруднено.

В процессе исследования в образце был обнаружен мускарин (ион 174,1489).

Мускарин — алкалоид, содержащийся в грибах. В мухоморах содержание мускарина не превышает 0,02 %. Мускарин также получают синтетическим путём. Структурная формула:

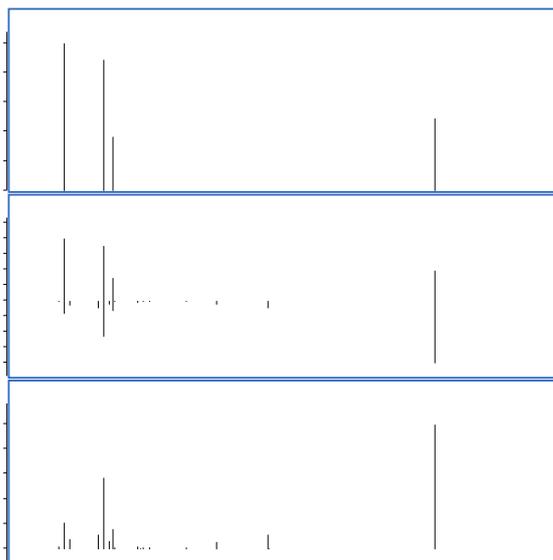


Брутто-формула - $C_9H_{20}NO_2^+$. Молекулярная масса – 174,26 г/моль.



Хроматограмма мускарина

Соответствие по библиотеке:



Таким образом, в исследуемом образце содержится мускарин.

Таким образом, было установлено, что образец либо не содержит иботеновую кислоту, либо её содержание в образце ниже 100 нг/мл.

Причиной отсутствия иботеновой кислоты может быть декарбоксилирование иботеновой кислоты при сушке грибов. В соответствии с [5]: иботеновая кислота постепенно разлагается уже при нагревании до 40 °С, с ростом температуры скорость разложения иботеновой кислоты увеличивается.

ВЫВОД

По результатам проведенного исследования специалист приходит к следующему заключению:

По вопросу.

Определение содержания иботеновой кислоты в образце (мухомор).

Исследованный продукт «Мухомор красный сушеный перемолотый», 100 г., не содержит иботеновую кислоту.

Специалист

С.В. Топилин

Приложения.

Приложение 1. Внешний вид образца.

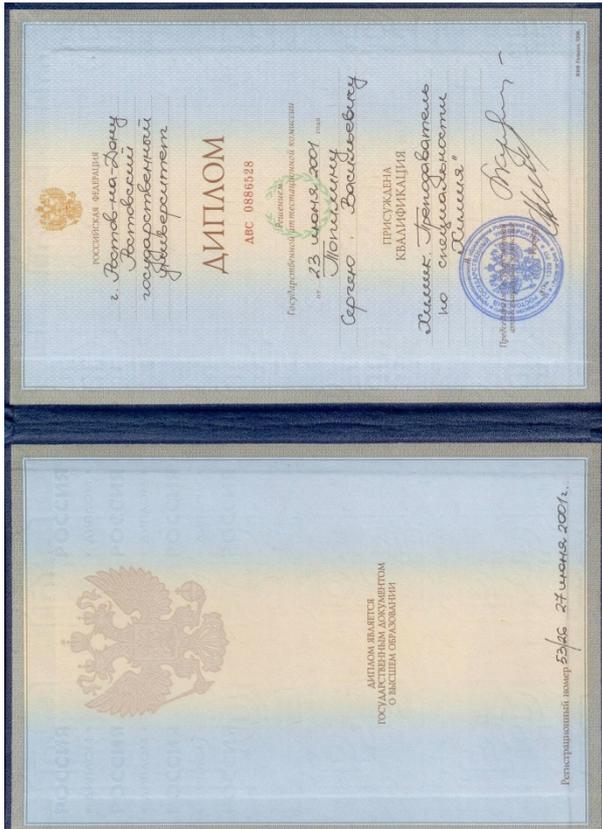
Приложение 2. Копии документов, подтверждающих компетенцию специалиста.

Приложение 3. Сертификаты соответствия экспертного учреждения.

Приложение 1. Внешний вид образца.



Приложение 2. Копии документов, подтверждающих компетенцию специалиста.



Приложение 3. Сертификаты соответствия экспертного учреждения.

