Zakład Chemii Nieorganicznej i Analitycznej

Środowiskowe Laboratorium Ciężkich Jonów w Uniwersytecie Warszawskim

Chromatograficzne oznaczanie selenu w miodzie - opracowanie nowej metodyki ekstrakcji i konserwacji próbek

Michał Janiszewski

Kierownik: **dr hab. Aleksandra Sentkowska**

Miody mogą być potencjalnym źródłem związków selenu, który jest niezbędny do prawidłowego funkcjonowania ludzkiego organizmu. W przypadku tego pierwiastka oznaczenie jego całkowitej zawartości jest niewystarczające. Bardziej istotne jest oznaczenie zawartości poszczególnych jego form specjacyjnych, ponieważ różnią się one min. toksycznością oraz biodostępnością. Dużym problemem związanym z analizą specjacyjną selenu jest utlenianie selenometioniny (SeMet) do tlenku selenometioniny (SeMetO). Aby zapobiec temu zjawisku źródła literaturowe sugerują dodatek tioli lub innych antyutleniaczy.

Głównym celem pracy było opracowanie nowej metody ekstrakcji związków selenu z próbek miodu ze szczególnym uwzględnieniem zapewnienia stabilności SeMet. W ramach pracy optymalizowano skład ekstrahenta oraz stężenie i rodzaj dodawanych reduktorów. Zbadano także wpływ stosowania ultradźwięków zarówno na efektywność ekstrakcji jak i stabilność wyekstrahowanych związków selenu. Dotychczas w literaturze nie zostały opisane wyniki analizy specjacyjnej selenu w próbkach miodu. Nowo opracowana metoda ekstrakcji została wykorzystana do wyznaczenia zawartości związków selenu w miodach z różnych rejonów Polski, co stanowiło drugi cel pracy.

Procedura ekstrakcji była opracowywana w oparciu o analizę miodu domieszkowanego SeMet. W ramach pracy zastosowano konwencjonalną ekstrakcję rozpuszczalnikową oraz ekstrakcję enzymatyczną. Jako ekstrahent stosowano gorącą wodę, roztwór kwasu solnego oraz roztwór octanu amonu. W przypadku ekstrakcji enzymatycznej wykorzystano Proteazę XIV. Stosowanymi reduktorami były β-merkaptoetanol (BME), ditiotreitol (DTT) i kwas askorbinowy (AA). Najlepsze rezultaty, czyli wysoką efektywność ekstrakcji SeMet oraz zadowalającą jej stabilność uzyskano stosując jako ekstrahent octan amonu z dodatkiem 5 $mmol \cdot L^{-1}$ DTT. Pozostałe dodatki reduktorów nie zawsze zapewniały oczekiwaną stabilność SeMet. Zastosowanie ultradźwięków pozwoliło na skrócenie czasu ekstrakcji, ale skutkowało degradacją SeMet. Opracowaną metodykę ekstrakcji wykorzystano w analizie specjacyjnej selenu w polskich miodach. Do oznaczeń jakościowych i ilościowych związków selenu wykorzystano chromatografię oddziaływań hydrofilowych sprzężoną ze spektrometrią mas. We wszystkich próbkach polskiego miodu wykryto SeMet oraz małe ilości SeMetO. W niektórych próbkach wykryto również śladowe ilości metyloselenocysteiny. Miód może być naturalnym sposobem suplementacji diety związkami selenu.

Literatura:

[1] Bogdanov S., Jurendic T., Sieber R., Gallmann P., J Am Coll Nutr. 2008, 27, 677-689
[2] Pyrzyńska K., Sentkowska A., TrAC. 2019, 111, 128-138.
[3] Sentkowska A., Pyrzyńska K., Molecules. 2021, 26, 5073.