



Аналитические возможности жидкостного хроматографа МаэстроВЭЖХ с детектором на диодной матрице на примере определения антиоксиданта Е310 Пропилгаллат в пищевых продуктах

Яшин А. Я. к. х. н., ведущий инженер отдела исследований и разработок, ООО Интерлаб, Россия, Москва

Ключевые слова

Жидкостная хроматография, пропилгаллат, антиоксидант, пища, детектор на диодной матрице

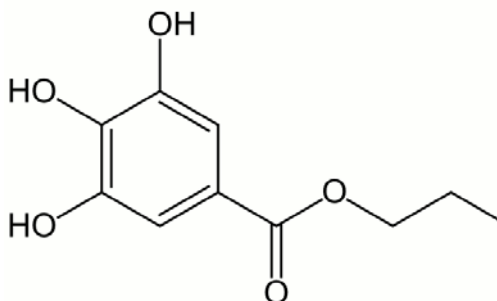
Резюме

Показаны аналитические возможности МаэстроВЭЖХ на примере определения пропилгаллата. Рассчитаны СКО по высотам и площадям определяемого компонента. Определено содержание пропилгаллата в некоторых пищевых продуктах.

Введение

Пищевой антиоксидант Е310 Пропилгаллат нашел широкое применение в пищевой промышленности. Чаще всего применяют его при изготовлении продуктов питания, содержащих в своем составе жировые эмульсии. В Российской Федерации **Пропилгаллат** или **Е-310** разрешён к применению в качестве антиокислителя в жирах и маслах для жаренья (фритюрные, кулинарные и кондитерские жиры), лярде, жире говяжьём, бараньём, птичьём, рыбьём, мясе сушеном, смесях (концентратах) сухих для кексов и тортов, завтраках сухих на зерновой основе, концентратах супов и бульонов сухих, соусах и приправах, орехах, технологически обработанных в количестве до 200 мг/кг жира продукта; в жевательной резинке, биологически активных добавках к пище в количестве до 400 мг/кг жира продукта; в картофеле сухом в количестве до 25 мг/кг жира продукта индивидуально или в комбинации с другими галлатами, БОТ, БОА, ТБГХ (п. п. 3.4.4, 3.4.6 СанПиН 2.3.2.1293-03). В результате проведенных широкомасштабных научных исследований пищевой добавке Е310 Пропилгаллат был присвоен статус «умеренно безопасной» для жизни и здоровья человеческого организма. Это означает, что в большинстве случаев пищевой антиоксидант Е310 Пропилгаллат не наносит существенного или явного вреда здоровью человека. Однако, медики не исключают наличие вреда пищевого антиоксиданта Е310 Пропилгаллат, поэтому устанавливают предельно допустимые нормы содержания химического соединения в составе продуктов питания. Отечественные производители продуктов питания по закону обязаны осуществлять строгий контроль за уровнем содержания антиоксиданта Е310 в составе готовой продукции продовольственного назначения.

Пропилгаллат



Экспериментальная часть

Для анализа использовали чистые вещества фирмы Fluka:

Пропилгаллат (стандарт, не менее 99%);

Ацетонитрил для ВЭЖХ;

Инструменты:

Жидкостный хроматограф «МаэстроВЭЖХ» с детектором на диодной матрице

Колонка Phenomenex Luna C18(2) 5 мкм 150 x4.6 мм

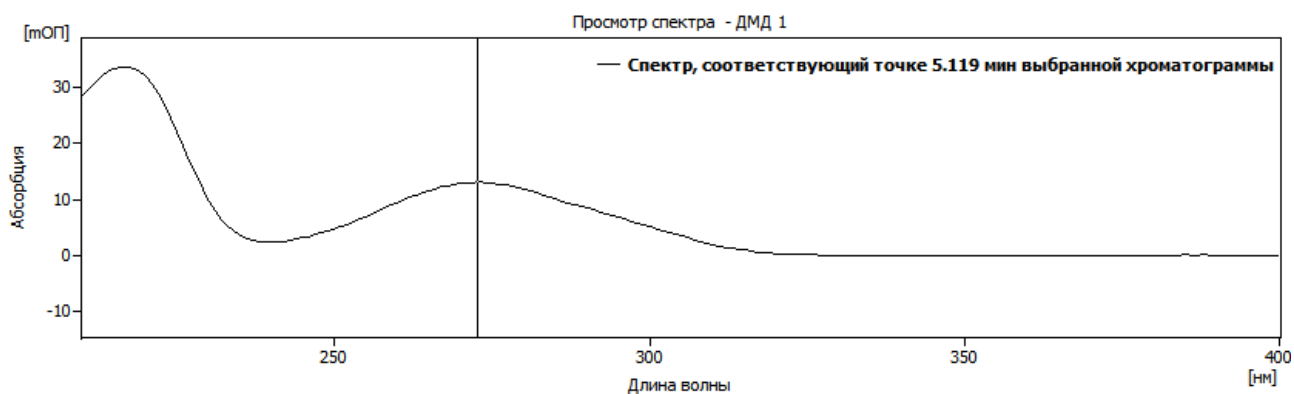
Подвижная фаза: А-ацетонитрил : В - вода (рН 3 H3PO4), 30:70 (А:В)

Скорость потока 1 мл/мин

Длина волны 280 нм

Результаты и обсуждения

С использованием детектора на диодной матрице был снят спектр пропилгаллата для выбора оптимальной длины волны



Для определения пропилгаллата выбрана длина волны 280 нм. При длине волны 217 нм чувствительность к пропилгаллату выше, однако, при этой длине волны будут определяться другие примеси, что может помешать определению основного компонента.

Хроматограмма стандарта пропилгаллата с использованием детектора на диодной матрице

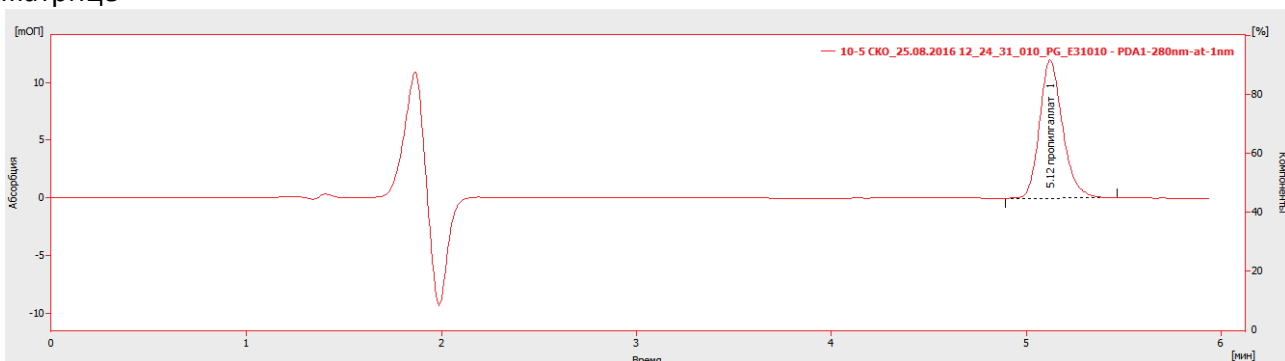
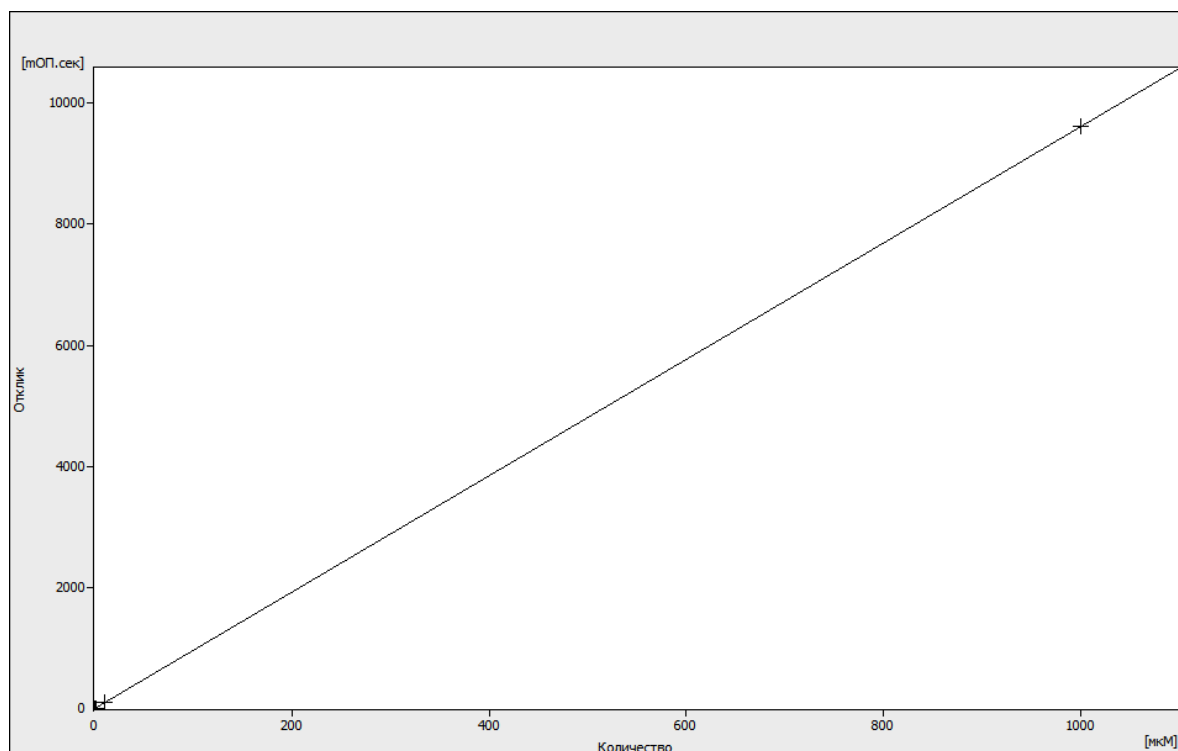


Таблица параметров для проверки стабильности системы (для компонента – пропилгаллат), детектор на диодной матрице

Хроматограмма	Время удерживания [мин]	Площадь [mOP.сек]	Высота [mOP]
Среднее значение	5.131	98.004	11.974
СКО %	0.14	0.33	0.5
1	5.12	97.814	11.929
2	5.127	97.559	11.886
3	5.127	97.927	11.952
4	5.127	97.828	11.956
5	5.133	97.818	11.966
6	5.133	98.207	12.002
7	5.14	98.376	12.018
8	5.14	98.507	12.082

**Для определения пропилгаллата построен градуировочный график.
Детектор на диодной матрице**

Отклик	Количество
1.0176	0.1
9.3698	1.0
98.8693	10.0
9612.6080	1000.0



Уравнение градуировочного графика $Y = 9.61199 * X + 0.63583$

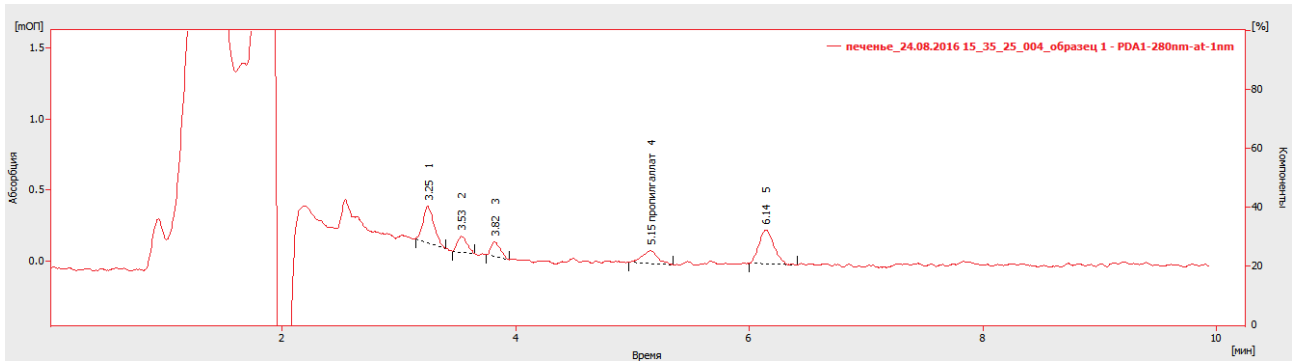
Коэфф. корреляции 1.0

Расчетный предел детектирования (ПД) по пропилгаллату составил $5 * 10^{-10}$ г/мл

Пробоподготовка:

1. Навеска образца печени взвешивалась на аналитических весах и измельчалась до однородной массы. Полученную навеску печени экстрагировали 50 см³ 40% раствором этанола. Экстракция проводилась при комнатной температуре в течении часа на ультразвуковой бане.
2. 5 гр. растительного масла (оливкового и подсолнечного) растворяли в 20 мл гептана и затем экстрагировали 50 мл ацетонитрила. Затем фракция ацетонитрила упаривалась до 4 мл, до объема 10 мл доводили этанолом.
Отбирали 2 см³ экстракта (п.п.1-2) в медицинский шприц и фильтровали через PTFE 0.45 мкм фильтр – насадку. Фильтрат вводился в хроматограф.

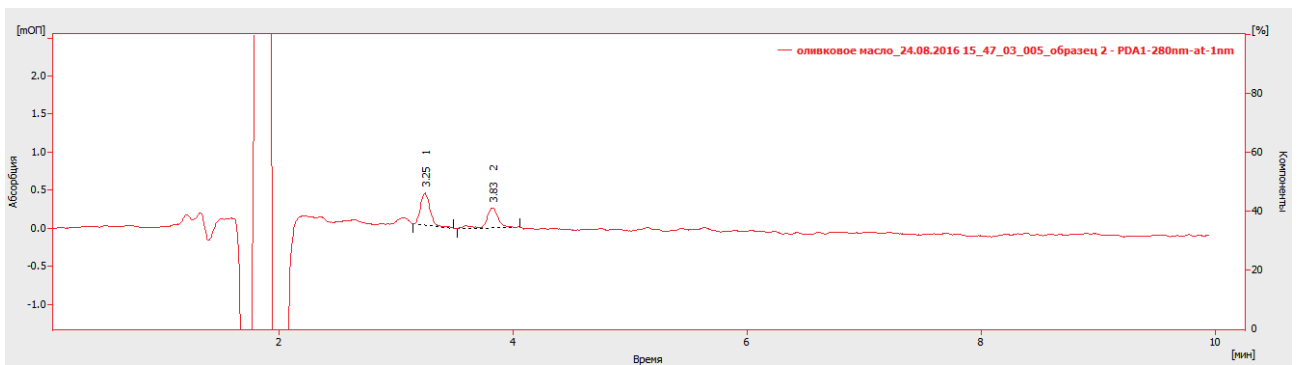
Хроматограмма экстракта печени



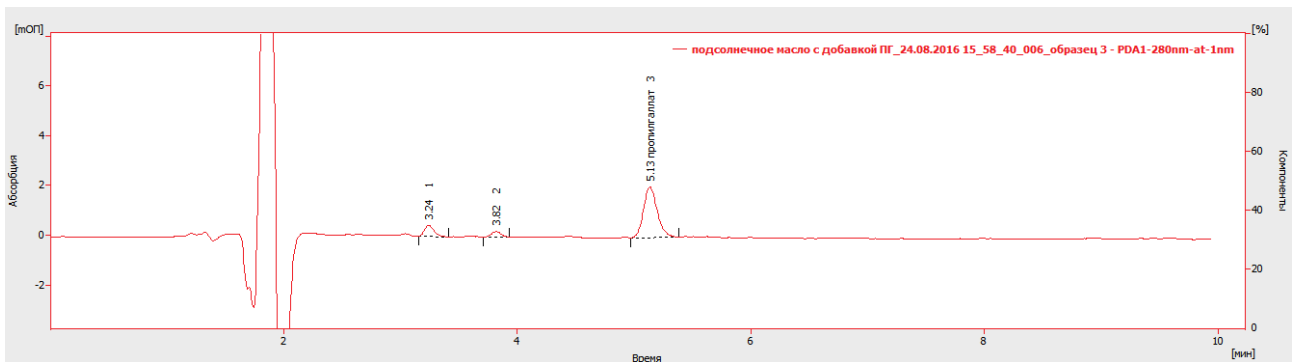
	Время уд. [мин]	Площадь [мОП.сек]	Высота [мОП]	Количество [мкМ]	Название вещества
4	5.153	0.824	0.09	0.02	пропилгаллат

Иногда недобросовестные производители добавляют в растительные масла антиокислительные добавки, в т.ч. пропилгаллат, для защиты продукта от прогоркания и «забывают» указать их на этикетке продукта.

Хроматограмма экстракта оливкового масла. Пропилгаллат не обнаружен



Хроматограмма экстракта подсолнечного масла с добавкой $1 \cdot 10^{-6}$ М пропилгаллата.



Выводы

В большинстве полученных результатов СКО по площадям пиков составляет менее 0,5%.

Жидкостный хроматограф «МаэстроВЭЖХ» с детектором на диодной матрице можно рекомендовать лабораториям Роспотребнадзора и другим контролирующим организациям для определения пропилгаллата в пищевых продуктах.