

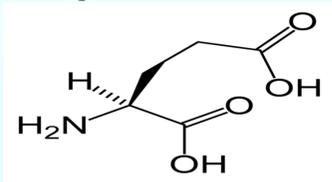


МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СВОБОДНОЙ L-ГЛУТАМИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ПИЩЕВОЙ ПРОДУКЦИИ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Фёдорова Т.А., Полянских Е.И., Лавринович Н.А., Занько Д.А.

Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены», Минск, Беларусь

Глутаминовая кислота (2-аминопентандиовая кислота) органическое соединение, алифатическая двухосновная аминокислота, входящая в состав белков всех известных живых организмов



Глутаминовая кислота и ее соли (E620-E625) является одним из самых распространённых усилителей вкуса и аромата, применяемых в пищевой промышленности.

Содержание глутаминовой кислоты и ее солей в пищевой продукции регулируется требованиями технического регламента Таможенного союза (ТР ТС 029/2012), который устанавливает **предельно допустимое содержание добавок E 620 – E 625** в пищевой продукции на уровне **10 г/кг** (в пересчете на глутаминовую кислоту).

Цель работы: Разработать методику определения свободной L-глутаминовой кислоты в пищевой продукции методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)

МВИ. МН 6364-2021 Массовая доля L-(+) – глутаминовой кислоты в пищевой продукции. Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуоресцентным детектированием

Метод определения основан на проведении экстракции свободной, не связанной в белке L-(+) – глутаминовой кислоты из пищевой продукции (хлебобулочные, плодоовощные, мясные, рыбные, молочные продукты, специи) при помощи соляной кислоты молярной концентрации 0,02 моль/дм³, очистке экстракта, проведении реакции дериватизации L-(+) – глутаминовой кислоты о-фталевым альдегидом и последующем анализе дериватизата методом ВЭЖХ-ФЛД

Условия хроматографирования:

- жидкостной хроматограф **Agilent Technologies 1260 Series** с флуоресцентным детектором
- колонка **Eclipse Plus C18** (4,6 x 100 мм, 3,5мкм)
- длина волны поглощения **340 нм**
- длина волны эмиссии **450 нм**
- температура термостата **40 °С**;
- объем вводимой пробы **20 мкл**;
- скорость подвижной фазы **0,8 мл/мин** в режиме градиентного элюирования
- Подвижная фаза

A – фосфатно-боратный буферный раствор с pH=8.2

B – ацетонитрил:метанол: вода (45:45:10 об %)

Количественное определение глутаминовой кислоты осуществляли методом абсолютной калибровки

- диапазон концентраций градуировочных растворов (**5,0 – 60**) мкг/см³
- диапазон определяемых концентраций составляет **от 0,25 до 100 г/кг**

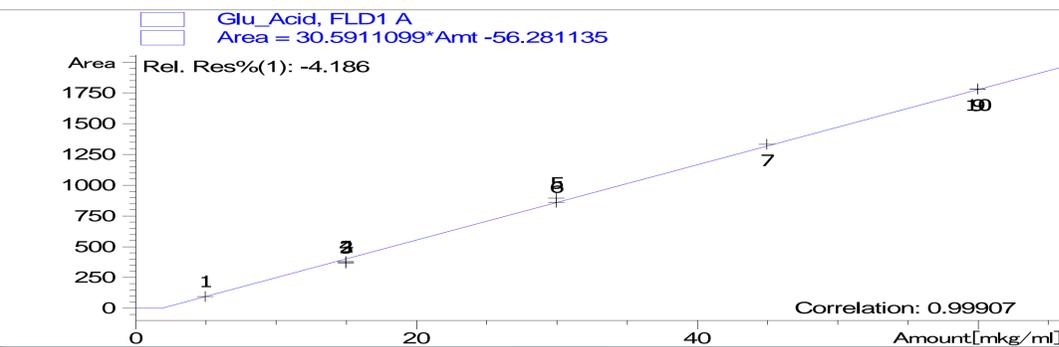


Рисунок 1 – Градуировочный график L-глутаминовой кислоты

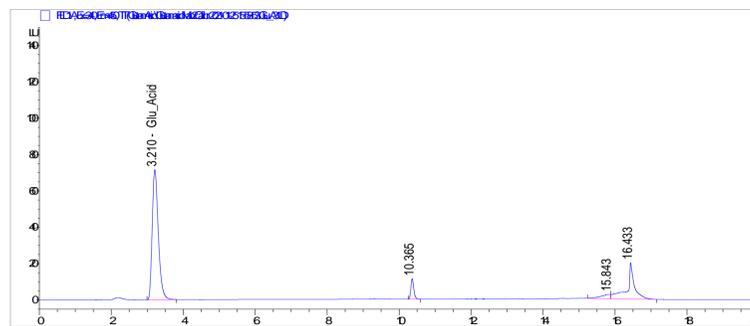


Рисунок 2 – Хроматограмма стандарта глутаминовой кислоты концентрации 45 мкг/см³

Подготовка проб для анализа L-(+) – глутаминовой кислоты в пищевых продуктах

От **0,5 г до 2,0 г** пробы помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 50 см³ раствора* HCl (0,02 М) интенсивно встряхивают и помещают в ультразвуковую баню на 10 мин. Затем содержимое колбы доводят раствором HCl (0,02 М) до метки на колбе и перемешивают. Далее 10 см³ экстракта переносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 см³ и центрифугируют при 10000 об/мин при температуре при 5-10°С в течение 10 минут. Далее проводят дериватизацию L-(+) – глутаминовой кислоты

Условия проведения реакции дериватизация проб для анализа L-(+) – глутаминовой кислоты в пищевых продуктах

В колбу на 10 мл помещают:

- 1 мл** боратного буфера,
- 0,5 мл** экстракта пробы,
- 0,3 мл** ОФА,
- 1 мл** HCl (0,1М),
- 7,2 мл** H₂O

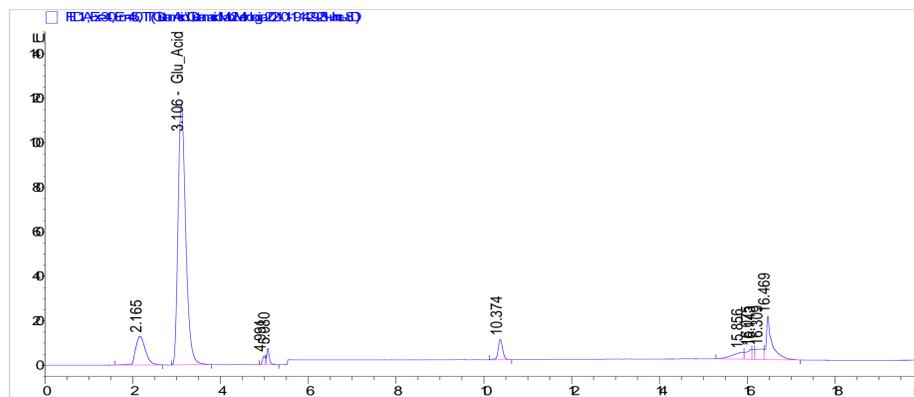


Рисунок 3 – Хроматограмма чипсов картофельных с содержанием L-глутаминовой кислоты 5000 мг/кг

Таблица – Показатели прецизионности методики определения L-(+) – глутаминовой кислоты в пищевых продуктах

Диапазон измерений L-(+)-глутаминовой кислоты, г/кг	Предел повторяемости г. %	Предел промежуточной прецизионности Г _{1(ГО)} , %	Расширенная неопределенность U, %
0,25 до 100	8,7	15,3	26,2

Выводы:

Разработана методика определения свободной L-глутаминовой кислоты в пищевой продукции методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуоресцентным детектированием (ВЭЖХ-ФЛД);

- Нижний предел измерения – 250 мг/кг;
- Расширенная неопределенность – 26,2 %;
- Методика прошла метрологическую аттестацию в БелГИМ и утверждена в установленном порядке