



Секция 13 «Медико-биологические науки №3
(химия, биология, фармакология)»

Определение содержания пара-гидроксibenзойной кислоты и её эфиров в пищевой продукции методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

Полянских Е.И., Андриевская Е.В., Федорова Т.А., Петрова С.Ю.

Республиканское унитарное предприятие «Научно-практический центр гигиены»

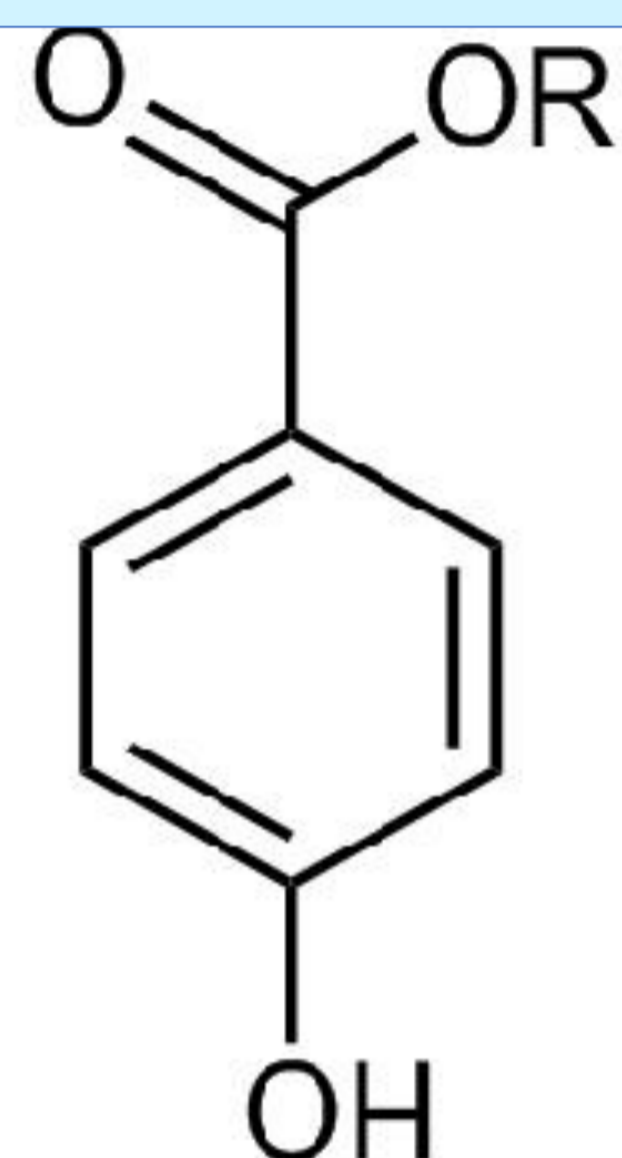
г. Минск, Республика Беларусь

АКТУАЛЬНОСТЬ

В Республике Беларусь (РБ) и в государствах-членах Евразийского экономического союза (ЕАЭС) в соответствии с санитарно-гигиеническими требованиями, метилпарабен и этилпарабен разрешены к использованию при производстве пищевых продуктов. Их содержание нормируется и не должно превышать **300 мг/кг** пищевого продукта по отдельности или в комбинации в пересчете на **бензойную кислоту**. Разрешается добавлять вышеуказанные парабены в сухие завтраки (закуски) на основе злаковых и картофеля, покрытые орехами, сахаристые кондитерские изделия, конфеты, шоколад с начинкой. Также разрешено добавлять парабены в желе, покрывающее мясные продукты (вареные, соленые, вяленые), паштеты. В данном случае их содержание не должно превышать **1 г/кг**.

Вместе с тем, в настоящее время в республике отсутствуют методы определения содержания парабенов в продуктах питания и косметической продукции, что не позволяет контролировать содержание парабенов в данной продукции.

ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ

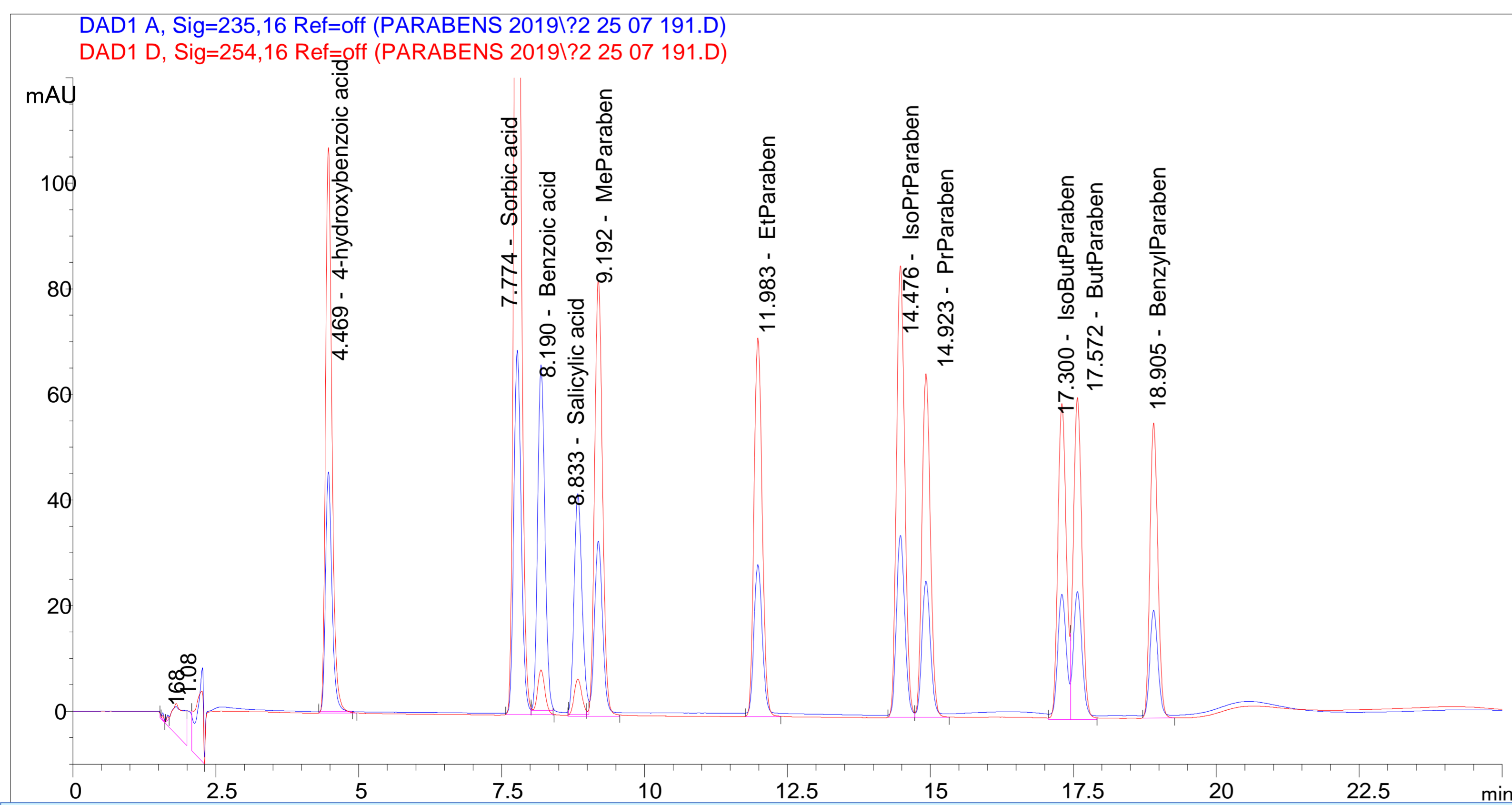


| | |
|---|------------------|
| R = CH ₃ | Метилпарабен |
| R = CH ₂ CH ₃ | Этилпарабен |
| R = CH(CH ₃) ₂ | Изопропилпарабен |
| R = (CH ₂) ₂ CH ₃ | Пропилпарабен |
| R = CH ₂ CH(CH ₃) ₂ | Изобутилпарабен |
| R = (CH ₂) ₃ CH ₃ | Бутилпарабен |
| R = CH ₂ C ₆ H ₅ | Бензилпарабен |

- Разработать условия хроматографирования п-гидроксibenзойной кислоты и ее эфиров (парабенов) обеспечивающие их оптимальное разделение
- Разработать условия подготовки пробы обеспечивающие оптимальное выделение данных консервантов из пищевой и косметической продукции и их отделение от компонентов матрицы
- Разработать методику выполнения измерений (МВИ) массовой концентрации 4-гидроксibenзойной кислоты и ее эфиров (парабенов) в пищевой продукции

Условия хроматографирования

- жидкостной хроматограф Agilent с диодно-матричным детектором
- колонка: Zorbax Eclipse XDB Phenil C18 (250 x 3,0 мм, 5 мкм)
- температура термостата: 30 °C
- объем вводимой пробы: 20 мкл
- длина волны поглощения: 235, 254 нм
- скорость потока элюента: 0,7 мл/мин
- подвижная фаза: А - 0,05 М фосфатный буферный раствор с рН 2,5; В - ацетонитрил.



Хроматограмма стандартного раствора смеси 11 консервантов с массовой концентрацией каждого 5,0 мкг/см³ (экстрагент: метанол)

Схема проведения подготовки пробы



Метрологические характеристики МВИ

Таблица 4 – Относительные значения показателей повторяемости, промежуточной прецизионности, пределов повторяемости и промежуточной прецизионности, расширенной неопределенности при уровне доверия Р=0,95 МВИ.МН 6323-2020 пищевая продукция

| Консервант | Диапазон измерений массовых долей консервантов, мг/кг | Показатель повторяемости s _r , % | Показатель промежуточной прецизионности s _{птр} , % | Предел повторяемости r, % | Предел промежуточной прецизионности R _{птр} , % | Расширенная неопределенность (k=2) U, % |
|------------------------------|---|---|--|---------------------------|--|---|
| 4-гидроксibenзойная кислота | 10,0-1000,0 | 3,6 | 4,5 | 9,9 | 12,6 | 26,2 |
| сорбиновая кислота | 10,0-3000,0 | 2,7 | 3,8 | 7,6 | 10,5 | 26,4 |
| бензойная кислота | 10,0-3000,0 | 3,2 | 3,5 | 9,1 | 9,7 | 27,0 |
| салициловая кислота | 10,0-1000,0 | 3,4 | 4,8 | 9,6 | 13,3 | 26,0 |
| метил-4-гидроксibenзоат | 10,0-1000,0 | 3,7 | 3,8 | 10,4 | 10,6 | 27,2 |
| этил-4-гидроксibenзоат | 10,0-1000,0 | 3,1 | 3,2 | 8,6 | 8,9 | 25,7 |
| изо-пропил-4-гидроксibenзоат | 10,0-1000,0 | 3,4 | 3,6 | 9,4 | 10,1 | 24,4 |
| п-пропил-4-гидроксibenзоат | 10,0-1000,0 | 4,8 | 4,8 | 13,3 | 13,3 | 30,6 |
| изо-бутил-4-гидроксibenзоат | 10,0-1000,0 | 4,3 | 4,4 | 12,1 | 12,4 | 24,6 |
| п-бутил-4-гидроксibenзоат | 10,0-1000,0 | 4,7 | 4,7 | 13,1 | 13,1 | 24,9 |
| бензил-4-гидроксibenзоат | 10,0-1000,0 | 3,4 | 5,2 | 19,5 | 14,5 | 26,4 |

Выводы:

- Разработаны условия хроматографирования позволившие достигнуть оптимального разделения п-гидроксibenзойной кислоты, ее эфиров (парабенов) а также сорбиновой, бензойной и салициловой кислот.
- Разработаны условия подготовки пробы обеспечивающие оптимальное выделение данных консервантов из пищевой продукции и их отделение от компонентов матрицы.
- Разработана методика одновременного определения 11 консервантов в пищевой продукции.