

УДК

Осипова А.-магістр 2 курсу, гр. ХАМАЛ

Київській національній університет імені Тараса Шевченка

ОПТИМІЗАЦІЯ УМОВ ТВЕРДОФАЗНОЇ ЕКСТРАКЦІЇ ТА ХРОМАТОГРАФІЧНОГО АНАЛІЗУ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ СИНТЕТИЧНОГО ХАРЧОВОГО БАРВНИКА E151

Науковий керівник: професор Зайцев В.М., к.х.н Писарева І.В.

Кількість продуктів харчування, що містять харчові добавки, постійно зростає. На даний час в світі у виробництві харчової продукції використовують біля 20 синтетичних барвників та більш ніж 30 видів природних барвників та пігментів. В Україні дозволено застосування лише 10 синтетичних харчових барвників. Барвник діамантовий чорний E151, як і деякі інші барвники, найбільш шкідливі для здоров'я людини, заборонений для використання. Тому розробка методики визначення E151 за допомогою методу високоефективної рідинної хроматографії (ВЕРХ) є актуальним питанням..

При пробопідготовці для очищення та концентрування проб напоїв застосовували метод твердофазної екстракції (ТФЕ). В якості сорбентів для ТФЕ використовували модифіковані кремнеземи: з октадецильними групами (C₁₈); з октильними (C₈) та з епокси групами (Ероху). Сорбцію досліджували в діапазоні рН=3,0 – 7,0 при різних рівнях концентрації іон-парного реагенту (тетрабуламонію дигідрофосфату - ТБАДГФ). Елюентом слугував розчин ацетонітрил/вода у співвідношенні 70/30. Встановлено, що найкраще сорбція на C₁₈ та C₈ відбувається при рН=4,5-6,0 та в присутності ТБАДГФ. За даних умов на сорбцію на Ероху впливає лише варіювання концентрацій ТБАДГФ. Ступені вилучення для C₁₈ та Ероху при концентраціях E151 від 2 до 12 мг/л наведені в Таблиці 1. Хроматографічний аналіз проводили на колонці Discovery C₁₈ (Supelko) в різних умовах градієнтного елюювання. В якості рухомої фази А використовували 0,01 М ацетатний буфер рН=7,1 або 0,05 М фосфатний буфер рН=5,0 з додаванням ТБАДГФ, рухома фаза В – ацетонітрил. Для ідентифікації барвника використовували час виходу та УФ спектр стандарту E151. Детектування проводили за довжиною хвилі 570 нм. Методика була апробована методом введено-знайдено на лікері та вині. Межа виявлення 0,01 мг/л, межа визначення 0,02 мг/л. На рис.1 наведена хроматограма барвників в лікері, до якого було додано 0,332 мг E151, знайдено 0,325 мг.

Патрон	C ₁₈		Ероху	
С _{E151} ,МГ/Л	12	2,4	12	2,4
Умови				
0,05М КН ₂ РО ₄ (рН=5,3)	93,3	93,4	-	-
0,05М NH ₄ ОAc (рН=4,8)	98,9	98,9	-	-
0,05М ТБАДГФ	99,4	99,7	98,6	99,1

Таблиця 1. Ступені вилучення для сорбентів C₁₈ та Ероху при концентраціях барвника 12 мг/л та 2,4 мг/л, за різних умов сорбції. (NH₄ОAc – CH₃COONH₄, ТБАДГФ - тетрабуламоній дигідрофосфат)

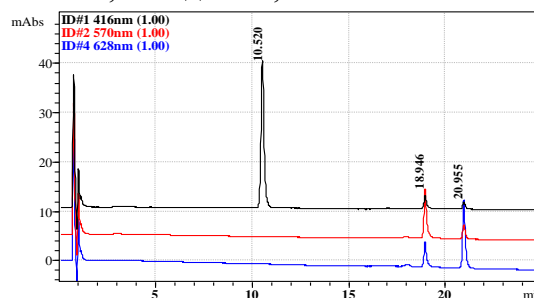


Рис.1. Хроматограма лікеру з добавкою E151. Час виходу барвників: E102 - 10,52; E151 – 18,95; E133 – 20,96 хв. Умови: колонка: C₁₈ 100*2,1мм, 5мкм; 40°C. Елюент А: 0,05 М фосфатний буфер, 0,0075 М ТБАДГФ. Елюент Б: Ацетонітрил. Потік: 0,4мл/хв. Детектор: діодноматричний