

(кафедра физико-химических методов и обеспечения качества, БГТУ)
**ВЕРИФИКАЦИЯ МЕТОДИК ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОРБИНОВОЙ И БЕНЗОЙНОЙ
КИСЛОТ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ
ХРОМАТОГРАФИИ**

Пищевые консерванты стали важным элементом технологического процесса производства целого ряда пищевых продуктов (молочная продукция, мясные изделия, рыбная продукция и др.). Консерванты – специальные пищевые добавки, которые позволяют снизить жизнедеятельность патогенных микроорганизмов, тем самым позволяя сохранить срок годности продукции.

Одними из распространённых консервантов, которые активно используются при производстве пищевых продуктов, являются сорбиновая и бензойная кислоты. Данные вещества относятся к группе консервантов E200-E209 и E210-E219.

Законодательством установлены предельно допустимые уровни консервантов, чтобы ограничить их количество в продуктах питания. Суточное потребление бензойной и сорбиновой кислот рекомендуется на уровне 5 мг/кг и 25 мг/кг соответственно. Превышение допустимых уровней может вызвать некоторые побочные реакции, включая метаболический ацидоз, судороги, астму и аллергические реакции.

Существует множество аналитических методов для обнаружения бензойной и сорбиновой кислот в продуктах питания, таких как биосенсорный, капиллярный электрофорез, газовая хроматография, жидкостная хроматография. В настоящее время наиболее распространённым методом, используемым в пищевой промышленности, является высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Определение бензойной и сорбиновой кислот в молочной продукции методом ВЭЖХ регламентирует ГОСТ 31504-2012, в плодоовощной продукции – ГОСТ 33332-2015. Методы стандартизованы и валидированы разработчиком. При внедрении стандартизованных методов испытательные лаборатории должны их верифицировать и показать возможность их использования и получения результатов с требуемыми показателями точности в конкретных условиях лаборатории.

Цель работы – верификация методик определения бензойной и сорбиновой кислот методом ВЭЖХ в молочной продукции (ГОСТ 31504) и продуктах переработки плодов и овощей (ГОСТ 33332). Работа проводилась в испытательной лаборатории БелГИМ.

Для проведения верификации был разработан план и установлены характеристики методики, подлежащие верификации: предел обнаружения и количественного определения, показатели точности (правильность, повторяемость и промежуточная прецизионность) и линейность.

В диапазоне измеряемых концентраций сорбиновой и бензойной кислот была получена линейная зависимость между концентрацией и площадью хроматографических пиков, и был рассчитан коэффициент корреляции для каждой зависимости, который составлял не менее 0,99. Пределы обнаружения и количественного определения были определены путем учета, соответственно, 3,3 и 10-кратного остаточного стандартного отклонения линии регрессии к наклону калибровочной кривой.

Для проверки смещения использовали метод добавок, анализируя образцы до и после добавления известных количеств бензойной и сорбиновой кислот. По степени извлечения и критерию Стьюдента оценивали значимость смещения. С целью верификации повторяемости и промежуточной прецизионности были получены результаты измерений несколькими операторами по два параллельных измерения. Обработку результатов осуществляли в соответствии с СТБ ISO 5725-2022.

Таким образом, полученные результаты подтвердили способность лаборатории получать достоверные результаты в соответствии с требованиями методик.