



Министерство здравоохранения
Республики Беларусь



НИИ гигиены, токсикологии, эпидемиологии,
вирусологии и микробиологии

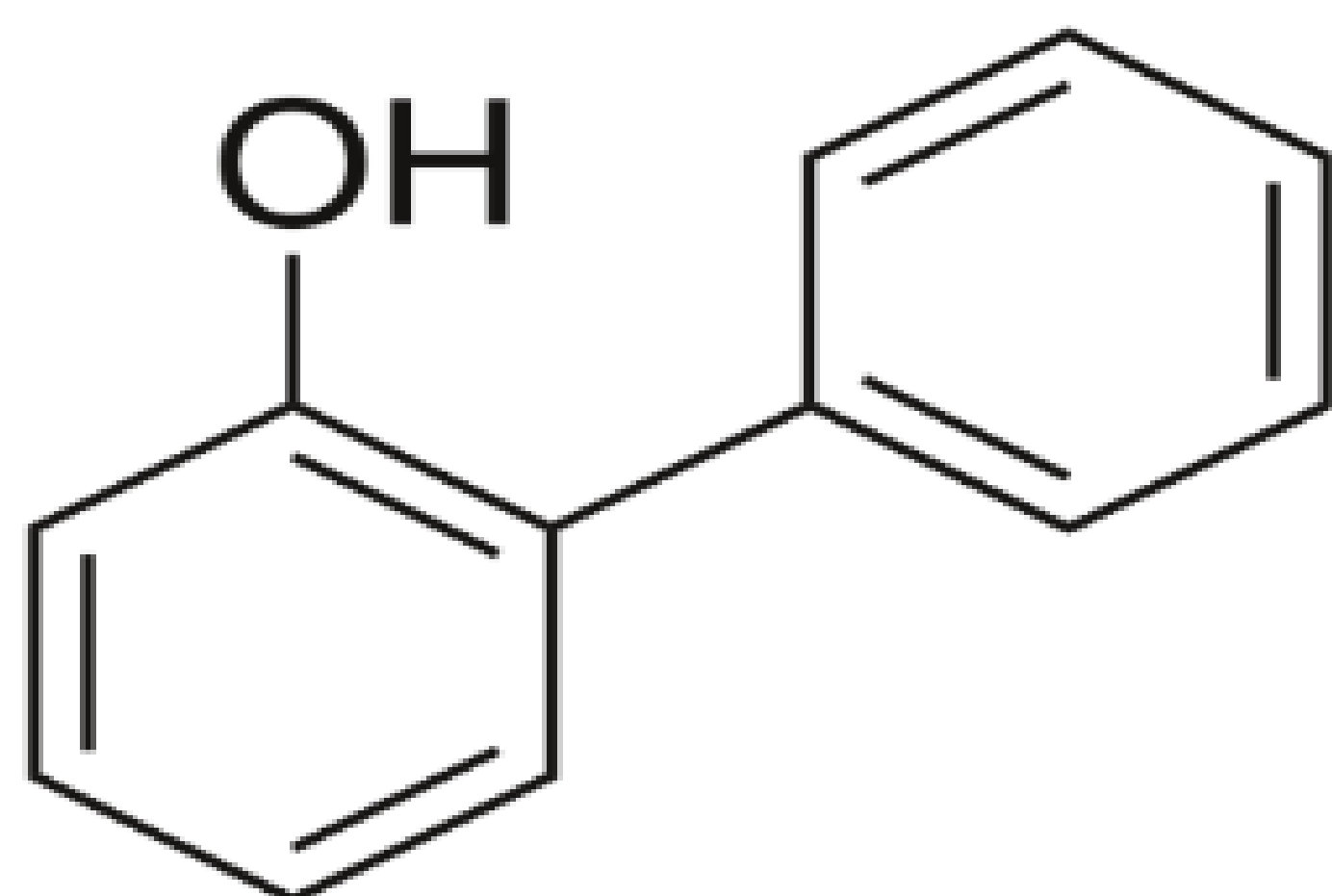
АМИ. МН 0190-2024 «СИСТЕМА ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ РЕСПУБЛИКЕ БЕЛАРУСЬ. МАССОВЫЕ ДОЛИ ОРТО-ФЕНИЛФЕНОЛА И ДИФЕНИЛА В ФРУКТАХ. МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МЕТОДОМ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ФЛУОРЕСЦЕНТНЫМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ»

**АВТОРЫ: Бельшева Л.Л., Полянских Е.И., Фёдорова Т.А., Андриевская Е.В.,
Филатченкова Е.В.**

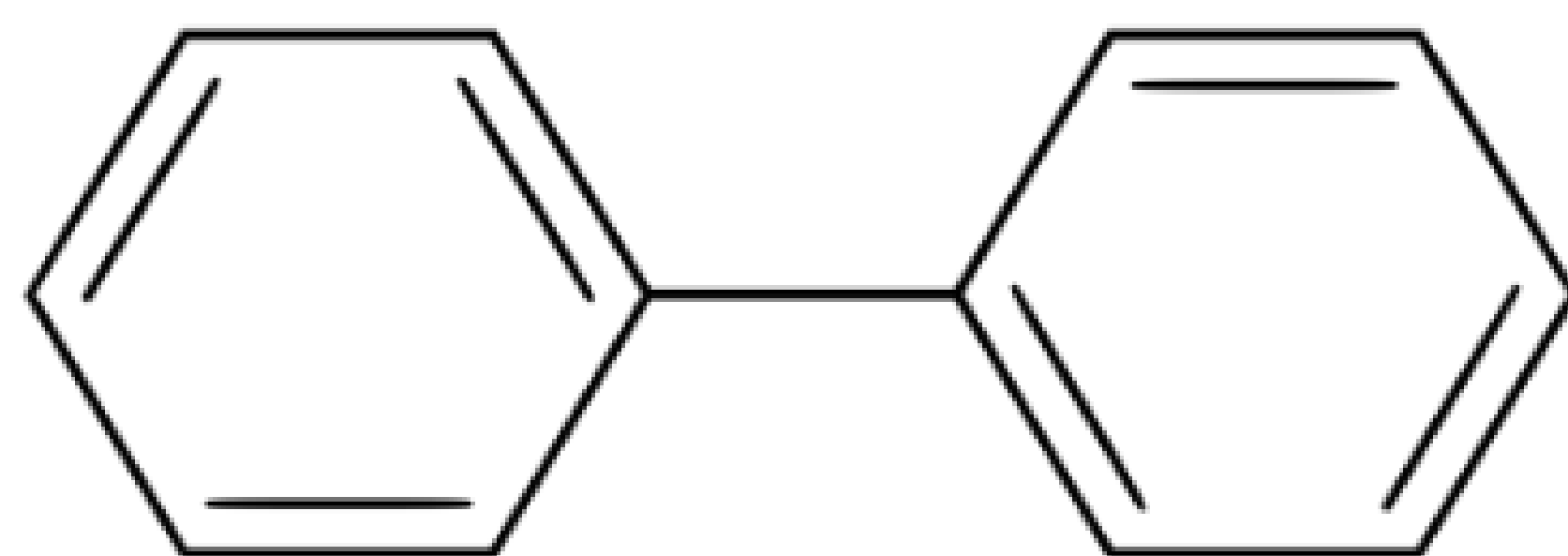


Сфера применения: контроль безопасности пищевой продукции

Назначение: количественное определение консервантов **орто-фенилфенола (Е 231)** и **дифенила (Е 230)** в фруктах



Орто-фенилфенол



Дифенил



Орто-фенилфенол (ОФФ) используется в качестве фунгицида для борьбы с болезнями сельскохозяйственных культур;

в качестве консерванта для защиты от плесени плодов citrusовых, особенно тех, которые созревают в упаковке, и для обработки самой упаковки при транспортировке фруктов и их хранении.

ОФФ способен проникать в кожуру, также следы данного соединения находят в мякоти фруктов

Дифенил (ДФ) запрещен к применению как средство для обработки citrusовых после сбора урожая в США и ЕС;

продолжает широко использоваться в промышленных масштабах;
5 % мирового потребления ДФ приходится на обработку citrusовых

ОФФ и ДФ проявляют канцерогенные свойства, могут вызвать химический ожог кожи. Раздражают слизистую оболочку носа, глаз, дыхательных путей. В больших дозах способны вызвать рвоту, судороги, заболевания печени и почек, аллергию.

Содержание ОФФ и ДФ нормируется в ТР ТС 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»

содержание консервантов в citrusовых не должно превышать **12 мг/кг (ОФФ)** и **70 мг/кг (ДФ)**

Условия хроматографирования

- жидкостной хроматограф **Agilent Technologies 1260 Series** с флуоресцентным детектором
- колонка: **Eclipse Plus C18** (150 мм x 4,6 мм, зернением 3,5 мкм)
- температура термостата: **35 °C**
- объем вводимой пробы: **20 мкл**
- длина волны экстинкции: **285 нм**
- длина волны эмиссии: **340 нм**
- скорость потока элюента: **1,0 мл/мин**
- подвижная фаза: А – 40% дистиллированная вода; В - 60% ацетонитрил

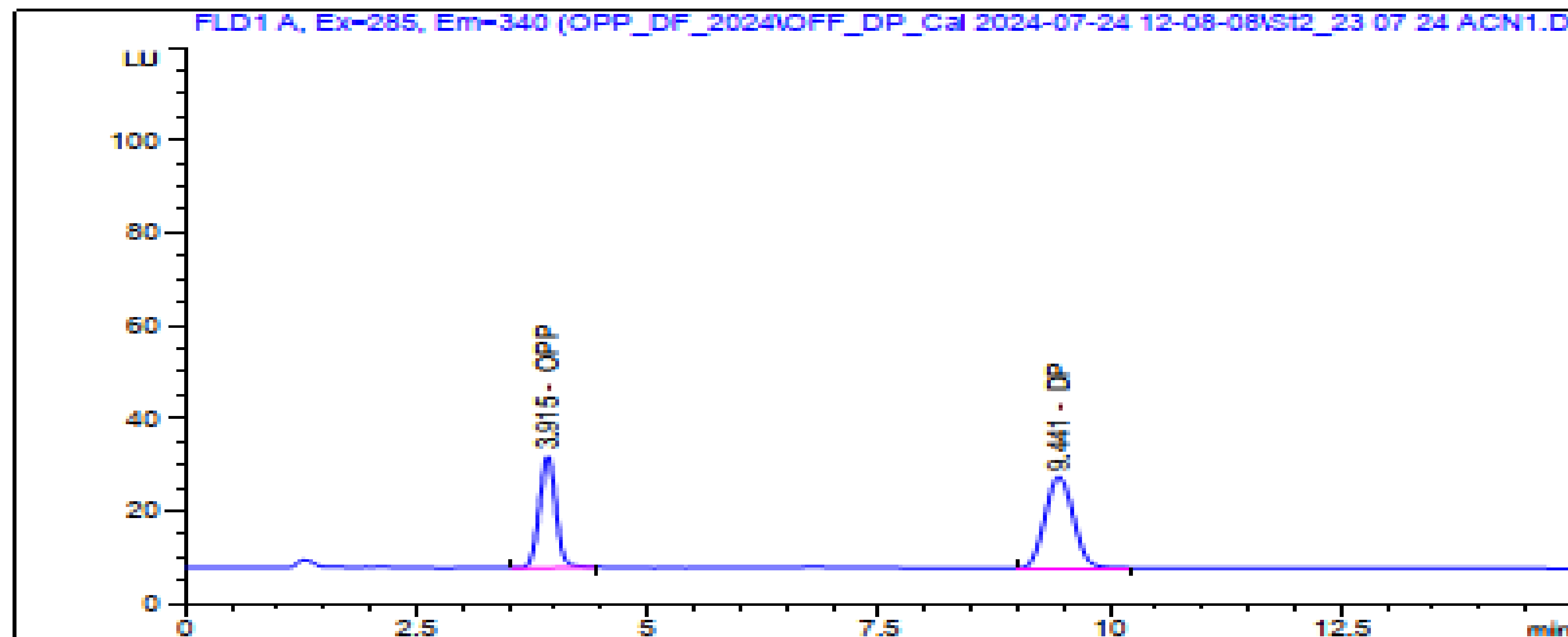


Рисунок 1 – Хроматограмма стандартного раствора ОФФ с массовой концентрацией 0,02 мкг/см³ и ДФ с массовой концентрацией 0,20 мкг/см³

Условия пробоподготовки

1) 1 г гомогенизированных фруктов



+ ацетонитрил



Экстракция аналитов
в ультразвуковой бане



Перенос экстракта в
центрифужную
пробирку



Центрифугирование при
10 000 об/мин, 10 мин



Очистка на картридже Chromabond
NH₂ соединенном с помощью
адаптера с картриджем SCX Polymer



ВЭЖХ-ФЛД анализ

Мерная колба
емкостью 50 мл

Предложенные условия позволяют:

- **достичь максимального отклика и удовлетворительного хроматографического разделения орто-фенилфенола и дифенила** за счет использования хроматографической колонки заполненной обращеннофазным сорбентом C18, а также подвижной фазы состоящей из ацетонитрила и дистиллированной воды;
- **достичь максимального извлечения** аналитов из пищевой продукции и максимальной очистки экстракта от интерферирующих примесей за счет проведения экстракции аналитов ацетонитрилом и очистки на анионообменном картридже последовательно соединенном с катионообменным картриджем

Диапазон определяемых концентраций составляет:
от 0,50 до 50,00 мг/кг для **орто-фенилфенола**,
от 5,00 до 200,00 мг/кг для **дифенила**