

ISSN 2224-5286

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ
ҰЛТТЫҚ ҒЫЛЫМ АКАДЕМИЯСЫНЫҢ

Х А Б А Р Л А Р Ы

ИЗВЕСТИЯ

НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

NEWS

OF THE ACADEMY OF SCIENCES
OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

**ХИМИЯ ЖӘНЕ ТЕХНОЛОГИЯ
СЕРИЯСЫ**



**СЕРИЯ
ХИМИИ И ТЕХНОЛОГИИ**



**SERIES
CHEMISTRY AND TECHNOLOGY**

3 (417)

**МАМЫР – МАУСЫМ 2016 ж.
МАЙ – ИЮНЬ 2016 г.
MAY – JUNE 2016**

**1947 ЖЫЛДЫҢ ҚАҢТАР АЙЫНАН ШЫҒА БАСТАҒАН
ИЗДАЕТСЯ С ЯНВАРЯ 1947 ГОДА
PUBLISHED SINCE JANUARY 1947**

**ЖЫЛЫНА 6 РЕТ ШЫҒАДЫ
ВЫХОДИТ 6 РАЗ В ГОД
PUBLISHED 6 TIMES A YEAR**

**АЛМАТЫ, ҚР ҰҒА
АЛМАТЫ, НАН РК
ALMATY, NAS RK**

Б а с р е д а к т о р

ҚР ҰҒА академигі

М. Ж. Жұрынов

Р е д а к ц и я а л қ а с ы:

хим. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Әдекенов С.М.**; хим. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Ғазалиев А.М.**; хим. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Ерғожин Е.Е.** (бас редактордың орынбасары); хим. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА академигі **Пірәлиев К.Д.**; хим. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Баешов А.Б.**; хим. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Бүркітбаев М.М.**; хим. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Жүсіпбеков У.Ж.**; хим. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Итжанова Х.И.**; хим. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Молдахметов М.З.**, техн. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Мырхалықов Ж.У.**; мед. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Рахымов К.Д.**; хим. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Сатаев М.И.**; хим. ғ. докторы, проф., ҚР ҰҒА корр. мүшесі **Тәшімов Л.Т.**; хим. ғ. докторы, проф. **Мансұров З.А.**; техн. ғ. докторы, проф. **Наурызбаев М.К.**

Р е д а к ц и я к е ң е с і:

Беларусь Республикасының ҰҒА академигі **Агабеков В.Е.** (Беларусь); Украинаның ҰҒА академигі **Волков С.В.** (Украина); Қырғыз Республикасының ҰҒА академигі **Жоробекова Ш.Ж.** (Қырғызстан); Армения Республикасының ҰҒА академигі **Манташян А.А.** (Армения); Молдова Республикасының ҰҒА академигі **Туртэ К.** (Молдова); Әзірбайжан ҰҒА академигі **Фарзалиев В.** (Әзірбайжан); Тәжікстан Республикасының ҰҒА академигі **Халиков Д.Х.** (Тәжікстан); хим. ғ. докторы, проф. **Нараев В.Н.** (Ресей Федерациясы); философия ғ. докторы, профессор **Полина Прокопович** (Ұлыбритания); хим. ғ. докторы, профессор **Марек Сикорски** (Польша)

Главный редактор

академик НАН РК

М. Ж. Журинов

Редакционная коллегия:

доктор хим. наук, проф., академик НАН РК **С.М. Адекенов**; доктор хим. наук, проф., академик НАН РК **А.М. Газалиев**; доктор хим. наук, проф., академик НАН РК **Е.Е. Ергожин** (заместитель главного редактора); доктор хим. наук, проф., академик НАН РК **К.Д. Пралиев**; доктор хим. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **А.Б. Бешов**; доктор хим. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **М.М. Буркитбаев**; доктор хим. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **У.Ж. Джусипбеков**; доктор хим. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **Х.И. Итжанова**; доктор хим. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **М.З. Мулдахметов**; доктор техн. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **Ж.У. Мырхалыков**; доктор мед. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **К.Д. Рахимов**; доктор хим. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **М.И. Сатаев**; доктор хим. наук, проф., чл.-корр. НАН РК **Л.Т. Ташимов**; доктор хим. наук, проф. **З.А. Мансуров**; доктор техн. наук, проф. **М.К. Наурызбаев**

Редакционный совет:

академик НАН Республики Беларусь **В.Е. Агабеков** (Беларусь); академик НАН Украины **С.В. Волков** (Украина); академик НАН Кыргызской Республики **Ш.Ж. Жоробекова** (Кыргызстан); академик НАН Республики Армения **А.А. Манташян** (Армения); академик НАН Республики Молдова **К. Туртэ** (Молдова); академик НАН Азербайджанской Республики **В. Фарзалиев** (Азербайджан); академик НАН Республики Таджикистан **Д.Х. Халиков** (Таджикистан); доктор хим. наук, проф. **В.Н. Нараев** (Россия); доктор философии, профессор **Полина Прокопович** (Великобритания); доктор хим. наук, профессор **Марек Сикорски** (Польша)

«Известия НАН РК. Серия химии и технологии». ISSN 2224-5286

Собственник: Республиканское общественное объединение «Национальная академия наук Республики Казахстан» (г. Алматы)

Свидетельство о постановке на учет периодического печатного издания в Комитете информации и архивов Министерства культуры и информации Республики Казахстан №10893-Ж, выданное 30.04.2010 г.

Периодичность: 6 раз в год

Тираж: 300 экземпляров

Адрес редакции: 050010, г. Алматы, ул. Шевченко, 28, ком. 219, 220, тел. 272-13-19, 272-13-18,
<http://nauka-nanrk.kz/chemistry-technology.kz>

© Национальная академия наук Республики Казахстан, 2016

Адрес редакции: 050100, г. Алматы, ул. Кунаева, 142,
Институт органического катализа и электрохимии им. Д. В. Сокольского,
каб. 310, тел. 291-62-80, факс 291-57-22, e-mail:orgcat@nursat.kz

Адрес типографии: ИП «Аруна», г. Алматы, ул. Муратбаева, 75

Editor in chief

M. Zh. Zhurinov,
academician of NAS RK

Editorial board:

S.M. Adekenov, dr. chem. sc., prof., academician of NAS RK; **A.M. Gazaliev**, dr. chem. sc., prof., academician of NAS RK; **Ye.Ye. Yergozhin**, dr. chem. sc., prof., academician of NAS RK (deputy editor); **K.D. Praliyev**, dr. chem. sc., prof., academician of NAS RK; **A.B. Bayeshov**, dr. chem. sc., prof., corr. member of NAS RK; **M.M. Burkhitbayev**, dr. chem. sc., prof., corr. member of NAS RK; **U.Zh. Zhusipbekov**, dr. chem. sc., prof., corr. member of NAS RK; **Kh.I. Itzhanova**, dr. chem. sc., prof., corr. member of NAS RK; **M.Z. Muldakhmetov**, dr. eng. sc., prof., corr. member of NAS RK; **Zh.U. Myrkhalykov**, dr. eng. sc., prof., corr. member of NAS RK; **K.D. Rakhimov**, dr. med. sc., prof., corr. member of NAS RK; **M.I. Satayev**, dr. chem. sc., prof., corr. member of NAS RK; **L.T. Tashimov**, dr. chem. sc., prof., corr. member of NAS RK; **Z.A. Mansurov**, dr. chem. sc., prof.; **M.K. Nauryzbayev**, dr. eng. sc., prof.

Editorial staff:

V.Ye. Agabekov, NAS Belarus academician (Belarus); **S.V. Volkov**, NAS Ukraine academician (Ukraine); **Sh.Zh. Zhorobekov**, NAS Kyrgyzstan academician (Kyrgyzstan); **A.A. Mantashyan**, NAS Armenia academician (Armenia); **K. Turte**, NAS Moldova academician (Moldova); **V. Farzaliyev**, NAS Azerbaijan academician (Azerbaijan); **D.Kh. Khalikov**, NAS Tajikistan academician (Tajikistan); **V.N. Narayev**, dr. chem. sc., prof. (Russia); **Pauline Prokopovich**, dr. phylos., prof. (UK); **Marek Sikorski**, dr. chem. sc., prof. (Poland)

News of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan. Series of chemistry and technology.
ISSN 2224-5286

Owner: RPA "National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan" (Almaty)

The certificate of registration of a periodic printed publication in the Committee of Information and Archives of the Ministry of Culture and Information of the Republic of Kazakhstan N 10893-Ж, issued 30.04.2010

Periodicity: 6 times a year

Circulation: 300 copies

Editorial address: 28, Shevchenko str., of. 219, 220, Almaty, 050010, tel. 272-13-19, 272-13-18,
<http://nauka-nanrk.kz/chemistry-technology.kz>

© National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan, 2016

Editorial address: Institute of Organic Catalysis and Electrochemistry named after D. V. Sokolsky
142, Kunayev str., of. 310, Almaty, 050100, tel. 291-62-80, fax 291-57-22,
e-mail: orgcat@nursat.kz

Address of printing house: ST "Aruna", 75, Muratbayev str, Almaty

NEWS

OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

SERIES CHEMISTRY AND TECHNOLOGY

ISSN 2224-5286

Volume 2, Number 416 (2016), 176 – 184

UDC 543.6

**DETERMINATION OF PRESERVATIVES IN SOFT DRINKS
BY HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY**

Zh.E. Sartova, G.N. Sagandykova, M.B. Alimzhanova

Center of Physical Chemical Methods of Research and Analysis
Al Farabi Kazakh National University
janara_s@mail.ru

Keywords: soft drinks, preservatives, high performance liquid chromatography.

Abstract. This paper is devoted to analysis of chemical preservatives as sorbic and benzoic acids in soft drinks using high performance liquid chromatography. Chemical preservatives can be referred to substances that are applied in food production for increasing of storage time of foodstuffs. These substances should not damage human health.

Thus, optimal chromatographic parameters of analysis were investigated: retention times of sorbic and benzoic acids are 6.37 and 6.77 min, respectively, mobile phase composition - acetonitrile (15 %) and phosphate buffer (85 %), chromatographic column – Zorbax Phenyl SB-C18 (4.6 x 150 mm, 5,0 µm), flow - 1.5 ml/min. Concentrations of sorbic and benzoic acids were determined in soft drinks (energetic, carbonated and non-carbonated) .

It was investigated that the highest content of preservatives were in such samples as «Burn», «Torpeda», «Sprite», «Dizzy energy», «Holiday», «Yeti», «Mirinda». Determined concentrations do not exceed maximum permitted concentrations (according to Technical Regulation of the Custom Union, sorbic acid - 300 mg/L, benzoic acid - 150 mg/kg).

УДК 543.6

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНСЕРВАНТОВ В СОСТАВЕ
БЕЗАЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКОВ МЕТОДОМ
ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

Ж.Е. Сартова, Г.Н. Сагандыкова, М.Б. Алимжанова

ДГП Центр физико-химических методов исследования и анализа
РГП КазНУ им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан

Ключевые слова: безалкогольные напитки, консерванты, высокоэффективная жидкостная хроматография.

Аннотация. Данная статья посвящена анализу безалкогольных напитков на наличие химических консервантов, таких как сорбиновая и бензойная кислоты с применением высокоэффективной жидкостной хроматографии. Химические консерванты относятся к веществам, применяемым в пищевой промышленности для увеличения срока хранения пищевых продуктов питания. Консерванты в составе безалкогольных напитков не должны вредить здоровью человека.

В результате проведения анализа были предложены хроматографические параметры анализа консервантов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: время удерживания сорбиновой и бензойной кислот – 6,37 и 6,77 минут, соответственно, состав подвижной фазы – ацетонитрил (15%) и

фосфатный буфер (85%), колонка – Zorbax Phenyl SB-C18 (4,6 x 150 мм, 5,0 мкм) и скорость потока подвижной фазы – 1,5 мл/мин.

Концентрации сорбиновой и бензойной кислот были количественно определены в образцах безалкогольных напитков (энергетические, газированные и негазированные напитки). Было установлено, что наибольшее содержание консервантов наблюдается в таких напитках, как «Burn», «Torpeda», «Sprite», «Dizzy energy», «Holiday», «Yeti», «Mirinda». Концентрации сорбиновой и бензойной кислот не превышают предельно допустимые значения (сорбиновая кислота – 300 мг/л, бензойная кислота – 150 мг/кг) согласно Техническому Регламенту Таможенного Союза (ТР ТС 029-2012).

Введение. В связи с повышением потребления напитков в мире рынок безалкогольных напитков стал активно развиваться. Тем не менее, потребление безалкогольных напитков имели и неблагоприятные последствия, которые сказывались на здоровье человека. Это связано с использованием химических консервантов, с целью увеличения срока годности продукта [1].

Химические консерванты, прежде всего, обеспечивают увеличение срока годности пищевых продуктов и защищают их от порчи. Только некоторые консерванты (сорбиновая кислота, сорбат калия, бензойная кислота, бензоат натрия, бензоат калия и т.д.) официально одобрены для использования в пищевых продуктах [2]. Добавление консервантов в пищевые продукты вызывает необходимость тщательного анализа для установления их концентраций и сравнения с предельно допустимыми [3]. Среди химических консервантов широко используемыми являются сорбиновая и бензойная кислоты. Согласно Техническому Регламенту Таможенного Союза (ТР ТС 029-2012), предельно допустимая концентрация бензойной кислоты в составе ароматизированных безалкогольных напитков – 150 мг/кг, сорбиновой кислоты – 300 мг/л [4].

При определении консервантов используются современные методики анализа с использованием хроматографических методов. Высокоэффективная жидкостная хроматография – наиболее широко используемый хроматографический метод для анализа добавок в продуктах питания.

Современные методики разработаны для определения различных консервантов с использованием высокоэффективной жидкостной хроматографии совместно с ультрафиолетовым детектированием [5-16]. Предлагаемые методики являются простыми, селективными и направлены на обнаружение различных консервантов при различных длинах волн.

Стандартные методики по определению пищевых добавок в продуктах питания наиболее часто включают в себя проведение ВЭЖХ анализов с ультрафиолетовым детектированием. В таблице 1 приведены действующие стандартные методики определения консервантов в безалкогольных напитках. Стандартные методы требуют большого объема времени и проведения трудоемких операций для пробоподготовки образцов к анализу. Среднее время анализа занимает 55-70 минут. Действующий ГОСТ 31669-2012 «Продукция соковая. Определение сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» позволяет определить консерванты с минимальной затратой времени – 15 минут. ГОСТ 30059-93 «Напитки безалкогольные. Методы определения аспартама, сахарина, кофеина и бензоата натрия» отвечает всем требованиям по выбору метода определения консервантов в безалкогольных напитках. Общее время анализа составляет 44 минуты, диапазон определения 0,5-500,0 мг/л, также данная методика отличается высокой чувствительностью по отношению к консервантам.

Целью данного исследования было установление хроматографических параметров для экспрессного определения сорбиновой и бензойной кислот методом высокоэффективной жидкостной хроматографии и последующий анализ консервантов в образцах безалкогольных напитков.

Экспериментальная часть

Анализ консервантов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии совместно с диодно-матричным детектированием

Определение сорбиновой и бензойной кислот методом ВЭЖХ осуществляли с использованием высокоэффективного жидкостного хроматографа (Agilent 1100) с микродегазатором, четырехканальным градиентным насосом, устройством для ручного ввода проб и диодно-матричным детектором. Для регистрации и обработки хроматографических данных

использовалось программное обеспечение Agilent LC ChemStation. Обработка хроматограмм включала в себя определение площадей пиков, времен удерживания и обработку спектральной информации, полученной с помощью диодно-матричного детектора. Параметры хроматографирования приведены в таблице 2.

Таблица 1 – Стандартизированные методики определения консервантов в безалкогольных напитках

№	Источник (ГОСТ, МУК и т.д.)	Тип анализа	Пробоподготовка (экстракция, фильтрация, упаривание т.д.)	Диапазон определения аналитов	Время анализа, мин	Ссылка
1	ГОСТ 30059-93 (действующий) «Напитки безалкогольные. Методы определения аспартама, сахарина, кофеина и бензоата натрия»	ВЭЖХ/УФ, подвижная фаза: АСН : H_3PO_4 , pH 3,2 (15:85), колонка: C_{18} (0,15 x 4,6 мм, 5-6 мкм), $v = 1,2-1,7$ мл/мин, $t = 35$ еС, V (ввода) = 10 мкл, $\lambda = 210$ нм, τ уд.=25 мин (бензоат натрия)	Дегазация при 25°С, фильтрация (бумажный фильтр)	Сахарин – 0,5-100; Кофеин – 0,15-500; Бензоат натрия – 1-500; Аспартам – 10-1000 мг/л	40	[17]
3	Методика 04-50-2008 «Определение подсластителей (ацесульфам-К, аспартама, сахарина), консервантов (сорбиновой, бензойной кислоты и их солей), кофеина в напитках	ОФ-ВЭЖХ/УФ, колонка: Кромасил C_{18} (120 x 2,1 мм, 5 мкм), подвижная фаза: АСН / НАс, pH 4,9 (7:93), V (ввода) = 10 мкл, $\lambda = 254$ нм, τ уд.=10,5 мин (бензоат натрия), 23 мин (сорбат калия)	Разбавление	10–1000 мг/л (все аналиты)	66	[18]
4	ГОСТ Р ЕН 12856-2010 (действующий) «Продукты пищевые. Определение ацесульфам калия, аспартама и сахарина. Метод высокоэффективной жидкостной хроматографии»	ВЭЖХ-ТФЭ/УФ, подвижная фаза: АСН/ KH_2PO_4 (90/10), колонка: RP (100-300 x 4,0 мм, 3-10 мкм) V (ввода) = 10-20 мкл, $\lambda = 217$ нм, 227 нм, 265 нм, 220 нм. $v = 0,8-1$ мл/мин, τ уд.=6 мин (ацесульфам калия), 8 мин (сахарин), 32 мин (аспартам), 55 мин (сорбиновая и бензойная кислота)	Гомогенизация, фильтрование (мембранный фильтр, 0,45 мкм), центрифугирование	10-100 мг/л (все аналиты)	55	[19]
5	ГОСТ 31669-2012 (действующий) «Продукция соковая. Определение сахарозы, глюкозы, фруктозы и сорбита методом высокоэффективной жидкостной хроматографии»	ВЭЖХ/Рефрактометрический детектор, колонка: аналитическая (30 мкм, 300 x 6,5 мм) подвижная фаза: Са-ЭДТА: H_2O (0,03-0,1 ммоль/л), $t = 80-90$ еС, $v = 0,5$ см ³ /мин, V (ввода) = 10-20 мкл, τ уд.=7,038 мин (сахароза), 8,137 мин (глюкоза), 9,827 мин (фруктоза), 14,748 мин (сорбит)	Разбавление водой (1:5), центрифугирование, фильтрование	Сахароза, глюкоза, фруктоза- 1,0-650,0 г/л Сорбит-0,3-60,0 г/л	15	[20]

В мерную колбу вместимостью 1,0 л добавили 1,0 мл 85% ортофосфорную кислоту, довели до метки дистиллированной водой и профильтровали через складчатый бумажный фильтр (синяя лента).

Выбор диапазона линейности для бензойной и сорбиновой кислот

Для выбора диапазона количественного определения консервантов был приготовлен исходный раствор смеси сорбиновой и бензойной кислот с концентрацией 1000,0 мг/л. Для приготовления исходного раствора кислот, 0,01 г сорбиновой кислоты и 0,01 г бензойной кислоты взвесили на аналитических весах, количественно перенесли в мерную колбу вместимостью 10,0 мл и довели до метки 95 % - ным этанолом.

Таблица 2 – Параметры определения сорбиновой и бензойной кислот методом ВЭЖХ с диодно-матричным детектированием

Параметры	Значение
Хроматограф	Agilent 1100 Series с диодно-матричным детектором
Хроматографическая колонка	Zorbax Phenyl SB-C18 (4,6 x 150 мм, 5,0 мкм)
Градиент	H ₃ PO ₄ pH 2,5 (B):ACN (C), Sigma Aldrich 0 мин: B/C = (85/15), 5 мин: B/C = (85/15), 7 мин: B/C = (0/100), 8 мин: B/C = (85/15), 9 мин: B/C = (85/15)
Длина волны	Сорбиновая кислота – 260 нм, бензойная кислота – 230 нм
Скорость потока подвижной фазы	1,5 мл/мин
Температура колонки	25 °C
Объем вводимой пробы	10 мкл
Время анализа	9,0 минут

Построение калибровочной зависимости площади пика от концентрации сорбиновой и бензойной кислот

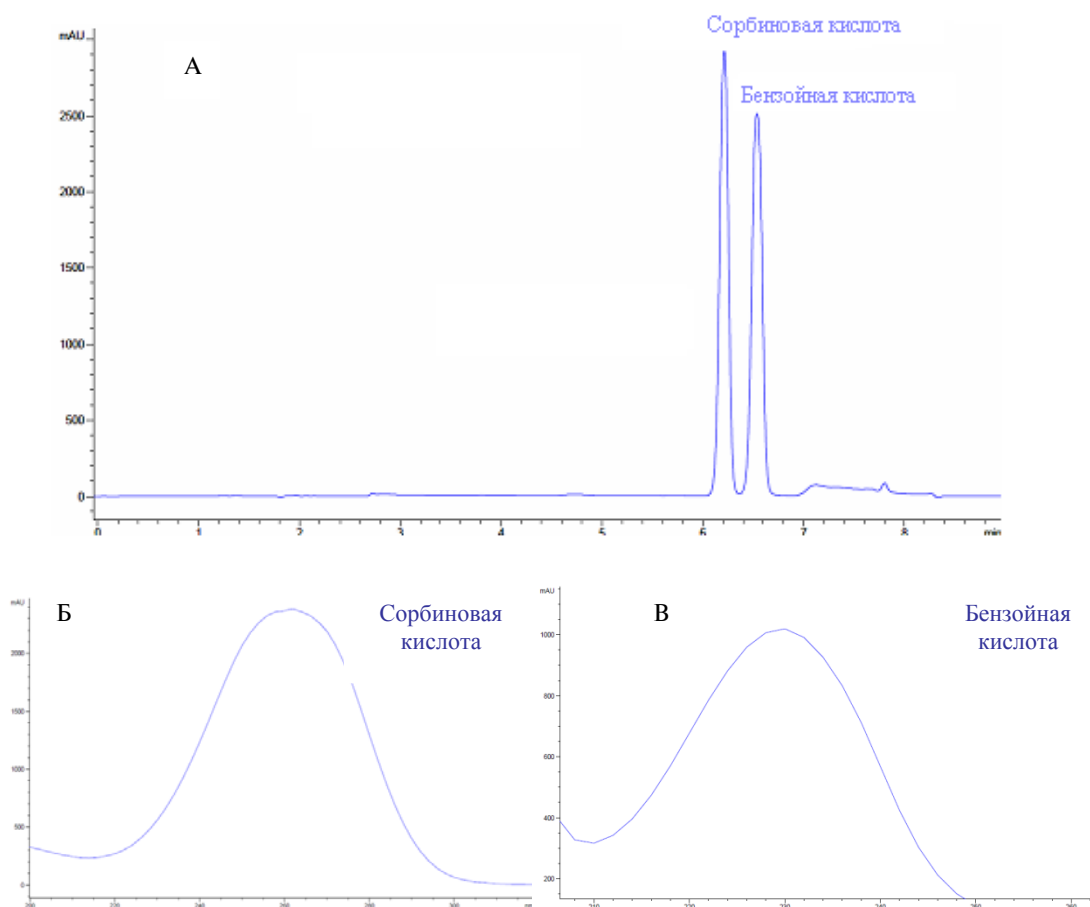


Рисунок 1 – Хроматограмма смеси сорбиновой и бензойной кислот с концентрацией 1000 мг/л (А) и спектры сорбиновой кислоты (Б) и бензойной кислот (В) с концентрацией 100,0 мг/л

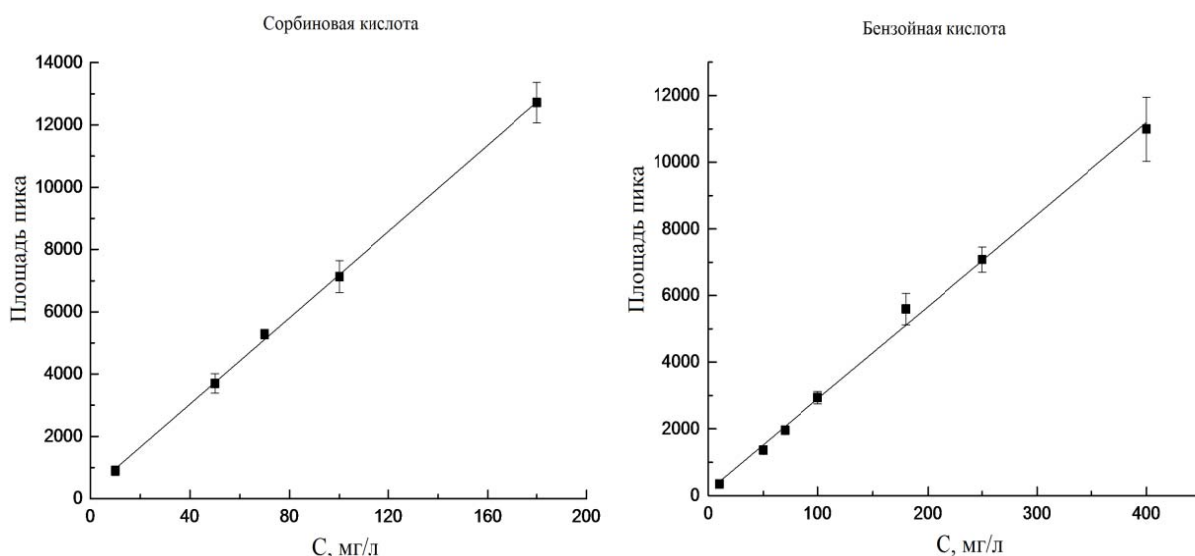


Рисунок 2 – Зависимость площади пика сорбиновой и бензойной кислот от концентрации, полученная методом ВЭЖХ с диодно-матричным детектированием

Калибровочные графики были построены на основании анализа стандартных растворов сорбиновой и бензойной кислот с концентрациями 10,0; 50,0; 70,0; 100,0; 180,0; 250,0 и 400,0 мг/л, приготовленных из исходного раствора сорбиновой и бензойной кислот с концентрацией 1000,0 мг/л. Анализ консервантов проводили с использованием аналитической колонки Zorbax Phenyl SB-C18. С помощью стандартных образцов сорбиновой и бензойной кислот, были установлены времена удерживания и максимумы их поглощения. Времена удерживания сорбиновой и бензойной кислот на колонке Zorbax Phenyl SB-C18 при выбранных хроматографических параметрах составили 6,38 минут и 6,77 минут соответственно. Детектирование проводили при длинах волн 230 и 260 нм.

Хроматограмма стандартного раствора смеси сорбиновой и бензойной кислот с концентрацией приведены на рисунке 1.

В интервале концентраций 10,0-400,0 мг/л для бензойной кислоты и 10,0-180,0 мг/л для сорбиновой кислоты, были построены калибровочные зависимости площадей пиков сорбиновой и бензойной кислот от их концентрации (рисунок 2).

Из полученных данных можно сделать вывод, что калибровочная зависимость является линейной в интервале 10,0-400,0 мг/л для бензойной кислоты и 10,0-180,0 мг/л для сорбиновой кислоты, что позволяет использовать данный метод для анализа образцов безалкогольных напитков на содержание сорбиновой и бензойной кислот.

Приготовление образцов безалкогольных напитков для анализа

Образцы безалкогольных напитков приготовили разбавлением дистиллированной водой. Разбавление проводилось в двух соотношениях 1:1 и 1:9. Газированные напитки дегазировали с помощью насоса (Champion, aquarium air pump) и все образцы фильтровали через 0,45 мкм мембранный микрофильтр (Cronus, PTFE).

Результаты и обсуждения

Определение бензойной и сорбиновой кислот в безалкогольных напитках с применением высокоэффективной жидкостной хроматографии

Для анализа были выбраны 20 образцов безалкогольных напитков, реализующихся в точках розничной торговли по городу Алматы (таблица 3). Приобретенные напитки проанализировали на ВЭЖХ и определили в них содержание сорбиновой и бензойной кислот.

Таблица 3 – Образцы исследуемых безалкогольных напитков

Название	Вкус	Производитель	Страна	Содержание сахара, г
<i>Газированные напитки</i>				
Laimon fresh	Лимон и мята	«GreenMe AG»	Швейцария	10,3
Coca-cola		«The Coca-Cola»	США	10,6
Sprite	Лимон	«The Coca-Cola»	США	10,2
Dizzy energy		«Даль Продукт»	Казахстан	10,0
7 up	Лимон и лайм	«Pepsico Ink»	США	9,88
Holiday		«ЮНИКС»	Казахстан	10,0
Torpeda		«GALANZ bottlers»	Казахстан	11,0
Yeti		«RG Brands Kazakhstan»	Казахстан	9,20
Mirinda	Апельсин	«Pepsico Ink»	США	12,0
Pepsi		«Pepsico Ink»	США	10,2
Schweppes		«GreenMe AG»	Швейцария	8,90
Burn		«The Coca-Cola»	США	11,6
<i>Негазированные напитки</i>				
Maxi чай	Зеленый чай	«GALANZ bottlers»	Казахстан	6,0
Frutta Mix	Черника	«Raimbek Bottlers»	Казахстан	10,0
Lipton	Зеленый чай	«RG Brands Kazakhstan»	Казахстан	6,8
Сочный	Вишня	ТОО «Компания ОБИС»	Казахстан	8,0
Juicy	Гранат	«Raimbek Bottlers»	Казахстан	11,0
Фруто няня	Ягода	ОАО «ПРОГРЕСС»	Россия	10,8
Добрыня	Вишня	«Goldy product»	Казахстан	4,0
Nestea	Лимон и мята	«Nestle»	Швейцария	7,5

Хроматограмма содержания сорбиновой и бензойной кислот в образце безалкогольного напитка Burn приведен на рисунке 3.

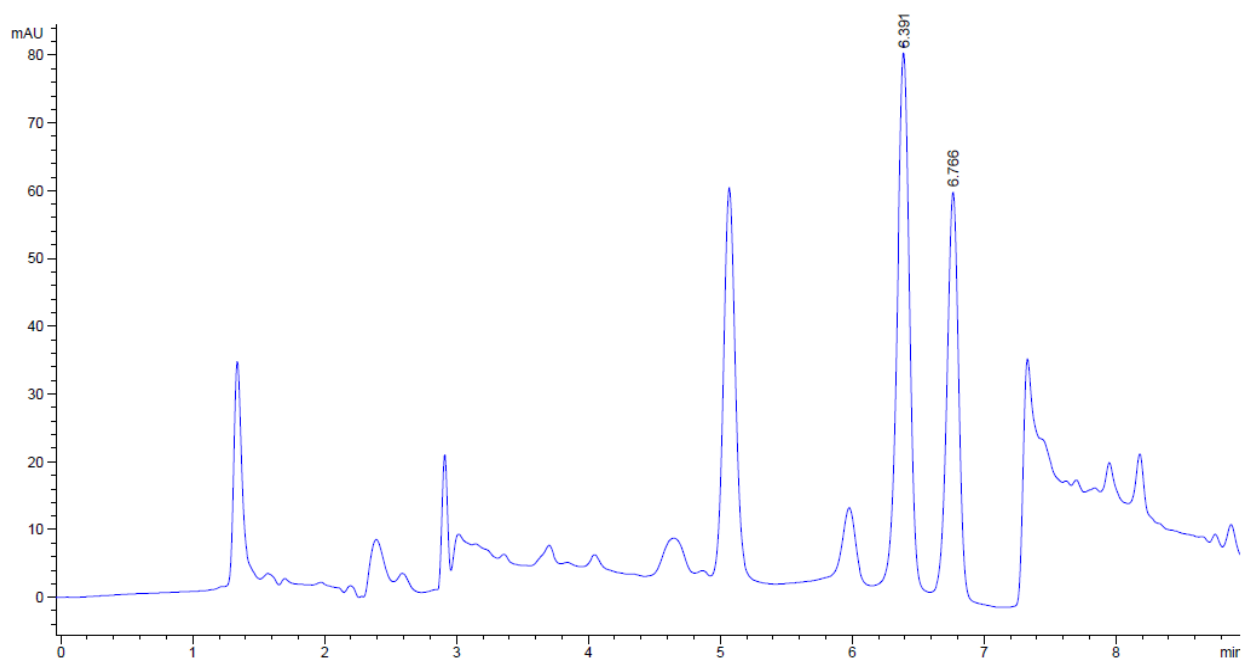


Рисунок 3 – Хроматограмма безалкогольного энергетического напитка Burn (сорбиновая кислота – 6,39 мин, бензойная кислота – 6,77 мин)

Результаты определения сорбиновой и бензойной кислот в различных образцах безалкогольных напитков приведены на рисунках 4 и 5.

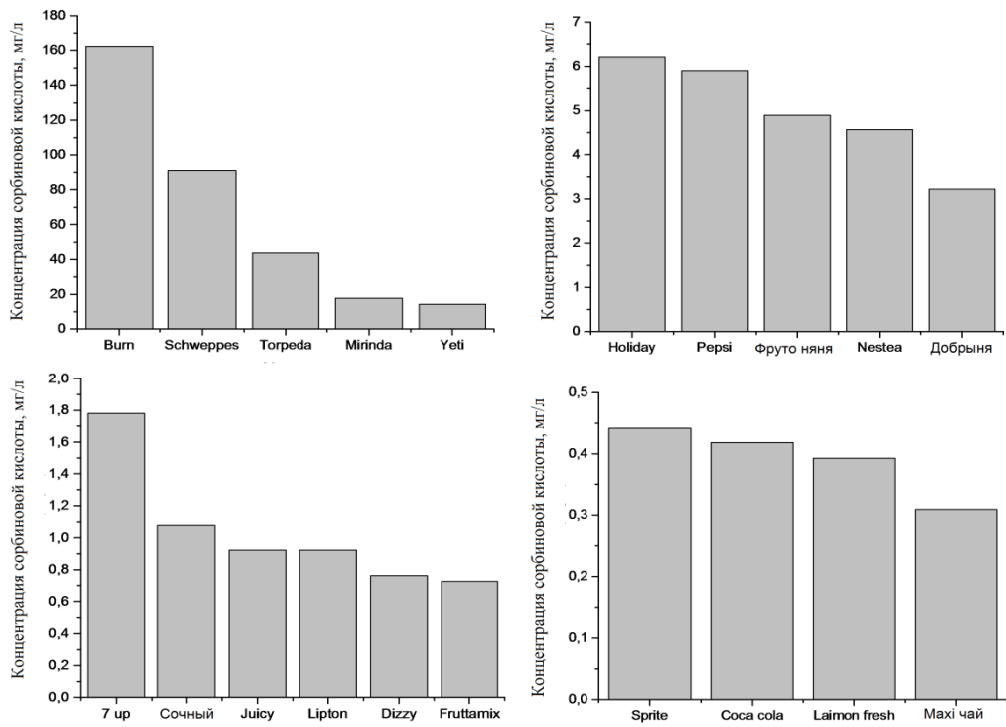


Рисунок 4 – Содержание сорбиновой кислоты в различных образцах безалкогольных напитков

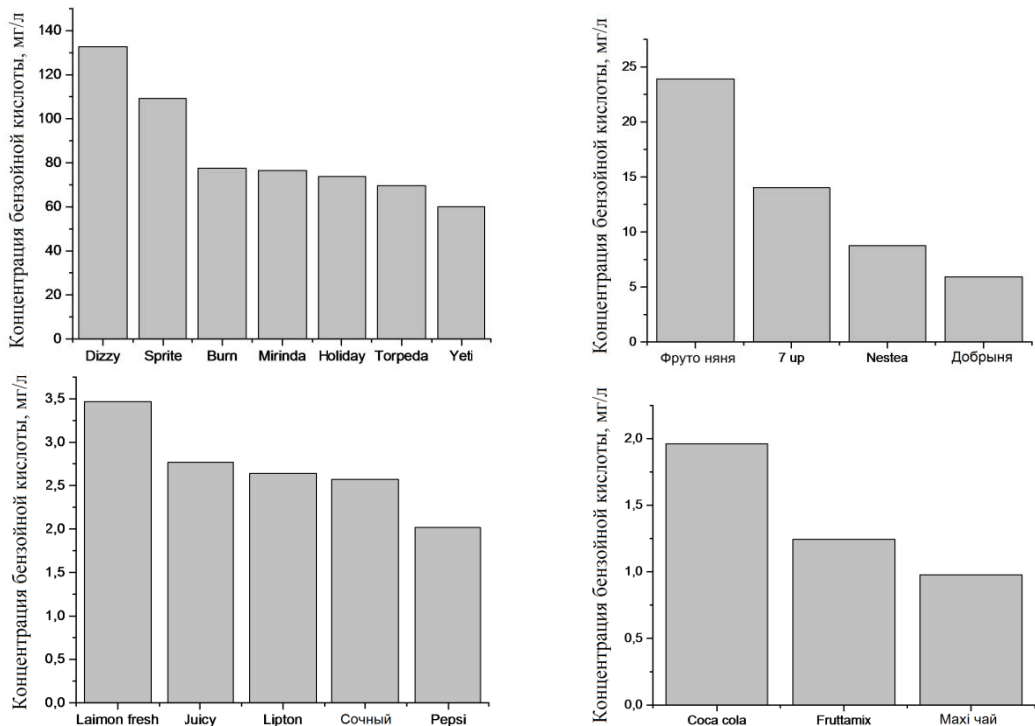


Рисунок 5 – Содержание бензойной кислоты в образцах безалкогольных напитков

Наибольшее количество сорбиновой и бензойной кислот содержится в напитках «Burn», «Torpeda», бензойной кислоты в напитках «Sprite», «Dizzy energy», «Holiday», «Yeti», «Mirinda».

Заключение. В ходе работы были установлены параметры хроматографирования для анализа сорбиновой и бензойной кислот в безалкогольных напитках: хроматографическая колонка – Zorbax Phenyl SB-C18, подвижная фаза – ацетонитрил (15%), фосфатный буфер (85%), время удерживания сорбиновой и бензойной кислот – 6,37 и 6,77 минут, соответственно, скорость потока мобильной фазы – 1,5 мл/мин.

Концентрации сорбиновой и бензойной кислот были определены в образцах безалкогольных напитков и было установлено, что содержание сорбиновой и бензойной кислот находится в пределах предельно допустимых концентраций. Содержание сорбиновой и бензойной кислот является наиболее высоким в энергетических напитках «Burn» (сорбиновая кислота – 162,3 мг/л, бензойная кислота – 77,5 мг/л), «Torpeda» (сорбиновая кислота – 43,7 мг/л, бензойная кислота – 69,7 мг/л). Также согласно ТР ТС 021-2011 о безопасности пищевой продукции, в продукции детского питания запрещается использование бензойной и сорбиновой кислот. Однако в исследованном образце детского напитка «Фруто няня» были обнаружены сорбиновая (4,9 мг/л) и бензойная (23,9 мг/л) кислоты.

ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] L. A. Oganeshjan, A. L. Panasjuk, M. V. Gernet, R. A. Zajnullin, R. V. Kunakova (2012) Tehnologija bezalkogol'nyh napitkov. *GIORD, Sankt-peterburg*. ISBN: 978-5-98879-145-4. (In Russian)
- [2] Sarafanova L.S. (2004) Pishhevye dobavki: Jenciklopedija. *GIORD, Sankt-peterburg*. ISBN: 5-901065-79-4. (In Russian)
- [3] Benjamin Caballero, Paul M.Finglas, Fidel Toldra (2016) Encyclopedia of Food and Health. *Elsevier, Oxford*. ISBN: 9780123849533
- [4] TR TS 029-2012. Safety requirements for food additives, flavorings, and processing aids [Trebovanija bezopasnosti pishhevih dobavok, aromatizatorov i tehnologicheskikh vspomogatel'nyh sredstv]. *Council of the Eurasian Economic Commission, 2012*. (In Russian)
- [5] Sychev K.S (2010) Prakticheskoe rukovodstvo po zhidkostnoj hromatografii. *Tehnosfera, Moscow*. ISBN: 9785948362380. (In Russian)
- [6] Harry M. Pylypiw Jr., Maureen T. Grether. (2009) Rapid high-performance liquid chromatography method for the analysis of sodium benzoate and potassium sorbate in foods, *Journal of Chromatography A*, 883: 299-304. DOI: 10.1016/S0021-9673(00)00404-0
- [7] Goksel Altiocka, B. Ergun, Nafiz O. Can, Hassan Y. Aboul-Enein. (2007) Validated Reversed Phase HPLC Method for the Analysis of the Food Additive, Sodium Benzoate, in Soft Drinks and Jams, *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*, 8: 1125-1136. DOI: 10.1080/10826070601128501
- [8] Janina S.G. Diogo, Liliana S.O. Silva, Angelina Pena, Celeste M. Lino. (2013) Risk assessment of additives through soft drinks and nectars consumption on Portuguese population: A 2010 survey, *Food and Chemical Toxicology*, 62: 548-553. DOI: 10.1016/j.fct.2013.09.006
- [9] Fardin Javanmardi, Mahboob Nemat, Masood Ansarin, Seyyed Rafie Arefhosseini. (2015) Benzoic and sorbic acid in soft drink, milk, ketchup sauce and bread by dispersive liquid-liquid microextraction coupled with HPLC, *Food Additives & Contaminants: Part B*, 1: 32-39. DOI: 10.1080/19393210.2014.955534
- [10] Ruziye Cakir, Arzu Cagri-Mehmetoglu. (2013) Sorbic and benzoic acid in non-preservative-added food products in Turkey, *Food Additives & Contaminants: Part B*, 1: 47-54. DOI: 10.1080/19393210.2012.722131
- [11] C.M. Lino, A. Pena. (2010) Occurrence of caffeine, saccharin, benzoic acid and sorbic acid in soft drinks and nectars in Portugal and subsequent exposure assessment, *Food Chemistry*, 121: 503-508. DOI: 10.1016/j.foodchem.2009.12.073
- [12] Mansooreh Amirpour, Azim Arman, Ahmad Yolmeh, Maryam Akbari Azam, Zhila Moradi-Khatoonabadi. (2015) Sodium benzoate and potassium sorbate preservatives in food stuffs in Iran, *Food Additives & Contaminants: Part B*, 2-8. DOI: 10.1080/19393210.2015.1021862
- [13] Orawan Kritsunankul, Jaron Jakmunee. (2011) Simultaneous determination of some food additives in soft drinks and other liquid foods by flow injection on-line dialysis coupled to high performance liquid chromatography, *Talanta*, 84: 1342-1349. DOI: 10.1016/j.talanta.2011.02.045
- [14] Pelin Ulca, Beril Atamer, Mehtap Keskin, Hamide Z. Senyuva. (2013) Sorbate and benzoate in Turkish retail foodstuffs, *Food Additives & Contaminants: Part B*, 3: 209-213. DOI: 10.1080/19393210.2013.795609
- [15] Fardin Javanmardi, Mahboob Nemat, Masood Ansarin, Seyyed Rafie Arefhosseini. (2015) Benzoic and sorbic acid in soft drink, milk, ketchup sauce and bread by dispersive liquid-liquid microextraction coupled with HPLC, *Food Additives & Contaminants: Part B*, 1: 32-39. DOI: 10.1080/19393210.2014.955534
- [16] Bahruddin Saad, Md. Fazlul Bari, Muhammad Idiris Saleh, Kamarudzman Ahmad, Mohd. Khairuddin Mohd. Talib. (2005) Simultaneous determination of preservatives (benzoic acid, sorbic acid, methylparaben and propylparaben) in foodstuffs using high performance liquid chromatography, *Journal of Chromatography A*, 1073: 393-397. DOI: 10.1016/j.chroma.2004.10.105

[17] GOST 30059-93. Soft drinks. Methods of determining of aspartame, saccharin, caffeine and sodium benzoate [Napitki bezalkogol'nye. Metody opredelenija aspartama, saharina, kofeina i benzoata natrija] Moscow, Russia, **2008**. (In Russian)

[18] Metodika 04-50-2008. Determination of sweeteners (acesulfame-K, aspartame, saccharin), preservatives (sorbic, benzoic acid and their salts), caffeine in beverages [Opredelenie podslastitelej (acesul'fama-K, aspartama, saharina), konservantov (sorbinovoj, benzojnoj kisloty i ih solej), kofeina v napitkah] Sankt-Peterburg, Russia, **2013**. (In Russian)

[19] GOST R EN 12856-2010. Food products. Determination of acesulfame potassium, aspartame and saccharin. The method of high performance liquid chromatography [Produkty pishhevye. Opredelenie acesul'fama kalija, aspartama i saharina. Metod vysokoeffektivnoj zhidkostnoj hromatografii] Moscow, Russia, **2011**. (In Russian)

[20] GOST 31669-2012. Production of juice. Determination of sucrose, glucose, fructose, and sorbitol by high performance liquid chromatography [Produkcija sokovaja. Opredelenie saharozy, gljukozy, fruktozy i sorbita metodom vysokoeffektivnoj zhidkostnoj hromatografii] Moscow, Russia, **2013**. (In Russian)

ЖОҒАРҒЫ ЭФФЕКТИВТІ СҰЙЫҚ ХРОМАТОГРАФИЯ ӘДІСІ АРҚЫЛЫ АЛКОГОЛЬСІЗ СУСЫНДАРДЫҢ ҚҰРАМЫНДАҒЫ КОНСЕРВАНТТАРДЫ АНЫҚТАУ

Ж.Е. Сартова, Г.Н. Сагандықова, М.Б. Алимжанова

Физика-химиялық зерттеу және талдау әдістерінің орталығы, Алматы қ., Қазақстан

Түйін сөздер: алкогольсіз сусындар, консерванттар, жоғарғы эффективті сұйық хроматография.

Аннотация. Берілген мақала алкогольсіз сусындардың құрамындағы сорбин және бензой қышқылы тәрізді консерванттарды жоғарғы эффективті сұйық хроматографияны қолдану арқылы зерттеуге арналған. Химиялық консерванттар тағам өнеркәсібінде сақтау мерзімін өсіру үшін қолданылатын заттарға жатады. Берілген қосындылардың мөлшері адам денсаулығына кері әсерін тигізбеу керек.

Зерттеу жүргізу нәтижесінде консерванттарды жоғарғы эффективті сұйық хроматография әдісімен зерттеудің тиімді хроматографиялық параметрлері ұсынылды: аналиттердің ұсталыну уақыты – 6,37 және 6,77 минут, сорбин және бензой қышқылдарына арналған хроматографиялау режимі – градиентті, қозғалмалы фаза – ацетонитрил (15%) және фосфатты буфер (85%), колонка – Zorbax Phenyl SB-C18 (4,6 x 150 мм, 5,0 мкм) және қозғалмалы фазаның ағын жылдамдығы – 1,5 мл/мин.

Түрлі алкогольсіз сусындардың үлгілерін (энергетикалық, газдалған және газдалмаған сусындар) зерттеу кезінде сорбин және бензой қышқылдарының мөлшері сандық анықталды. Консерванттардың ең көп мөлшері «Вип», «Торпеда», «Sprite», «Dizzy energy», «Holiday», «Yeti», «Mirinda» секілді сусындардың құрамынан анықталды. Анықталған концентрациялар Кеден Одағының Техникалық Регламентімен (ТР ТС 029-2012) бекітілген шектік рұқсат етілген концентрацияларға (сорбин қышқылы – 300 мг/л, бензой қышқылы – 150 мг/кг) сәйкес келеді.

Поступила 23.03.2016 г.

Publication Ethics and Publication Malpractice in the journals of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan

For information on Ethics in publishing and Ethical guidelines for journal publication see <http://www.elsevier.com/publishingethics> and <http://www.elsevier.com/journal-authors/ethics>.

Submission of an article to the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan implies that the described work has not been published previously (except in the form of an abstract or as part of a published lecture or academic thesis or as an electronic preprint, see <http://www.elsevier.com/postingpolicy>), that it is not under consideration for publication elsewhere, that its publication is approved by all authors and tacitly or explicitly by the responsible authorities where the work was carried out, and that, if accepted, it will not be published elsewhere in the same form, in English or in any other language, including electronically without the written consent of the copyright-holder. In particular, translations into English of papers already published in another language are not accepted.

No other forms of scientific misconduct are allowed, such as plagiarism, falsification, fraudulent data, incorrect interpretation of other works, incorrect citations, etc. The National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan follows the Code of Conduct of the Committee on Publication Ethics (COPE), and follows the COPE Flowcharts for Resolving Cases of Suspected Misconduct (http://publicationethics.org/files/u2/New_Code.pdf). To verify originality, your article may be checked by the Cross Check originality detection service <http://www.elsevier.com/editors/plagdetect>.

The authors are obliged to participate in peer review process and be ready to provide corrections, clarifications, retractions and apologies when needed. All authors of a paper should have significantly contributed to the research.

The reviewers should provide objective judgments and should point out relevant published works which are not yet cited. Reviewed articles should be treated confidentially. The reviewers will be chosen in such a way that there is no conflict of interests with respect to the research, the authors and/or the research funders.

The editors have complete responsibility and authority to reject or accept a paper, and they will only accept a paper when reasonably certain. They will preserve anonymity of reviewers and promote publication of corrections, clarifications, retractions and apologies when needed. The acceptance of a paper automatically implies the copyright transfer to the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan.

The Editorial Board of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan will monitor and safeguard publishing ethics.