



Способ определения свободной L-(+)-глутаминовой кислоты в пищевой продукции

Докладчик: Фёдорова Татьяна Аркадьевна,
младший научный сотрудник лаборатории химии пищевых продуктов,
+375 29 180 49 95, e-mail: tanya_fd_1510@mail.ru

Разработчики: Бельшева Л.Л., Полянских Е.И., Фёдорова Т.А., Лавринович Н.А.



МВИ.МН 6364-2021. Массовая доля L-(+) – Глутаминовой кислоты в пищевой продукции. Методика измерений методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуоресцентным детектированием

Измерение основано на:

- экстракции свободной, не связанной в белке свободной L-(+) – глутаминовой кислоты из пищевой продукции 0,02 моль/дм³ раствором соляной кислоты;
- очистке экстракта;
- проведении реакции дериватизации свободной L-(+) – глутаминовой кислоты о-фталевым альдегидом;
- идентификации дериватизата L-(+) – глутаминовой кислоты методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с флуоресцентным детектированием и количественном определении методом абсолютной градуировки.

Диапазон концентраций градуировочных растворов (5,0-60) мкг/ см³

Диапазон определяемых концентраций от 0,25 до 100,0 г/кг



Схема проведения подготовки пробы



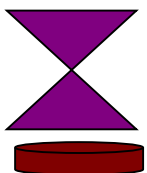
Экстракция

+50 мл HCl
(0,02 M)

+ 50 мл HCl
(0,02 M)



0,5 -2 г пробы



**Гомогенизация
образца пробы**



Центрифужная
пробирка
15 мл



**Центрифугирование
при 10000 об/мин, 10
мин при 5-10°C**

Декантирование



Дериватизация:

В колбу на 10 мл:
1 мл боратного буфера,
0,5 мл экстракта пробы,
0,3 мл ОФА,
1 мл HCl (0,1M),
7.2 мл H₂O



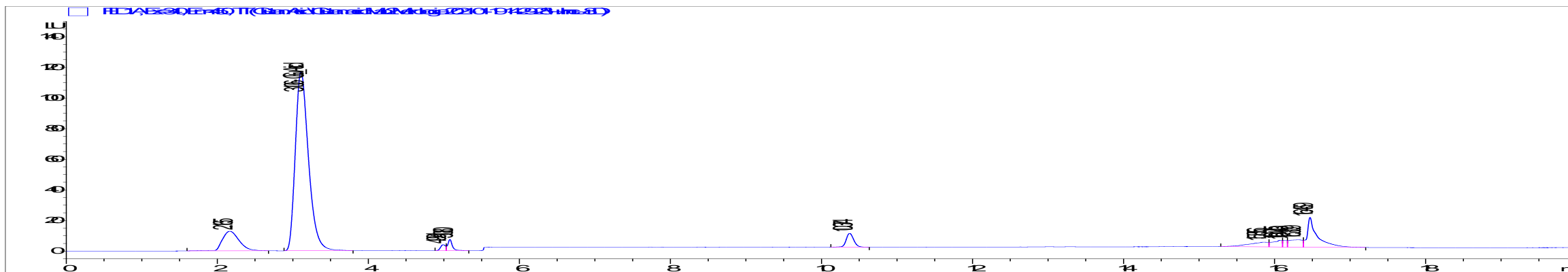
ВЭЖХ



Условия хроматографирования

- жидкостной хроматограф **Agilent Technologies 1260** с флуоресцентным детектором
 - колонка **Eclipse Plus C18**
(4,6 x 100 мм, 3,5мкм)
 - длина волны поглощения **340 нм**
 - длина волны эмиссии **450 нм**
 - температура термостата **40 °С**;
 - объем вводимой пробы **20 мкл**;
 - скорость подвижной фазы **0,8 мл/мин**
в режиме градиентного элюирования
 - Подвижная фаза
- А** – фосфатно-боратный буферный раствор с рН=8.2
Б – ацетонитрил:метанол: вода (45:45:10 об %)





Хроматограмма чипсов картофельных с содержанием
L-(+)-глутаминовой кислоты 5 г/кг

Метрологические параметры методики

Диапазон измерений L-(+)-глутаминовой кислоты, г/кг	Предел повторяемости г, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, %	Расширенная неопределенность U, %
от 0,25 до 100	8,7	15,3	26,2