



Viti i VIII-të i Botimit, Nr.1,
Korrik 2017

PËRCAKTIMI I NJËKOHSHËM I DISA KONSERVUESVE USHQIMORË DHE FARMACEUTIKË ME ANË TË HPLC/DAD

Aurel Nuro*, **Dorina Shëngjergji****, **Oljana Pine***, **Aurora Napuce****, **Xhejni Borshi****

*Departamenti i Kimisë, Fakulteti i Shkencave Natyrore, Universiteti i Tiranës

**Departamenti i Farmacisë, Fakulteti i Shkencave Mjekësore, Albanian University

Adresë kontakti: nuroaurel@yahoo.co.uk

Përmbledhje

Objektivat: Qëllimi i këtij studimi është të paraqesë një metodë analitike për përcaktimin e konservuesëve ushqimorë dhe farmaceutikë me anë të teknikës HPLC/DAD. U ndërtua një metodë analitike që benzoati i natriumit, acidi sorbik, acidi askorbik dhe metil-paraben të përcaktoheshin në mënyrë të njëkohshme. Këta konservues kanë një përdorim mjaft të gjerë si në produkte ushqimore të konservuara, dhe në mjaft medikamente farmaceutike në formë shurupi dhe kremi (1; 2; 3; 4).

Metodat: Përcaktimi i konservuesëve në ushqime dhe medikamente farmaceutike me anë të teknikës HPLC/DAD rekomandohet nga literatura, gjithashtu edhe normat kombëtare dhe ndërkombëtare. Pasi është vendosur vlefshmëria e metodës analitike, janë marrë mostra ushqimore dhe farmaceutike në tregje dhe farmaci në qytetin e Tiranës. Mostrat janë marrë në maj 2016. Izolimi i tyre është realizuar duke përdorur teknikën e ekstraktimit L-L me tretës diklormetan. Përcaktimi cilësor dhe sasior është realizuar duke përdorur HPLC model Agilent 1260 e pajisur me pompë kuaternare dhe dedektor DAD. Kollona Zorbax S8-C18 (15 m x 4 mm x 0.5 um) u përdor për ndarjen e tyre (3; 4; 5; 6; 7).

Konkluzionet: Në mostrat ushqimore dhe farmaceutike u detektua prania e konservuesëve. Në asnjë rast nuk u gjetën nivele më të larta të konservuesëve se normat e lejuara në ushqime apo në normat farmaceutike.

Fjalë çelës: *konservues, benzoat natriumi, acid sorbik, acid askorbik, metil-paraben, HPLC/DAD.*

STIMULTANEOUS DETERMINATION OF SOME FOOD AND PHARMACEUTICAL PRESERVATIVES USING HPLC/DAD

Abstract

Objective: The aim of this study is to present an analytical method for the determination of preservatives in food and pharmaceuticals samples using HPLC/DAD technique. It was built an analytical method when sodium benzoate, sorbic acid, ascorbic acid and methyl-paraben

were determined simultaneously. These preservatives are widespread use in processed food products and many pharmaceutical drugs mostly in liquid form and as cream (1; 2; 3; 4).

Methods: Determination of preservatives in food and pharmaceutical medicaments was performed using HPLC/DAD technique. This is recommended in literature and also in national and international norms. After the validations of analytical method they were taken food and medicament samples on the Tirana city markets. Samples were taken in May 2016. Preservative isolation is achieved by using the L-L with dichloromethane as extraction solvent. Qualitative and quantitative determination is performed using Agilent model 1260 HPLC equipped with quaternary pump and DAD detector. S8 Zorbax-C18 column (15 m x 4 mm x 0.5 μ m) was used for their separation (3; 4; 5; 6; 7).

Conclusion: In food and pharmaceutical medicament samples were detected the presence of antibiotics. For all studied samples was not found higher levels of preservatives than permitted levels in foods or pharmaceuticals norms (7; 8).

Keywords: *Preservatives, Sodium benzoate, Sorbic acid, Ascorbic acid, Metil-paraben, HPLC/DAD.*

Hyrje

Fillimisht, njerëzit për të mundësuar sa më shumë shtyrjen e afatit të përdorimit të produkteve ushqimore, janë përdorur shumë mjete mbrojtëse për të ndaluar patogjenë specifike. Ruajtja e ushqimit mund të realizohet me anë të një sërë procesesh. Për mijëra vjet, njerëzit kanë përdorur metodat e ruajtjes së ushqimit, në mënyrë që të kenë ushqim për një kohë më të gjatë. Metodat më të thjeshta të ruajtjes së ushqimit janë: tharja në shirita e peshkut dhe mishit, ngrohja ose pjekja e ushqimit, (buka, mishi, etj., qëndron i ngrënshëm shumë më tepër kohë), konvertimi i ushqimit në një formë të ushqyeshme për një kohë më të zgjatur (për shembull, qumështi i freskët mund të konvertohet në djathë, gjalpë, gjizë ose kos, të cilët kanë përdorime më afatgjata se qumështi i freskët), vendosja e ushqimeve të tilla si perime, mish, ose peshk në ujë të kripur (shëllirë), (ose mbulimi me kripë të thatë) (1; 2; 4; 5; 8; 11). Sot një pjesë e mirë e produkteve ushqimore tregtohen, ruhen dhe konsumohen në trajtën e konservuar. Për këtë proces lind nevoja e përdorimit të konservuesëve ushqimorë, të cilët mundësojnë një ruajtje të tyre brenda parametrave ushqimorë. Përdorimi i tyre është mjaft i gjerë sot në industrinë ushqimore. Përveç anës të tyre pozitive, një pjesë e mirë e këtyre komponimeve kanë dhe efekte dytësore shpeshherë të padëshirueshme. Pra përdorimi i konservuesëve ushqimorë është njëkohësisht një proces i domosdoshëm dhe që ka nevojë për një kontroll të vazhdueshëm nga ana e organeve që kontrollojnë cilësinë e ushqimeve (2; 3; 4; 5).

Aktiviteti antimikrobial i benzoatit të natriumit (BA) lidhet me shpërbashkimin e molekulës, sepse vetëm molekula e shpërbashkuar ka aktivitet konservues. Për benzoatin e natriumit, i cili përdoret më gjerësisht, pKa është 4.20, kështu që në pH 6 vetëm 1.5% e tij është e shpërbashkuar. Si pasojë, benzoati i natriumit është më efektiv në ushqimet me nivel të lartë aciditeti (si komposto molle, pije të gazuara, birrë, sallata turshi, margarina, etj.) ku veprimi i tij është i fortë. Vlera maksimale e lejuar është 0.1%. Kurse tek lëngjet e frutave, ky nivel është më i ulët sepse ndikon në shijen e tyre. Parabenet janë estere të acidit p-hidroksi benzoik. Ndikohen shumë më pak nga pH sesa konservuesit e tjerë. Esteret e propilit dhe metilit (MP) kanë të njëjtin nivel maksimal të

lejuar si benzoati i natriumit (0.1%). Esteri i heptilit lejohej deri në 12 ppm tek birra ose deri në 20 ppm në ushqime ku mungojnë karbohidratet. Kripërat e Ca^{2+} , Na^+ ose K^+ të acidit sorbik (AS) përdoren si konservues të ushqimit në nivele që nuk kalojnë 0.2%. Është më efektiv në ushqimet me aciditet. Bëhet i paefektshëm kur niveli i pH arrin 6.5. Është më efektiv se benzoati i natriumit kur pH arrin nivelin 4.5 - 3.0. Acidi sorbik është gjithashtu po aq efektiv kundër baktereve, duke përfshirë grupin e salmonelës. Acidi askorbik (AA) ose vitamina C përdoret gjerësisht si shtesë nutriceionale në industrinë ushqimore, jo vetëm për vlerat ushqyese të tij, por edhe për kontributin shumë funksional në cilësinë e produktit. Duke vepruar si një antioksidant, acid askorbik mund të përmirësojë ngjyrën dhe qëndrueshmërinë e shumë llojeve të produkteve ushqimore. Duke atakuar oksigjenin prej mjedisit ku përdoret, acidi askorbik në formën e reduktuar kthehet në formën e tij të oksiduar, acid dehidroaskorbik. Ky veprim oksidues redukton vitaminën c. Kontakti me oksigjenin e ajrit rikthen acidin askorbik (vitaminën C) në produkt. Ai e luan shumë mirë rolin si shtesë ushqimore por dhe si antioksidant tepër efektiv (3; 4; 5; 9;10).

Në këtë punim janë trajtuar disa konservues që përdoren në konservimin e produkteve ushqimore dhe farmaceutike. Është punuar që të ketë një përcaktim të njëkohshëm të tyre me anë të teknikës HPLC/DAD. Kjo metodë rekomandohet dhe në literaturë.

METODIKA

Reagentët

Janë përdorur standarde të analitëve: benzoati i natriumit (BA), acidi sorbik (AS), acidi askorbik (AA) dhe metil-paraben (MP). Metanoli dhe acidi acetik ishin të përshtatshëm për kromatografi (Sigma Aldrich). Uji i bidistiluar u përdor për përgatitjen e të gjithë tretësirave standarde të punës në laborator.

Tretësirat standarde

U morën në analizë 500 mg nga benzoati i natriumit, acidi sorbik, acidi askorbik dhe metil-paraben dhe u tretën në 1000 ml ujë të bidistiluar. Kjo tretësirë stok (500 ppm) u përdor për të përgatitur tretësirat e punës 250 ppm, 100 ppm, 50 ppm, 25 ppm dhe 10 ppm. Këto tretësira u përdorën për të përgatitur kurbat e kalibrimit. Tretësira me përqendrim 50 ppm u injektua në aparatën HPLC/DAD për të matur absorbancat maksimale të secilit analit. U ndryshuan kushtet e eluimit në mënyrë që analitet të jenë të ndarë mirë nga njëri-tjetri. U përzgjedhën për matje këto gjatësi vale optimale: acid askorbik (280 nm), acid sorbik (280 nm), benzoat natriumi (280 nm) dhe metil paraben (210 nm). Pas përcaktimeve optimale të kushteve të eluimit, u injektuan me radhë tretësirat kalibruese. Tretësira stok dhe tretësirat standarde u ruajtën në frigorifer në +4°C.

Analiza me HPLC/DAD e konservuesëve ushqimorë

Analiza e konservuesëve në mostra të produkteve ushqimore dhe farmaceutike u realizua me anë të aparatit HP 1260 Series Chromatograph (Agilent Technologies, USA) i pajisur me degazues, injektor manual Radehon me lup 20ul, pompë kuaternare, termostat për kolonën dhe me detektor me grup diodash (DAD). Ndarja e antibiotikëve u realizua në kolonën S8 Zorbax C18 (150 mm × 4.6 mm x 0.5 um). Fazat lëvizëse të përdorura për ndarjen dhe izolimin e konservuesëve ishte tretësira

Përcaktimi i njëkohshëm i disa konservuesve ushqimorë dhe farmaceutikë me anë të HPLC/DAD

1.5% e acidi acetik dhe metanoli. Për përcaktimin e BA, AS, AA dhe MP raporti i CH_3COOH 1.5% ndryshoi nga 30% në 90% kundrejt metanolit (v/v) për 15 minuta. Matjet u realizuan në gjatësinë e valës $\lambda = 280$ nm për BA, AS, AA kurse për përcaktimin e MP matjet u realizuan në gjatësinë e valës $\lambda = 210$ nm (4;5;6;8;11;12).

Validimi i metodës

Validimi i metodës është bërë sipas Commission Decision 2002/657/EC. Parametra siç janë lineariteti, specifikiteti, precizioni, saktësia, Limiti detektimit (LOD) dhe limiti i kuantifikimit (LOQ) (5;6;8;10). Këto parametra u caktuan për gjashtë përqendrime: 500 ppm, 250 ppm, 100 ppm, 50 ppm, 25 ppm dhe 10 ppm. Çdo standard u injektua tre herë. Lineariteti u provua duke përdorur tretësira prove nga 10-50 ppm ku pritet të jetë dhe niveli i tyre në mostra reale. U bë prova për provën e bardhë (ujin e bi-distiluar të pastër dhe të fortifikuar në disa përqendrime). Disa të dhëna të validimit të metodës janë dhënë në tabelën e mëposhtme:

Tabela 1. Parametrat analitikë të përcaktimit të konservuesëve me HPLC/DAD

Konservuesi ushqimor	Gjatësia e valës (λ)	Koeficienti i korrelacionit (r)	LOD (ppm)	LOQ (ppm)
BA	280 nm	0.9988	0.22	0.61
AS	280 nm	0.9975	0.13	0.44
AA	280 nm	0.9987	0.12	0.35
MP	210 nm	0.9978	0.55	1.78

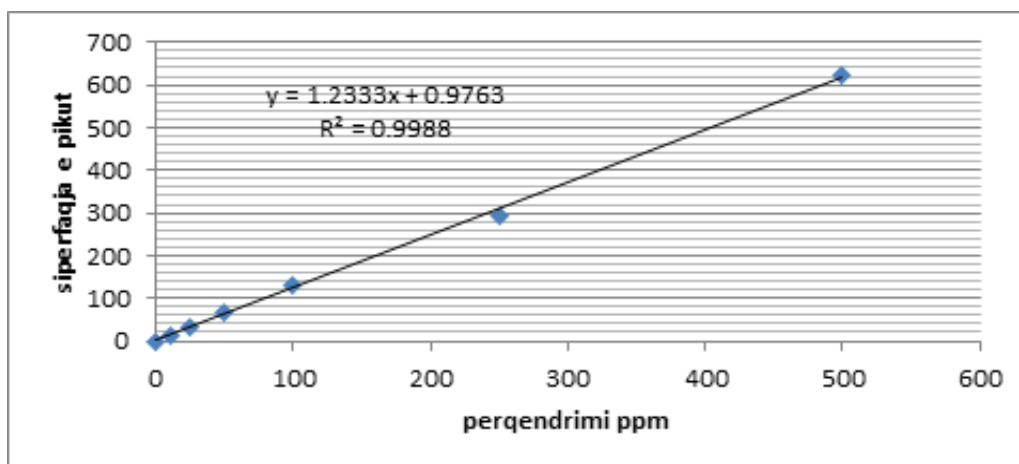


Figura 1. Kurba e kalibrimit të benzoatit të natriumit

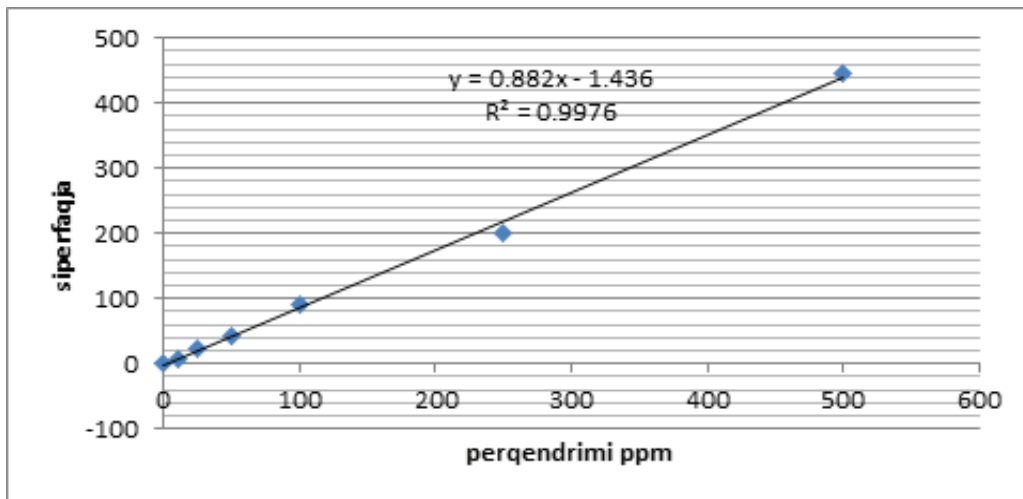


Figura 2. Kurba e kalibrimit të acidit askorbik

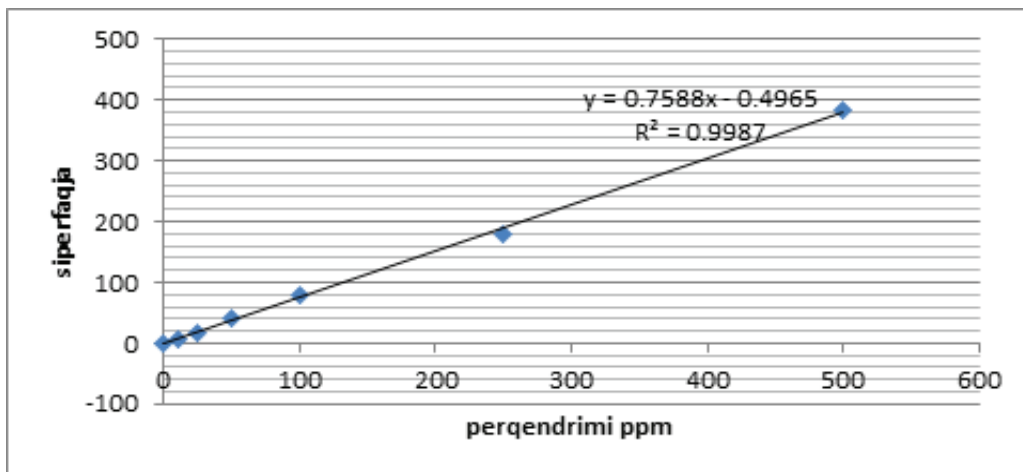


Figura 3. Kurba e kalibrimit të acidit sorbik

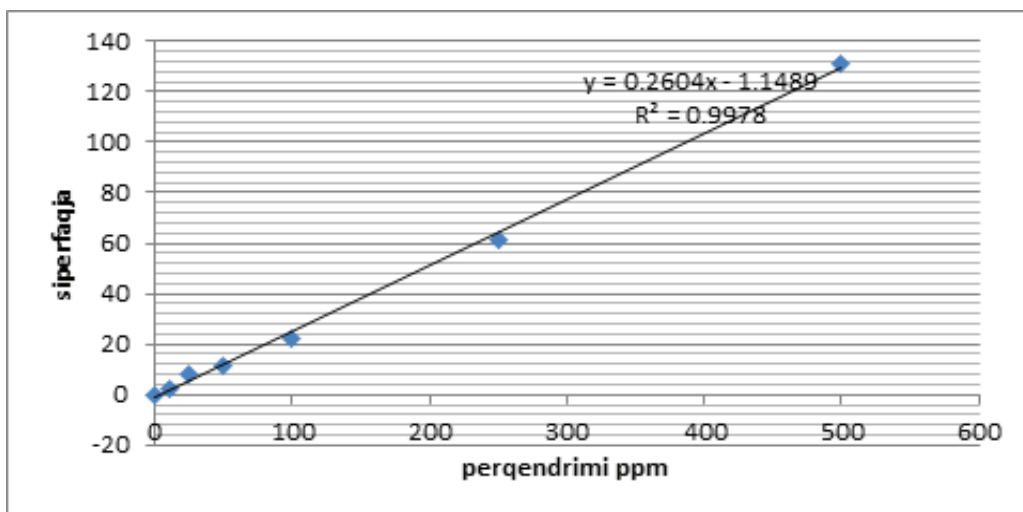


Figura 4. Kurba e kalibrimit të metil paraben

Marrja e mostrave ushqimore dhe farmaceutike

Mostrat e ushqimit u morën në mënyrë rastësore nga supermarketet e qytetit të Tiranës. U përzgjedhën gjithsej 42 mostra të ndryshme, të cilat u klasifikuan dhe u analizuan në këto grupime: pije energjike (7 mostra), pije të gazuara (9 mostra), pije pa gaz (10 mostra), birra (8 mostra), salca (3 mostra) dhe turshi (5 mostra). U përzgjedhën 7 mostra farmaceutike (5 shurup) dhe 2 krem. Këto mostra u morën në farmacitë e qytetit të Tiranës. Mostrat janë marrë në maj 2016.

Analiza e mostrave ushqimore dhe farmaceutike

25 ml mostër e lëngët (përveç salcave dhe kremit) u morën në një elenmajer. Aty u shtua 25 ml ujë i bidistiluar. Mostrat u vendosën në banjë me ultratinguj për 30 minuta për degazifikimin e tyre. Mostrave iu shtua 1.5% acid acetik (në vëllim). Të gjitha mostrat u filtruan në letër filtri Watman nr. 1 për largimin e pezullive. 10 g mostër salce dhe 5 g mostër krem u tret me 50 ml ujë të distiluar dhe pastaj u vendos në banjë me ultratinguj për 30 minuta për ekstraktimin dhe degazifikimin e tyre. Pas filtrimit, filtrati u ekstraktua me 10 ml dikormetan me teknikën lëng-lëng (L-L) duke u kryer dhe një preconcentrim i analitëve. U injektua 20 ul nga secila mostër (në tre injektive të njëpasnjëshme) në temperaturën konstante 30°C. (9;10; 12).

Rezultate

Në Tabelën 2 jepen të dhënat e marra për konservuesit e analizuar ne mostrat e pijeve me gaz. Metil parabenet nuk u detektuan në asnjë nga mostrat e marra në analizë. Figura 5 jep totalin e konservuesve të analizuar në mostrat e pijeve me gaz. Niveli më i lartë ishte për mostrën Fanta 0.33 me 346.32 ppm. Niveli më i ulët ishte për mostrën Pepsi 0.33 me 172.3 ppm. Në Figurën 6 jepen nivelet individuale të konservuesëve në secilën nga mostrat e analizuar. Niveli më i lartë ishte për Benzoatin e natriumit, acidin sorbik dhe acidin askorbik. Në asnjë nga mostrat e analizuar nuk kalohet limiti i lejuar prej 150 ppm për benzoatin e natriumit dhe 300 ppm për acidin sorbik ose për një total të tyre më të vogël se 400 ppm. Niveli i lejuar i acidit citrik në produkte ushqimore është në të gjitha rastet më i vogël se niveli i lejuar prej 2000 ppm, dhe po ashtu niveli i lejuar i acidit askorbik prej 1000 ppm nuk kalohet në asnjë mostër.

Tabela 2. Të dhënat e marra për konservuesit në pije me gaz

	Kola 0.33	Kola 1.5 L	Kola 2 L	Pepsi 0.33	Pepsi 1.5 L	Fanta 0.33	Fanta 1.5 L	Sprite 0.33	Sprite 1.5 L
AA	3.40	1.40	5.32	0.00	0.00	22.49	54.33	33.64	86.34
AS	76.32	112.32	104.30	54.23	65.32	88.13	23.43	0.00	0.00
BA	132.23	127.29	145.94	122.03	139.63	142.53	137.46	144.26	139.20
MP	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

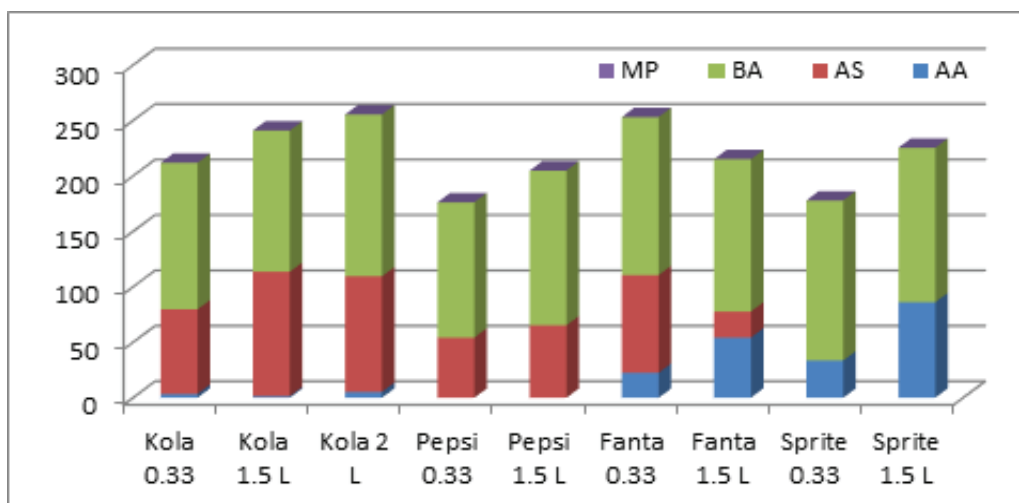


Figura 5. Totali për konservuesit (ppm) në mostrat e pijeve me gaz

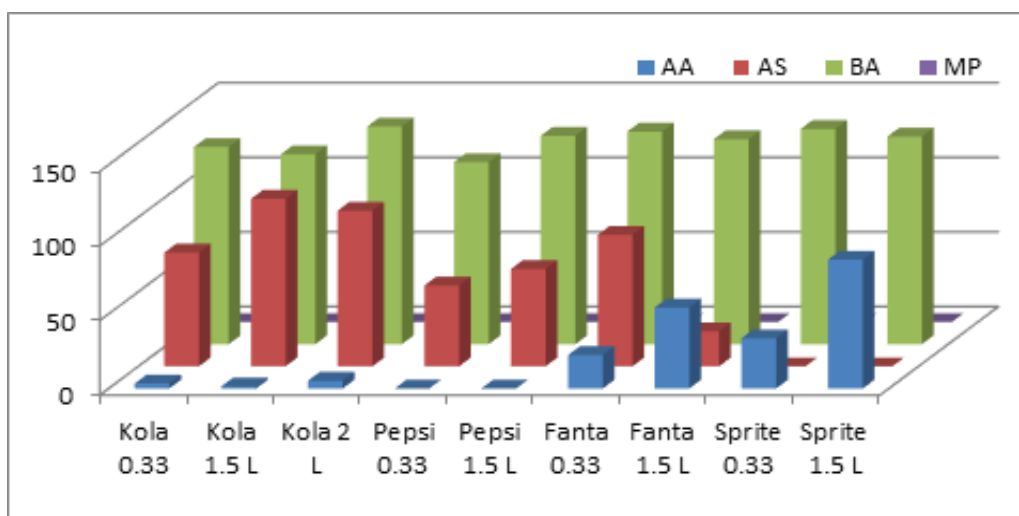
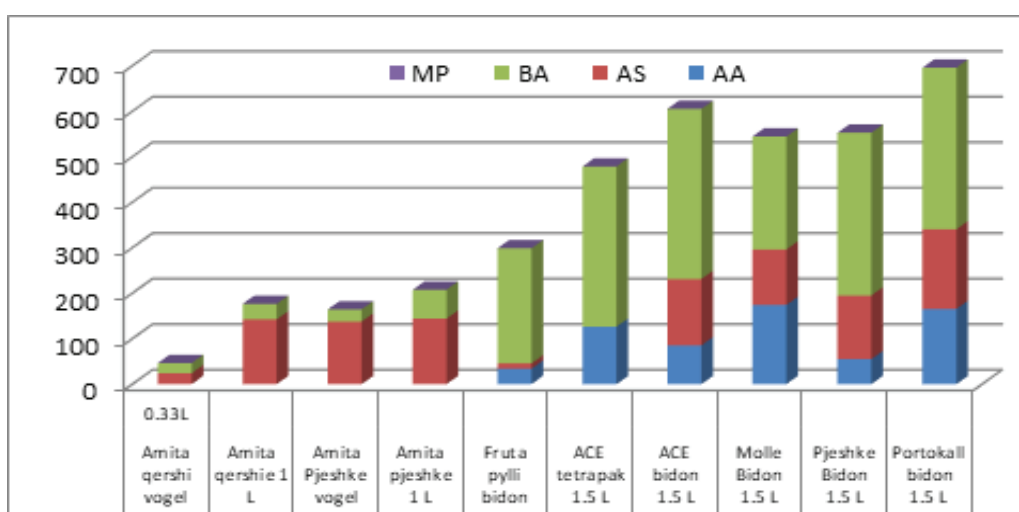
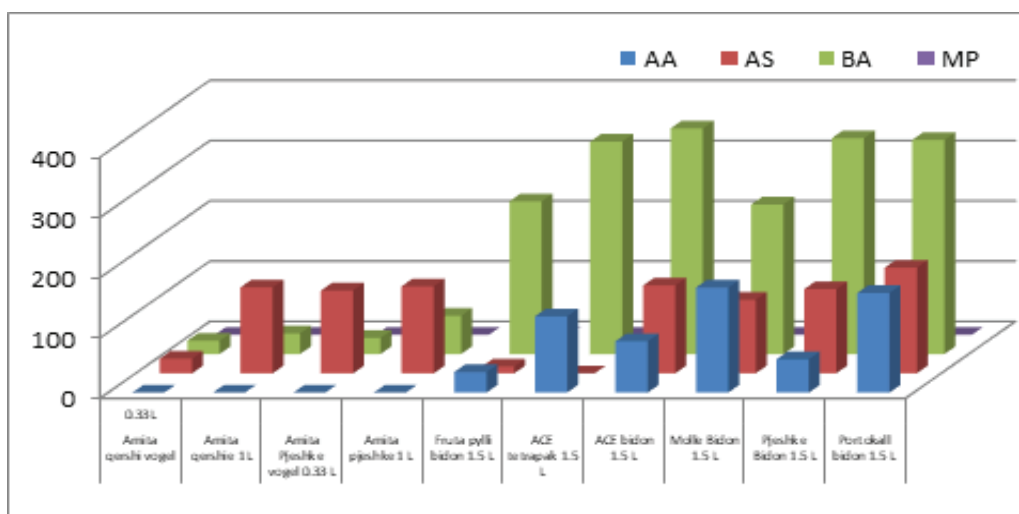


Figura 6. Konservuesit (ppm) në mostrat e pijeve me gaz

Në Tabelën 3 jepen të dhënat e marra për konservuesit e analizuar ne mostrat e pijeve pa gaz. Metil parabenet nuk u detektuan në asnjë nga mostrat e marra në analizë. Figura 7 jep totalin e konservuesëve të analizuar në mostrat e pijeve pa gaz. Niveli më i lartë ishte për mostrën Fanta 0.33 me 846.32 ppm. Niveli më i ulët ishte për mostrat e amitave me 42.3 ppm. Në Figurën 8 jepen nivelet individuale të konservuesëve në secilën nga mostrat e analizuar. Niveli më i lartë ishte për Benzoatin e natriumit, acidin sorbik dhe acidin askorbik. Në asnjë nga mostrat e analizuar nuk kalohet limiti i lejuar prej 250 ppm për benzoatin e natriumit dhe 400 ppm për acidin sorbik ose për një total të tyre më të vogël se 600 ppm. Niveli i lejuar i acidit askorbik prej 1000 ppm nuk kalohet në asnjë mostër.

Tabela 3. Të dhënat e marra për konservuesit në pije pa gaz

	Amita qershi vogel 0.33L	Amita qershie 1 L	Amita Pjeshke vogel 0.33 L	Amita pjeshke 1 L	Fruta pylli bidon 1.5 L	ACE tetrapak 1.5 L	ACE bidon 1.5 L	Molle Bidon 1.5 L	Pjeshke Bidon 1.5 L	Portokall bidon 1.5 L
AA	0.00	0.00	0.00	0.00	34.21	126.34	85.34	174.34	55.37	165.32
AS	24.32	142.53	137.46	144.26	11.43	0.00	145.94	122.03	139.63	175.30
BA	22.24	34.22	26.84	63.53	253.32	352.47	374.21	248.21	357.93	355.30
MP	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

**Figura 7. Totali për konservuesit (ppm) në mostrat e pijeve me gaz****Figura 8. Konservuesit (ppm) në mostrat e pijeve pa gaz**

Në Tabelën 4 jepen të dhënat e marra për konservuesit e analizuar ne mostrat e birrës. Acidi askorbik dhe metil parabenet nuk u detektuan në asnjë nga mostrat e marra në analizë. Figura 9

jep totalin e konservuesëve të analizuar në mostrat e birrës. Benzoati i natriumit ishte konservuesi i vetëm që u detektua. Niveli më i lartë ishte për mostrën Birrë Stela 1.5 L me 151.2 ppm. Niveli më i ulët ishte për mostrat e birrës Peja me 125.3 ppm. Në Figurën 10 jepen nivelet individuale të konservuesëve në secilën nga mostrat e analizuar. Në asnjë nga mostrat e analizuar nuk kalohet limiti i lejuar prej 250 ppm për benzoatin e natriumit.

Tabela 4. Të dhënat e marra për konservuesit në birrë

	Birra Stela 0.5	Birra Stela 1.5 L	Birra Tirana 0.5 L	Birra Tirana 1.5 L	Birra Peja 0.5 L	Birra Peja 2 L	Birra Kaon shishe	Birra Kaon 2 L
AA	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
AS	0.00	12.63	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
BA	140.34	151.23	133.12	147.32	129.32	133.04	125.23	127.03
MP	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

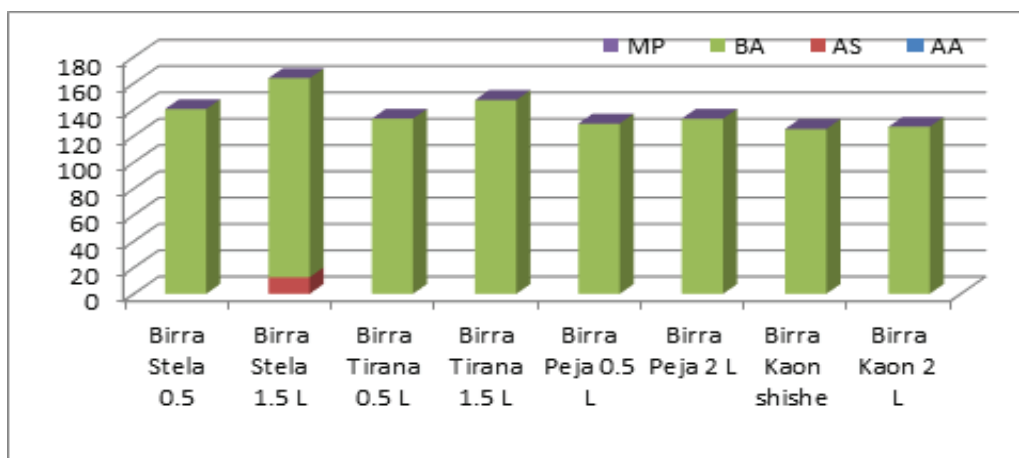


Figura 9. Totali i konservuesëve (ppm) në mostrat e pijeve pa gaz

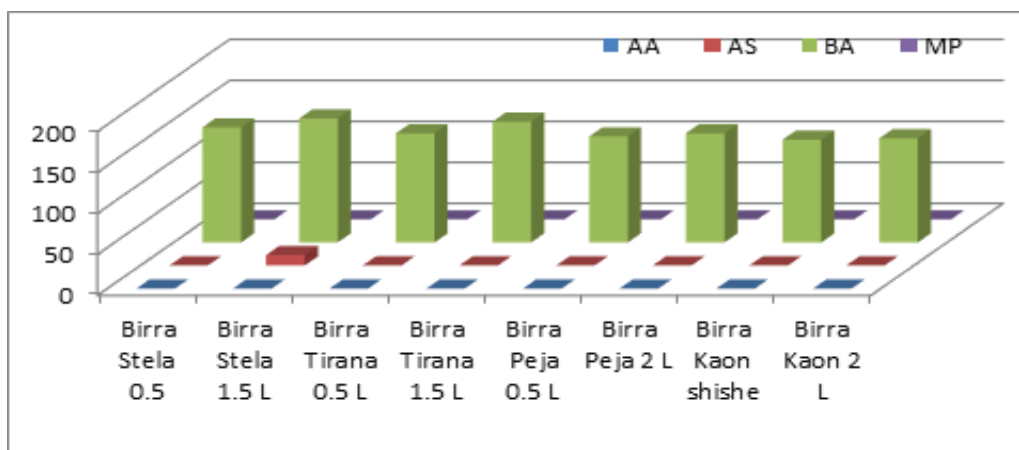


Figura 10. Konservuesit (ppm) në mostrat e birrave

Në Tabelën 5 jepen të dhënat e marra për konservuesit e analizuar ne mostrat e salcës. Acidi sorbik dhe metil parabenet nuk u detektuan në asnjë nga mostrat e marra në analizë. Figura 11 jep totalin e konservuesëve të analizuar në mostrat e salcave. Benzoati i natriumit ishte konservuesi i vetëm që u detektua në mostrat e salcës. Niveli më i lartë ishte për mostrën Ketchup me 528.3 ppm. Niveli më i ulët ishte për mostrën majonezë me 273.1 ppm. Në Figurën 12 jepen nivelet individuale të konservuesëve në secilën nga mostrat e analizuar. Në asnjë nga mostrat e analizuar nuk kalohet limiti i lejuar prej 1000 ppm për benzoatin e natriumit dhe 2000 ppm për acidin citrik.

Tabela 5. Të dhënat e marra për konservuesit në salca

	Salce domate kanoce 0.5 kg	Ketchup plastike 0.33 kg	Majoneze plastike 0.33 kg
AA	0.00	0.00	12.30
AS	0.00	0.00	0.00
BA	450.23	528.27	273.12
MP	0.00	11.26	0.00

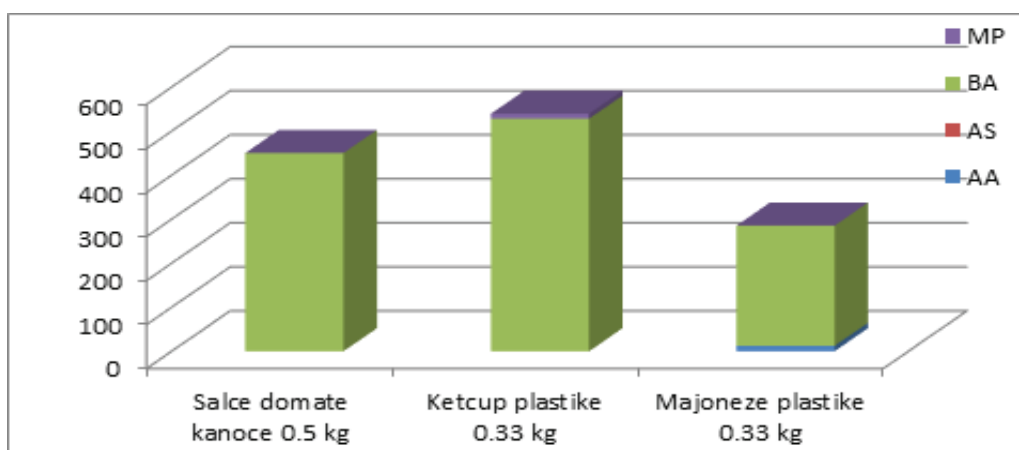


Figura 11. Totali për konservuesit (ppm) në mostrat e salcave

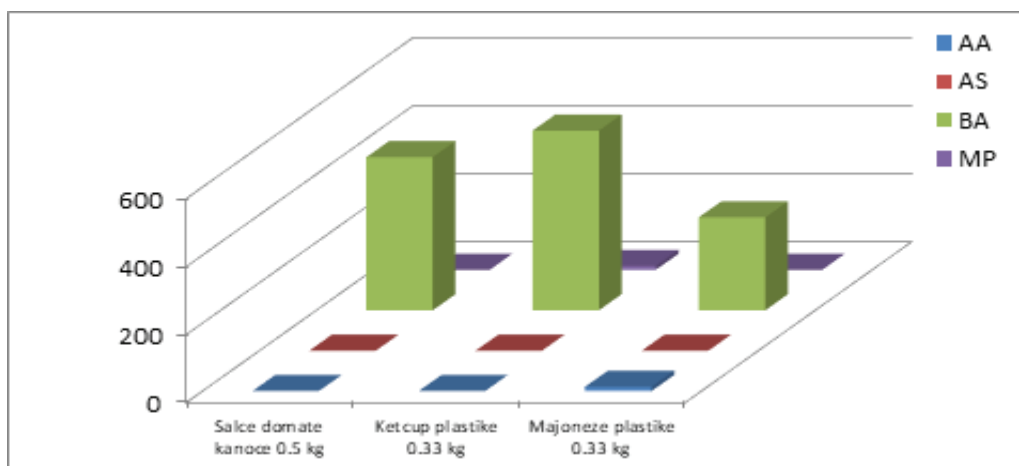


Figura 12. Konservuesit (ppm) në mostrat e salcave

Në Tabelën 6 jepen të dhënat e marra për konservuesit e analizuar në mostrat e turshive (lëngun e tyre). Acidi askorbik, acidi sorbik dhe metil parabenet nuk u detektuan në asnjë nga mostrat e marra në analizë. Figura 13 jep totalin e konservuesëve të analizuar në mostrat e turshive. Benzoati i natriumit u detektua në mostrat e turshive. Niveli më i lartë ishte për mostrën Ketchup me 528.3 ppm. Niveli më i ulët ishte për mostrën Turshi trangull e madhe me 673.1 ppm. Në Figurën 14 jepen nivelet individuale të konservuesëve në secilën nga mostrat e analizuar. Në asnjë nga mostrat e analizuar nuk kalohet limiti i lejuar prej 1000 ppm për benzoatin e natriumit dhe 2000 ppm për acidin citrik.

Tabela 6. Të dhënat e marra për konservuesit në turshi (lëngun e tyre)

	Trangull turshi e vogël	Trangull turshi e madhe	Specat e vogël	Specat e pjekur turshi	E Përzier e vogël
AA	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
AS	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
BA	240.34	351.23	333.12	253.65	178.34
MP	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

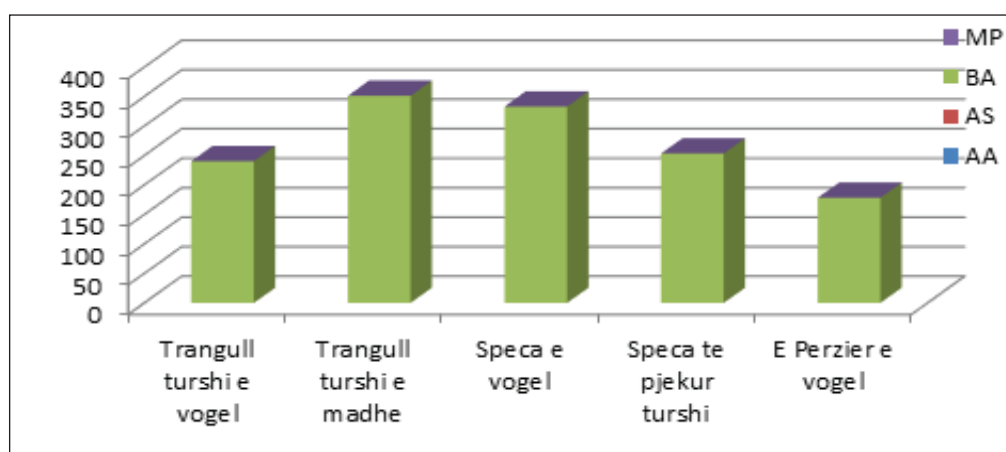


Figura 13. Totali për konservuesit (ppm) në mostrat e turshive (lëngun e tyre)

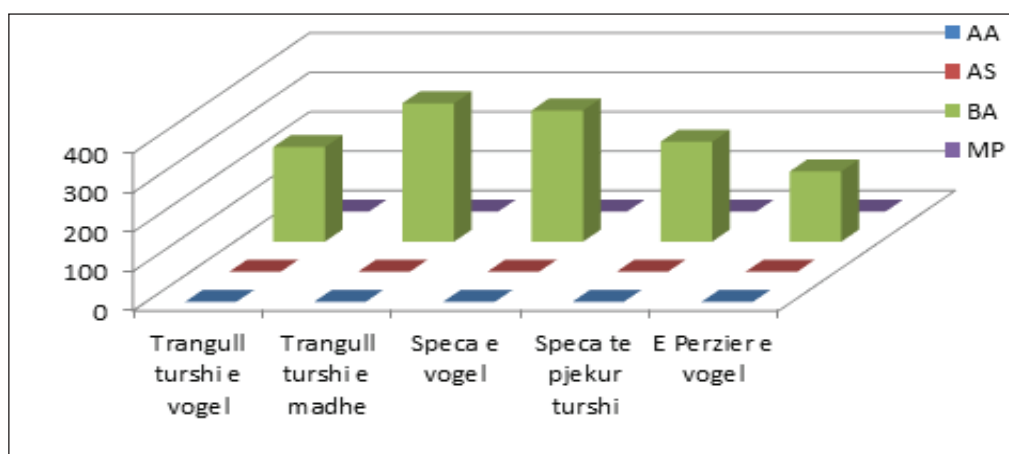


Figura 14. Konservuesit (ppm) në mostrat e turshive (lëngun e tyre)

Në Tabelën 7 jepen të dhënat e marra për konservuesit e analizuar në mostrat e farmaceutike. Acidi askorbik dhe metil parabenet nuk u detektuan në asnjë nga mostrat e marra në analizë. Figura 15 jep totalin e konservuesëve të analizuar në mostrat e birrës. Benzoati i natriumit ishte konservuesi i vetëm që u detektua. Niveli më i lartë ishte për mostrën Birrë Stela 1.5 L me 151.2 ppm. Niveli më i ulët ishte për mostrat e birrës Peja me 125.3 ppm. Në Figurën 16 jepen nivelet individuale të konservuesëve në secilën nga mostrat e analizuar. Në asnjë nga mostrat e analizuar nuk kalohet limiti i lejuar prej 250 ppm për benzoatin e natriumit.

Tabela 7. Të dhënat e marra për konservuesit në mostra farmaceutike, shurup dhe krem

	Daleron shurup	Calpol shurup	Takipirin shurup	Fer-rocin shurup	Ce-falexin shurup	Hikonsil amok-siciklinë shurup	Pikovit shurup	Krem Bebe	Krem Nivea
AA	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	20.17	0.00	0.00
AS	0.00	12.63	0.00	0.00	0.00	0.00	12.45	0.00	0.00
BA	14.34	15.23	13.12	14.32	12.32	13.04	15.23	75.23	27.03
MP	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	56.28	20.44

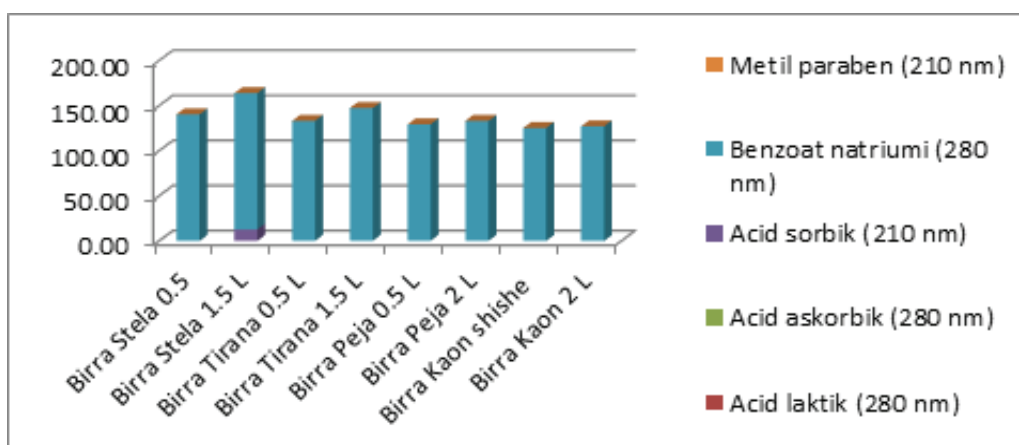


Figura 15. Totali i konservuesëve (ppm) në mostrat farmaceutike, shurup dhe krem

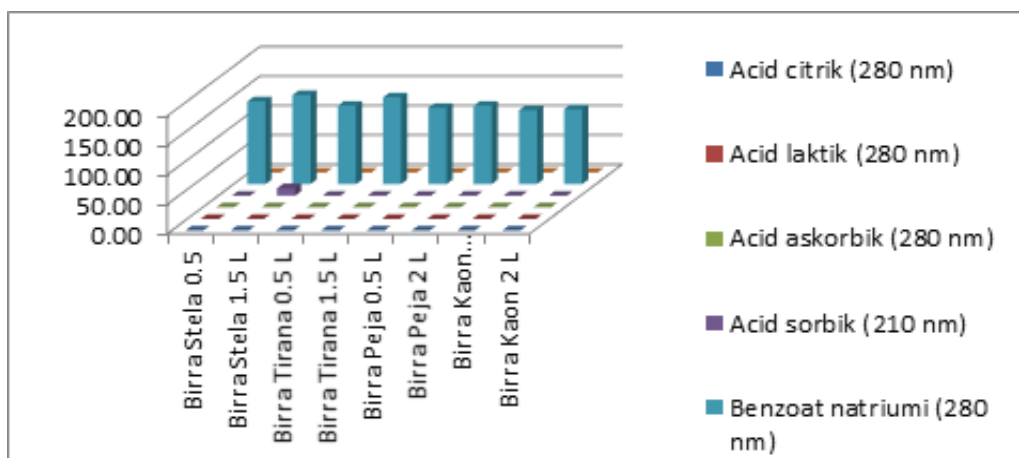


Figura 16. Konservuesit (ppm) në mostrat farmaceutike, shurup dhe krem

Diskutime

Në analizë janë marrë disa nga konservuesit ushqimorë dhe farmaceutikë me përdorim më të gjerë. Ato ishin: benzoati i natriumit (BA), acidi askorbik (AA), acidi sorbik (AS) dhe metil paraben (MP). Analiza e tyre është realizuar me teknikën HPLC/DAD. Ndarja e konservuesëve u realizua në kolonën S8 Zorbax C18 (150 mm × 4.6 mm x 0.5 μm). Fazat lëvizëse e përdorur për ndarjen dhe izolimin e antibiotikëve ishte tretësira 1.5% e acidi acetik dhe metanoli. Metodot mbi kushtet e eluimit të secilit analit u përzgjedhën nga literatura bashkëkohore (3; 4; 5; 6; 13). Pas vendosjes të parametrave analitike si në aparaturë, dhe në teknikën e trajtimit të mostrave janë marrë në analizë mostra ushqimesh dhe farmaceutike nga qyteti i Tiranës. Në asnjë nga mostrat e analizuar nuk kalohet limiti i lejuar prej 150 ppm për benzoatin e natriumit dhe 300 ppm për acidin sorbik ose për një total të tyre më të vogël se 400 ppm. Niveli i lejuar i acidit citrik në produkte ushqimore është në të gjitha rastet më i vogël se niveli i lejuar prej 2000 ppm, dhe po ashtu niveli i lejuar i acidit askorbik prej 1000 ppm nuk kalohet në asnjë mostër.

Konkluzione

Qëllimi i këtij studimi është përcaktimi i parametrave të performancës të metodës të përcaktimit të disa konservuesëve më të përdorshëm në industrinë ushqimore dhe farmaceutike me teknikën e HPLC/DAD. Teknika është bashkëkohore dhe e rekomanduar nga standardet ndërkombëtare. Me anën e teknikës HLC/DAD është e mundur analiza e konservuesëve në matrica lëng dhe të ngurta. Trajtimi i mostrave është relativisht i thjeshtë dhe i mundur për t'u realizuar në kushte me mungesa laboratorike. Kostoja e analizës është relativisht e ulët dhe koha e saj është relativisht e shkurtër. Analizën e rekomandojmë të përdoret nga laboratorët përgjegjëse të analizave të konservuesëve në ushqime dhe formulime farmaceutike. Gjithashtu, sugjerojmë që të punohet më tej për rritjen e performancës analitike duke u përdorur tretës të ndryshëm, teknika të ndryshme (injektim direkte) të trajtimit të mostrave apo dhe detektor me ndjeshmëri më të lartë dhe nivele detektimi më të ulëta si LC/MS/MS. Në asnjë nga mostrat e analizuar nuk kalohet limiti i lejuar për secilin nga konservuesit e studiuar apo për totalin e tyre.

Referenca

1. Smith G. and Shum L.H., Food Additives Data Book First Edition Blackwell Science Ltd., Iowa, USA, 2003; pp. 740-755.
2. Michael P., Davidson J., Sofos N. and Branena L., Food Sci.Tech., 2005; 143, 11.
3. Determination of Benzoate in Liquid Food Products by Reagent-Free Ion Chromatography, Application Note 165, 2012; www.dionex.com.
4. Kristina K., Birute P. and Audrius P., Isocratic HPLC Determination of Preservatives in Beverages, Vilnius University, Naugarduko 24, 2006; LT Vilnius Lithuania .
5. Survey of Preservatives in Soft Drinks- Food Survey Information Sheets, 2005; <http://www.food.gov.uk/science/surveillance/>
6. Khade V., Mirgane S., "High-performance liquid chromatography method for the analysis of sodium Benzoate" International Journal of Scientific & Engineering Research, 2014; Volume 5, Issue 10, ISSN 2229-5518.
7. Antakli S., Alahmad A. and Badinjki H., "Simultaneous Determination of Sodium Benzoate and Potassium Sorbate Preservatives in Foodstuffs Using High Performance Liquid Chromatography", Asian Journal of Chemistry, 2014; Vol. 22, No. 4 (2010), 3275-3282, ISSN 2229-5518.
8. M. S. Jankulovska 1*, L. Velkoska-Markovska 1, B. Petanovska-Ilievska1, S. Trpkovska, High-Performance Liquid Chromatography Method For Determination Of Preservatives In Beverages, Journal of Agricultural, Food and Environmental Sciences UDC, 2003; 664.8.022.3(497.2).
9. Saad Antakli, Raghad Kabani and Duha Shawa, Determination of Preservative Parabens in Oral and Injection Formulations by HPLC, Asian Journal of Chemistry; 2013; Vol. 25, No. 2, 1123-1128.
10. Małgorzata Dzięcioł, Alicja Wodnicka And Elżbieta Huzar, Analysis Of Preservatives Content In Food, Proceedings of ECOpole, 2014.
11. Rajesh M. Kamble R.M., Santosh G. Singh and Shrawan Singh, Simultaneous Determination of Preservatives (Methyl Paraben and Propyl Paraben) in Sucralfate Suspension Using High Performance Liquid Chromatography, E-Journal of Chemistry, 2010; Vol. 4, No. 1, 340-346, ISSN: 0973-4945.
12. Cornelia Petronela Ene, Elena Diacu, High-Performance Liquid Chromatography Method For The Determination Of Benzoic Acid In Beverages, U.P.B. Sci. Bull., 2009; Series B, Vol. 71, Iss. 4, ISSN 1454-2331.
13. Bahruddin Saada, Md. Fazlul Baria, Muhammad Idiris Saleha, Kamarudzaman Ahmadb, Mohd. Khairuddin Mohd. Talibb, Simultaneous determination of preservatives (benzoic acid, sorbic acid, methylparaben and propylparaben) in foodstuffs using high-performance liquid chromatography, Journal of Chromatography A, 2005; Vol. 1073393-397.



SHKENCAT SHOQËRORRE

SEKSIONI 2

