



ОРИГИНАЛЬНЫЕ СТАТЬИ

Научная статья

УДК 543.544:66

doi: 10.17308/sorpchrom.2025.25/13422

Раздельное определение содержания добавленных фосфатов методом ионной хроматографии

**Арусяк Зурабовна Испириян[✉], Светлана Викторовна Сысуева,
Юлия Станиславовна Мысина, Надежда Алексеевна Бачинская,
Ирина Сергеевна Нестеренко**

Всероссийский государственный центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов, Москва, Россия, a.ispiryan@vgnki.ru[✉]

Аннотация. Разработан межгосударственный стандарт (ГОСТ 34967-2023) раздельного определения содержания добавленных фосфатов в пищевой продукции в диапазоне измерений от 0.02 до 20.00 г/кг (г/дм³) [1]. Стандарт распространяется на пищевые продукты – молоко (включая сухое и концентрированное молоко), сливки, молодые сыры, мясо всех видов животных и птицы, мясные продукты и мясные колбасные изделия, рыбу, водных беспозвоночных и продукты, вырабатываемые из них, за исключением консервов и пресервов, и устанавливает метод ионной хроматографии с кондуктометрическим детектированием определения содержания добавленных фосфатов в форме фосфат-анионов: ортофосфат - (PO₄³⁻), пирофосфат- (P₂O₇⁴⁻), trimetafosfат- (P₃O₉³⁻), триполифосфат- (P₃O₁₀⁵⁻). Для экстрагирования добавленных фосфатов из анализируемой пробы применяли 2% раствор трифтоторуксусной кислоты, очистку экстрактов осуществляли на картриджах для твердофазной экстракции, заполненных обращенно – фазовым сорбентом (C18). Фосфаты были разделены на ионообменной хроматографической колонке DionexTM IonPacTM AS16 (250 x 4 мм) с защитной колонкой IonPacTM AG16 (50 x 4 мм) в режиме градиентного элюирования. В качестве подвижной фазы А использовали раствор гидроксида калия концентрацией 100 ммоль/дм³, подвижной фазы Б – деионизированную воду. Количественное определение проводили с помощью ионного хроматографа, включающего градиентный насос, устройство для автоматического ввода проб, генератор элюента с расходным картриджем, содержащим гидроксид калия, подавитель фоновой электропроводности, кондуктометрический детектор, терmostат хроматографической колонки, обеспечивающий температуру нагрева до (40±1)°С. Использование подавителя фоновой электропроводности позволило повысить чувствительность детектора за счет снижения фонового шума при высоких концентрациях гидроксида калия, необходимых для разделения полифосфатов. Градуировочный график линейный для ортофосфат-аниона в диапазоне от 1 до 200 мг/дм³ и от 1 до 100 мг/дм³ для пирофосфат-, trimetafosfат-, триполифосфат – анионов. Коэффициент корреляции для каждого аниона более 99.5%. Предел обнаружения для фосфат-анионов 0.01 г/кг, предел определения 0.02 г/кг.

Ключевые слова: пищевые добавки, добавленные фосфаты, ионная хроматография, контроль качества и безопасности.

Для цитирования: Испириян А.З., Сысуева С.В., Мысина Ю.С., Бачинская Н.А., Нестеренко И.С. Раздельное определение содержания добавленных фосфатов методом ионной хроматографии // Сорбционные и хроматографические процессы. 2025. Т. 25, № 5. С. 723-729. <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2025.25/13422>

Original article

Separate determination of the content of added phosphates by ion chromatography

**Arusiak Z. Ispiryan[✉], Svetlana V. Sysueva, Yulia S. Mysina,
Nadezhda A. Bachinskaya, Irina S. Nesterenko**

The Russian State Center for Animal Feed and Drug Standardization and Quality, Moscow,
Russian Federation, a.ispiryan@vgnki.ru[✉]



Abstract. Annotation. An interstate standard (GOST 34967-2023) has been developed for the separate determination of the content of added phosphates in food products in the measurement range from 0.02 to 20.00 g/kg (g/dm³) [1]. The standard applies to food products – milk (including powdered and concentrated milk), cream, young cheeses, meat of all types of animals and poultry, meat products and meat sausages, fish, aquatic invertebrates and products produced from them, with the exception of canned food and preserves, and establishes a method of ion chromatography with a conductive-classical detection of determination of the content of added phosphates in the form of phosphate anions: orthophosphate – (PO₄³⁻), pyrophosphate- (P₂O₇⁴⁻), trimetaphosphate- (P₃O₉³⁻), tripolyphosphate- (P₃O₁₀⁵⁻). A 2% solution of trifluoroacetic acid was used to extract the added phosphates from the analyzed sample, and the extracts were purified on solid-phase extraction cartridges filled with reverse-phase sorbent (C18). Phosphates were separated on an ion-exchange chromatographic column Dionex™ IonPac™ AS16 (250 x 4 mm) with a protective column IonPac™ AG16 (50 x 4 mm) in the gradient elution mode. A solution of potassium hydroxide with a concentration of 100 mmol/dm³ was used as mobile phase A, and deionized water was used as mobile phase B. The quantitative determination was carried out using an ion chromatograph, which included a gradient pump, a device for automatic sample entry, an eluent generator with a disposable cartridge containing potassium hydroxide, a background conductivity suppressor, a inductometric detector, and a chromatographic column thermostat providing a heating temperature of up to (40±1)°C. The use of a background electrical conductivity suppressor made it possible to increase the sensitivity of the detector by reducing background noise at high concentrations of potassium hydroxide necessary for the separation of polyphosphates. The calibration graph is linear for the orthophosphate anion in the range from 1 to 200 mg/dm³ and from 1 to 100 mg/dm³ for pyrophosphate, trimetaphosphate, and tripolyphosphate anions. The correlation coefficient for each anion is more than 99.5%. The detection limit for phosphate anions is 0.01 g/kg, the detection limit is 0.02 g/kg.

Keywords: food additives, added phosphates, ion chromatography, quality and safety control.

For citation: Ispiryan A.Z., Sysueva S.V., Mysina Yu.S., Bachinskaya N.A., Nesterenko I.S. Separate determination of the content of added phosphates by ion chromatography. *Sorbtionnye i khromatograficheskie protsessy. 2025. 25(5): 723-729. (In Russ.).* <https://doi.org/10.17308/sorpchrom.2025.25/13422>

Введение

Добавленные фосфаты используются в пищевой продукции для улучшения качества и сохранности продуктов, их добавляют в продукты питания в качестве регуляторов кислотности, стабилизаторов, влагаудерживающих агентов. Так, в молочной продукции фосфаты замедляют процесс окисления и увеличивают сроки годности, в мясной и рыбной продукции удерживают влагу, обеспечивают нужную консистенцию и объём. Однако, избыток фосфатов в продуктах питания может причинить вред человеческому организму. Содержание фосфатов в пищевых продуктах регламентирует ТР ТС 029/2012 [2]. Это соли ортофосфорной кислоты: фосфаты аммония (Е342), калия (Е340), кальция (Е341, Е542), магния (Е343), натрия (Е339), также пирофосфаты (Е450), триметаfosфаты (Е451), триполифосфаты (Е452). В Российской Федерации действуют:

ГОСТ 9794-2015 «Продукты мясные. Методы определения содержания общего

фосфора». Настоящий стандарт распространяется на все виды мяса, включая мясо птицы, мясные и мясосодержащие продукты и устанавливает гравиметрический и спектрофотометрический методы определения массовой доли общего фосфора.

ГОСТ 32009-2013 (ISO 13730:1996). Мясо и мясные продукты. Спектрофотометрический метод определения массовой доли общего фосфора.

ГОСТ Р 55503-2013. «Рыба, нерыбные объекты и продукция из них. Определение содержания соединений фосфора». Фотометрический метод определения ортофосфатов, полифосфатов (суммарно с пирофосфатами), общего фосфора.

ГОСТ 33500-2015 «Молоко и молочные продукты. Определение содержания фосфатов». Метод определения содержания ортофосфатов с использованием системы капиллярного электрофореза.

МУК 4.1.3217-14 Методы контроля. Химические факторы. «Определение фосфатов в пищевых продуктах и продо-



вольственном сырье». Колориметрический метод определения общего фосфора.

«Методика количественного химического анализа колбасных изделий и мясных продуктов на содержание хлоридов и фосфатов методом ионной хроматографии». Научно-технологическая компания Синтеко, Дзержинск 1997 г. Метод определения содержания ортофосфатов с использованием ионной хроматографии.

Каждый из действующих ГОСТов и методик имеет свои ограничения: не позволяет проводить раздельное определение пищевых фосфатов (ортодифосфатов, пирофосфатов, трифосфатов, полифосфатов), а также определять добавленные фосфаты в тех продуктах, которые содержат естественный фосфор (мясная и рыбная продукция).

Разработанный ГОСТ 34967-2023, регламентирующий метод определения содержания добавленных пищевых фосфатов (ортодифосфатов, пирофосфатов, трифосфатов, полифосфатов) по отдельности и в комбинации согласно требованиям ТР ТС 029/2012, расширит возможности аккредитованных лабораторий по контролю качества и безопасности сырья и пищевой продукции животного происхождения.

Экспериментальная часть

Для приготовления растворов использовали кислоту трифтормускусную (Scharlau, 99.9%), калия гидроксид (ГОСТ 24363 х.ч.), натрия гидроксид (ГОСТ 4328, х.ч.). В качестве образцов сравнения использовали ортофосфат натрия двенадцативодный ($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, CAS 7722-88-5), пирофосфат натрия ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, CAS 7722-88-5), trimetafosfat натрия ($\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_9$, CAS 7785-84-4), триполифосфат натрия ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, CAS 7758-29-4). Для получения дейонизированной воды использовали систему подготовки воды Sartorius arrium mini (Sartorius, Германия). В работе использовали ионный хроматограф

Dionex ICS-5000 с кондуктометрическим детектором, включающий градиентный насос, автосampler, генератор элюента с расходным картриджем, содержащим раствор гидроксида калия с концентрацией 22.4%, кондуктометрический детектор с сигнальным диапазоном до 15 000 мкСм (μS), подавитель фоновой электропроводности элюента, термостат хроматографической колонки, обеспечивающий температуру нагрева до $40 \pm 1^\circ\text{C}$. Для подготовки проб и стандартных растворов пользовались весами электронными лабораторными DL-1200 (A&D Company, Япония) и Discovery DV-214C (Ohaus, США), аналитической мельницей A11 basic (IKA, Германия), встряхивателем Вортекс ReaxControl (Heidolph, Германия), центрифугой Multifuge 3S-R (Thermo Fisher Scientific, США), центрифугой Allegra X-15R (Beckman COULTER, США), ультразвуковой баней S30H (Elmasonic, Германия), одноканальными дозаторами переменного объема (Biohit, Финляндия), картриджами для твердофазной экстракции вместимостью не менее 3 см³, заполненными обращенно-фазовым сорбентом C18 с частицами диаметром не более 50 мкм, фильтрами нейлоновыми шприцевыми с размером пор 0.45 мкм OlimPeak (Teknokroma, Испания). В качестве подвижной фазы А использовали раствор гидроксида калия с концентрацией 100 ммоль/дм³, который готовили автоматически с помощью генератора элюента и программного обеспечения. В качестве подвижной фазы Б использовали дейонизированную воду. Для разделения фосфатов использовали ионообменную колонку Dionex™ IonPac™ AS16 4x250 мм с защитной колонкой IonPac™ AG16 и устанавливали следующие параметры рабочих режимов хроматографического разделения: температура термостата колонки 35°C , скорость потока подвижной фазы 1.2 см³/мин, объем вводимой пробы 1666 мкл. Градиентный режим подачи подвижной фазы установили следующий:



0.0 мин (30% Б), 8.0 мин (30% Б), 17 мин (60% Б), 26.5 мин (60% Б), 35 мин (30%Б).

Исходные стандартные растворы C_0 с массовыми концентрациями фосфат-анионов 1000 мг/дм³ готовили из навесок образцов сравнения в деионизированной воде. Градуировочные растворы готовили путем последовательного разбавления исходных растворов до концентраций 200, 100, 50, 25, 10, 5, и 1 мг/дм³. Для замедления гидролиза полифосфатов, а также остановки роста микроорганизмов, которые могут разрушать анионы фосфатов в стандартные растворы добавляли 0.125 см³ раствора гидроксида калия с концентрацией 8 моль/дм³[3].

Для каждого аналита устанавливали линейную градуировочную характеристику как зависимость массовой концентрации от площади пика. Градуировочный график линейный для ортофосфат-аниона в диапазоне от 1 до 200 мг/дм³ ($y=0.0989x$) и от 1 до 100 мг/дм³ для пироfosfat ($y=0.1135x$), trimetafosfat ($y=0.1231x$), tripolifosfat ($y=0.1043x$) – анионов. Коэффициент корреляции для каждого аниона более 99.5%. Хроматограмма градуировочного раствора представлена на рис.1(а). Предел обнаружения для фосфат-анионов 0,01 г/кг, предел определения 0,02 г/кг.

Экстракцию фосфатов из пищевых продуктов проводили с помощью 2% раствора трифтормукусной кислоты. Для предотвращения загрязнения хроматографической колонки и сохранения её эффективности экстракты очищали с помощью картриджей для твердофазной экстракции, заполненных обращенно-фазовым сорбентом C18 (Copure TM).

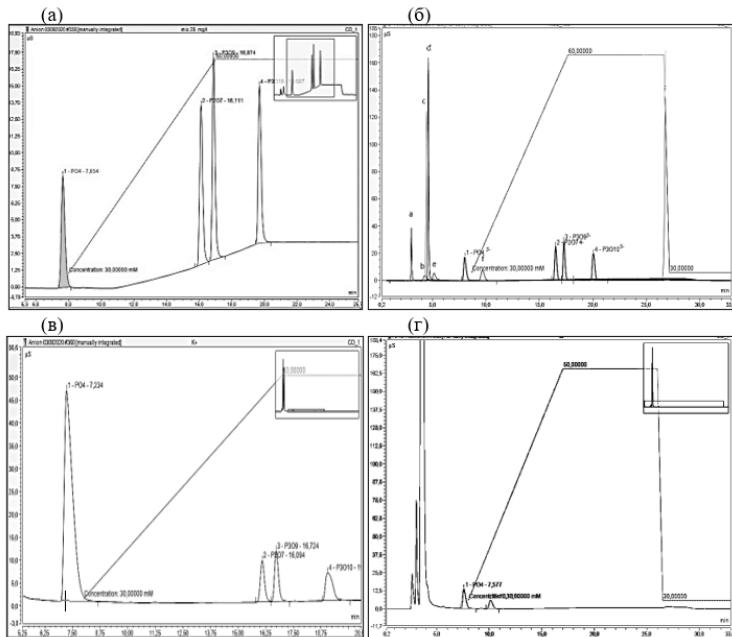
Обсуждение результатов

Ионная хроматография – самый распространённый метод разделения анионов. Условия, предложенные в работах [3-7] для разделения фосфат-анионов оказались для нас неприемлемы из-за низкой скорости потока подвижной фазы,

температуры термостата колонки и приведенных параметров градиентного элюирования. Для разделения ортофосфат-, пироfosfat-, trimetafosfat-, tripolifosfat-анионов мы применили анионно-обменную колонку DionexTM IonPacTM AS16 4x250 мм с защитной колонкой IonPacTM AG16 4x50 мм. При оптимизации процесса разделения фосфат - анионов мы использовали различные режимы элюирования, температуру термостата колонки, концентрацию и скорость подачи подвижной фазы (100 ммоль/дм³ KOH). В изократическом режиме элюирования, скорости подачи подвижной фазы от 0.6 до 1.2 см³/мин, температуре термостата колонки 30 °C и концентрации KOH от 25 до 30%, полностью отсутствовало удерживание компонентов. При изократической подаче подвижной фазы (30% KOH), температуре термостата колонки 35 °C и скорости подачи элюента 1.2 см³/ мин возможно определение только ортофосфат-аниона. Для разделения остальных фосфат-анионов необходима более высокая концентрация KOH. В результате экспериментов установили, что для селективного разделения всех четырёх фосфат-анионов необходимы градиентное элюирование подвижной фазы, оптимальная температура термостата колонки (35°C) и скорость подачи элюента (1.2 см³/мин).

Линейность устанавливали путем последовательного разбавления исходного смешанного стандартного раствора фосфат-анионов.

При оптимизации процесса подготовки образцов для экстракции фосфатов использовали деионизованную воду, ацетонитрил, раствор гидроксида натрия (50 ммоль/дм³), 2% трифтормукусную и 3% уксусную кислоты [3-7]. При извлечении фосфатов деионизированной водой и раствором гидроксида натрия растворы оставались мутными и требовали дальнейшей очистки от белков. При извлечении ацетонитрилом извлечение фосфатов



(а) Хроматограмма градуировочного раствора с концентрацией 25 мг/дм³.
(б) Результат хроматографического разделения различных анионов. 1 – PO_4^{3-} , 2 – $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$, 3 – $\text{P}_3\text{O}_9^{3-}$, 4 – $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$; а – хлорид-ион, б – бензоат-ион, в – нитрит-ион, д – нитрат-ион, е – сорбат-ион, ф – цитрат-ион. (в) Хроматограмма колбасы копченой, содержащей фосфат-анионы. (г) Хроматограмма молока, содержащего ортофосфат анион.

Fig. (a) Chromatogram of a calibration solution with a concentration of 25 mg/dm³. (b) The result of chromatographic separation of various anions. 1 – PO_4^{3-} , 2 – $\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$, 3 – $\text{P}_3\text{O}_9^{3-}$, 4 – $\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$; a – chloride ion, b – benzoate ion, c – nitrite ion, d – nitrate ion, e – sorbate ion, f – citrate ion. (c) Chromatogram of smoked sausage containing phosphate anions.
(d) Chromatogram of milk containing orthophosphate anion.

Таблица. Показатели точности и прецизионности метода при определении содержания фосфат – анионов в диапазоне измерений от 0.02 до 20.00 г/кг (г/дм³)

Table. Parameters of the accuracy and precision of the method in determining the content of phosphate anions in the measurement range from 0.02 to 20.00 g/kg (g/dm³)

Аналит	Значение относительной расширенной неопределенности U_i , %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное стандартное отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Предел повторяемости r , %
Ортофосфат-анион (PO_4^{3-})	12	2	6	6
Пирофосфат-анион ($\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$)	20	3	10	9
Триметаfosфат-анион ($\text{P}_3\text{O}_9^{3-}$)	26	3	13	9
Триполифосфат-анион ($\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$)	30	4	15	12

было меньше 40% из-за плохой растворимости фосфатов в ацетонитриле, а 3% уксусной кислотой – 65%. Наилучшие пока-

затели извлечения (более 80%) были получены при экстракции 2% трифторуксусной кислотой.



Переработанные продукты из мяса, молока и рыбы часто содержат хлориды, нитраты, а также бензойную, сорбиновую и лимонную кислоты. Градиентный режим подачи подвижной фазы позволил разделить эти анионы от фосфат-анионов. Результаты хроматографического разделения представлены на рис.1 (б). Хроматограмма колбасы копченой, содержащей фосфат-анионы представлена на рис.1 (в). Хроматограмма молока, содержащего ортофосфат-анион представлена на рис.1 (г).

Для установления метрологических характеристик определяли массовые доли фосфат-анионов в различных образцах с добавками. Установленный в настоящем стандарте метод обеспечивает выполнение измерений содержания фосфат-анионов с относительной расширенной неопределенностью результатов измерений (при коэффициенте охвата $k=2$), указанной в таблице.

Список литературы/References

1. GOST 34967-2023 Produkty' pishhev'y'e. Razdel'noe opredelenie so-derzhaniya dobavlennyy'x fosfatov metodom ionnoj xromatografii. (In Russ.)
2. Tekhnicheskij reglament Tamozhennogo soyuza TR TS 029/2012 Trebova-niya bezopasnosti pishhevyy'x dobavok, aromatizatorov i texnologicheskix vspomoga-tel'ny'x sredstv. Prinyat Resheniem Soveta Evrazijskoj ekonomicheskoj komissii ot 20 iyulya 2012 goda № 58. Rezhim dostupa: <https://docs.cntd.ru/document/902359401> (In Russ.)
3. Chantarasukon C., Tukkeeree S., Rohrer J. *Application Note 1007*. <https://apps.thermoscientific.com/media/cmd/Chromatography/Nurture/asset/2B.%20AN%201007%20Tri-Phosphates%20in%20Shrimp.pdf>
4. Determination of Polyphosphates Using Ion Chromatography. *Dionex, Application Update* 172: 1-7. <https://documents.thermofisher.com/TFS-Assets/CMD/Application-Notes/AU-172-IC-Polyphosphates-LPN2496-EN.pdf>
5. Xie Hai-Hua, Guo Lan, Yan Aiping, Liu Fan, Wan Yiqun. *J. of Liquid Chromatography & Related Technologies*, 2020; 43 (17-18): 1-7. <https://doi.org/10.1080/10826076.2020.1811726>
6. Iammarino M., Haouet N., Di Taranto A., Berardi G., Benedetti F., Di Bella S., Chiaravalle A. E.. *Food Chemistry*, 2020; 325: 126937. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126937>
7. Iammarino M., Di Taranto A. *Eur Food Res Technol.* 2012; 235: 409-417. <https://doi.org/10.1007/s00217-012-1766-z>

Информация об авторах / Information about the authors

А.З. Испирян – Старший научный сотрудник, «Всероссийский государственный центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»), Москва, Россия, e-mail: a.ispiryan@vgnki.ru

С.В. Сысуева – Главный специалист, «Всероссийский государственный центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных

Заключение

Разработанный ГОСТ 34967 распространяется на пищевые продукты и устанавливает определение содержания добавленных фосфатов в форме фосфат-анионов: ортофосфат - (PO_4^{3-}), пирофосфат- ($\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$), trimetafosfat- ($\text{P}_3\text{O}_9^{3-}$), триполифосфат- ($\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$) в диапазоне измерений от 0.02 до 20.00 г/кг (г/дм³) методом ионной хроматографии с кондуктометрическим детектированием. Подобраны хроматографические условия, позволяющие селективно устанавливать уровень фосфат-анионов при их одновременном содержании в пищевых продуктах.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет известных финансовых конфликтов интересов или личных отношений, которые могли бы повлиять на работу, представленную в этой статье.

- A.Z. Ispiryان – Senior Researcher, All-Russian State Center for Quality and Standardization of Medicines for Animals and Feed (FSBI VGNKI), Moscow, Russia, e-mail: a.ispiryan@vgnki.ru
- S.V. Sysueva – Chief Specialist, All-Russian State Center for Quality and Standardization of Medicines for Animals and Feed (FSBI VGNKI), Moscow, Russia, e-mail: sysueva@vgnki.ru



и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»), Москва, Россия, e-mail: sysueva@vgnki.ru

Ю.С. Мысина – Научный сотрудник, «Всероссийский государственный центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»), Москва, Россия, e-mail: y.mysina@vgnki.ru

Н.А. Бачинская – Главный специалист, «Всероссийский государственный центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов» (ФГБУ «ВГНКИ»), Москва, Россия, e-mail: n.bachinskaya@vgnki.ru

И.С. Нестеренко – к.х.н., заведующий отделением фармакологических лекарственных средств, безопасности пищевой продукции и кормов, Всероссийский государственный центр качества и стандартизации лекарственных средств для животных и кормов, Москва, Россия, e-mail: nesterenko@vgnki.ru

Yu.S. Mysina – Researcher, All-Russian State Center for Quality and Standardization of Medicines for Animals and Feed (FSBI VGNKI), Moscow, Russia, e-mail: y.mysina@vgnki.ru

N.A. Bachinskaya – Chief Specialist, All-Russian State Center for Quality and Standardization of Medicines for Livestock and Feed (FSBI VGNKI), Moscow, Russia, e-mail: n.bachinskaya@vgnki.ru

I.S. Nesterenko – PhD, Head of the Department of Pharmacological Medicines, Food and Feed Safety, All-Russian State Center for Quality and Standardization of Medicines for Animals and Feed, Moscow, Russia, e-mail: nesterenko@vgnki.ru

Статья поступила в редакцию 28.07.2025; одобрена после рецензирования 19.11.2025; принята к публикации 26.11.2025.

The article was submitted 28.07.2025; approved after reviewing 19.11.2025; accepted for publication 26.11.2025.