



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 114235

(13) C2

(51) МПК

G01N 30/14 (2006.01)

G01N 1/34 (2006.01)

G01N 1/40 (2006.01)

G01N 33/03 (2006.01)

B01D 15/08 (2006.01)

B01D 15/42 (2006.01)

B01D 11/02 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21)	Номер заявки:	а 2015 09124	(56)	Перелік документів, взятих до уваги експертизою: Кіщенко В.А. Визначення воску і соскоподібних сполук методом високотемпературної хроматографії /В.А. Кіщенко // Інтегровані технології та енергозбереження. - 2014. - №1. - С. 106-112 ДСТУ 4602:2006. Олії. Методи визначення соскоподібних речовин. Введ. 01.01.2008. - К.: Держспоживстандарт України, 2007. - 7 с. - (Держ. стандарти України) Гюлушанян А.П. Разработка способа повышения полярных свойств сопутствующих веществ и технологии их удаления из растительных масел: автореф. дис... канд. тех. наук: 18.12.2007 / А.П. Гюлушанян: Кубанский государственный технический университет. - Краснодар. - 2007. - 27 с. Низаметдинов А.М. Метод количественного определения содержания восков в растительных маслах / А.М. Низаметдинов [и др.] // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. - 2013. - Т. 15. - № 4. - С. 42-46 RU 2522239 C2, 10.07.2014 CN 104165821 A, 26.11.2014
(22)	Дата подання заявки:	22.09.2015		
(24)	Дата, з якої є чинними права на винахід:	10.05.2017		
(41)	Публікація відомостей про заявку:	10.10.2016, Бюл.№ 19		
(46)	Публікація відомостей про видачу патенту:	10.05.2017, Бюл.№ 9		
(72)	Винахідник(и): Осейко Микола Іванович (UA), Левчук Ірина Володимирівна (UA), Кіщенко Володимир Анатолійович (UA), Романовська Тетяна Іванівна (UA)			
(73)	Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ, вул. Володимирська, 68, м. Київ-33, 01601 (UA)			

(54) СПОСІБ ХРОМАТОГРАФІЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ВОСКОПОДІБНИХ РЕЧОВИН

(57) Реферат:

Винахід належить до аналітичної хімії і може бути використаний у харчовій, олієжировій, ефіроолійній, парфумерно-косметичній галузях промисловості. Спосіб хроматографічного визначення воскоподібних речовин включає підготовку колонки з сорбентом, промивку колонки гексаном, твердофазну екстракцію проби в колонці сумішшю гексану з хлороформом, упарювання екстракту, розчинення упареного залишку у розчиннику з наступним газохроматографічним розділенням проби, ідентифікацією і кількісним визначенням воскоподібних речовин, при цьому воскоподібні речовини екстрагують сумішшю гексану з хлороформом у співвідношенні за об'ємом від 8:2 до 6:4 зі швидкістю потоку 0,6-1,2 см³/хв., як сорбент використовують силікагель, а сухий залишок після упарювання екстракту розчиняють у

UA 114235 C2

хлороформі. Запропонований спосіб є доступним, дозволяє виключити використання азотнокислого срібла, отримувати якісний екстракт та повну інформацію щодо вмісту воскоподібних речовин у пробі.

Винахід стосується аналітичної хімії і може бути використаний у харчовій, олієжировій, ефіроолійній, парфумерно-косметичній та суміжних галузях промисловості й Агропромислового комплексу.

Прототипом винаходу є спосіб хроматографічного визначення воскоподібних речовин в оліях (ДСТУ 4002:2006 Олії. Методи визначення воскоподібних речовин).

Згідно з прототипом підготовка проби для хроматографічного визначення воскоподібних речовин виконується наступним чином.

Вилучення воскоподібних речовин з олії проводиться твердофазною екстракцією з використанням сорбента і органічних розчинників. Далі виконується газохроматографічне розділення підготовленої проби, ідентифікація і кількісне визначення воскоподібних речовин.

У скляну хроматографічну колонку вміщують 5 г 10 % розчину азотнокислого срібла (AgNO_3) у кізельгелі і від 10 г до 15 г кізельгелю-60. Після наповнення колонку промивають гексаном від 40 см^3 до 50 см^3 .

У наважку олії від 4,0 г до 4,5 г додають 3 см^3 внутрішнього стандарту і отриману суміш розбавляють 10 см^3 суміші гексану з хлороформом у співвідношенні 90:10. Розмішують до отримання однорідного розчину.

У підготовлену колонку вносять 2 см^3 цього розчину. Пробу в колонці екстрагують сумішшю гексану з хлороформом у співвідношенні 90:10. Спочатку 10 хв. зі швидкістю потоку $1,8 \text{ см}^3/\text{хв.}$, потім із більшою швидкістю тривалістю до 160 хв. Отриманий екстракт упарюють. Підготовлена проба вводиться у хроматограф.

Недоліком прототипу є: необхідність використання розчину азотнокислого срібла; необхідність зберігання й утилізації відпрацьованого сорбента з азотнокислим сріблом; недостатня ефективність умов вилучення воскоподібних речовин із вихідної проби; підвищені загальні витрати щодо пробопідготовки і хроматографічного аналізу проб.

Задачею запропонованого способу хроматографічного визначення воскоподібних речовин є: використання нових умов вилучення воскоподібних речовин із вихідної проби рослинної олії; зниження загальних витрат щодо пробопідготовки і хроматографічного аналізу проб.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб хроматографічного визначення воскоподібних речовин передбачає нові умови підготовки проб, що досліджуються.

Згідно з винаходом визначення воскоподібних речовин в олії виконується твердофазною екстракцією. Воскоподібні речовини екстрагують сумішшю гексану з хлороформом у співвідношенні від 8:2 до 6:4 зі швидкістю потоку $0,6\text{-}1,2 \text{ см}^3/\text{хв.}$, які сорбент використовують силікагель, а сухий залишок після упарювання екстракту розчиняють у хлороформі. Підготовлена проба вводиться у хроматограф.

Причинно-наслідковий зв'язок між запропонованими в способі ознаками і очікуваним технічним результатом полягає в наступному.

Воскоподібні речовини є супутніми компонентами олієжирової сировини, пресових і екстракційних олій, окремих жирів і олієжировмісних продуктів, наприклад вовняного жиру, ланоліну, гідратованих і рафінованих рослинних олій, фармацевтичних і косметичних продуктів тощо.

Проблема технохімічного і вихідного контролю вмісту воскоподібних речовин є актуальною у зв'язку: з сертифікацією підприємств харчової, косметичної й інших галузей й АПК у систем безпеки ISO 22000: 2005; з експортними поставками рослинних олій; необхідністю удосконалення технології виморожування (вінтеризації) рослинних олій; забезпеченням вітчизняних споживачів якісними, безпечними і конкурентоспроможними продуктами.

Актуальною задачею є розробка доступного способу визначення воскоподібних речовин, який дозволить отримувати повну інформацію щодо вмісту воскоподібних речовин у пробі.

Запропонований спосіб хроматографічного визначення воскоподібних речовин у пробі олії або оліє жирового продукту дозволяє отримати якісний екстракт воскоподібних речовин для хроматографічного визначення.

Суть способу. Процес вилучення воскоподібних речовин із вихідної проби виконується наступним чином.

У скляну хроматографічну колонку вміщують 15 г підготовленого силікагелю дисперсністю 60-200 мкм. Після наповнення колонку промивають від 25 см^3 до 35 см^3 гексану.

Вихідну пробу олії при перемішуванні нагрівають до повного розчинення кристалів воскоподібних речовин. В наважку олії від 4,0 г до 4,5 г додають 3 см^3 внутрішнього стандарту і отриману суміш розбавляють 10 см^3 суміші гексану з хлороформом у співвідношенні 70:30. Розмішують до отримання однорідного розчину. Наносять 2 см^3 цього розчину в хроматографічну колонку.

Воскоподібні речовини з колонки екстрагують (елюють) 160 см³ суміші гексану з хлороформом у співвідношенні від 8:2 до 6:4 зі швидкістю потоку 0.6...1.2 см³/хв... Елюат збирають у ротаційну колбу ємністю 250 см³. Перед використанням колбу обполіскують невеликими порціями хлороформу.

5 Відганяють суміш гексану з хлороформом на ротаційному випарнику за температури 60 °C під вакуумом до сухого залишку.

10 Сухий залишок із ротаційної колби кількісно переносять хлороформом у маленьку колбу для відгонки (заздалегідь промиту хлороформом). Отриманий розчин знову відганяють практично до сухого залишку (від 0,1 см³ до 0,5 см³) і перерозчиняють у 1 см³ хлороформу. Підготовлена проба вводиться у хроматограф.

Приклади здійснення способу щодо впливу умов способу на якість підготовки проб наведено у табл. 1 і 2.

15 З даних табл. 1 видно, що при твердофазній екстракції у співвідношеннях, що заявляються, у верхньому (приклад 2) і нижньому (приклад 4) значенні вилучення воскоподібних речовин із проби в екстракт є задовільними. Оптимальним (раціональним) вилученням воскоподібних речовин є співвідношення, що наведено у прикладі 3. При збільшенні або зменшенні співвідношення гексану до хлороформу (приклади 1 і 5 відповідно) вилучення воскоподібних речовин із проби в екстракт є незадовільним.

20 З даних табл. 2 видно, що якісна підготовка проби забезпечується при швидкості потоку суміші гексану з хлороформом (елюату) через колонку 0,6...1,2 см³/хв. (приклади 2-4).

Оптимальним (раціональним) вилученням воскоподібних речовин є співвідношення, що наведено у прикладі 3. При збільшенні або зменшенні співвідношення швидкості потоку суміші гексану з хлороформом (елюату) через колонку (приклади 1 і 5 відповідно) вилучення воскоподібних речовин незадовільне.

25 На кресл. наведена хроматограма проби екстракту, отриманого за раціональних умов (приклад 3 табл. 1 та приклад 3 табл. 2) з соняшникової олії.

30 Технічним результатом є розробка способу хроматографічного визначення воскоподібних речовин у рослинних оліях і олієжирових продуктах. Запропонований спосіб є доступним, дозволяє виключити використання азотнокислого срібла, отримувати якісний екстракт та повну інформацію щодо вмісту воскоподібних речовин у пробі.

Таблица 1

Вплив співвідношення гексану і хлороформу на якість підготовки проби

№ прикладу	Співвідношення гексану і хлороформу	Висновки
1	9:1	Вилучення воскоподібних сполук із проби в екстракт не задовільне. Воскоподібні сполуки вилучаються недостатньо
2	8:2	Вилучення воскоподібних сполук із проби в екстракт є задовільним
3	7:3	Вилучення воскоподібних сполук із проби в екстракт є оптимальним
4	6:4	Вилучення воскоподібних сполук в екстракт є задовільним
5	5:5	Вилучення воскоподібних сполук не задовільне. В екстракт потрапляють супутні аналіти (сполуки)

Таблиця 2

Вплив швидкості потоку суміші гексану зі
хлороформом (елюату) при їх співвідношенні 7:3 на якість підготовки проби

№ прикладу	Швидкість потоку суміші гексану зі хлороформом, см ³ /хв	Висновки
1	0,5	Вилучення воскоподібних сполук із проби в екстракт не задовільне. Воскоподібні сполуки вилучаються недостатньо
2	0,6	Вилучення воскоподібних сполук із проби в екстракт є задовільним
3	0,9	Вилучення воскоподібних сполук із проби в екстракт є оптимальним
4	1,2	Вилучення воскоподібних сполук в екстракт є задовільним
5	1,3	Вилучення воскоподібних сполук не задовільне. Збільшується витрата елюату, в екстракт потрапляють супутні аналіти (сполуки)

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

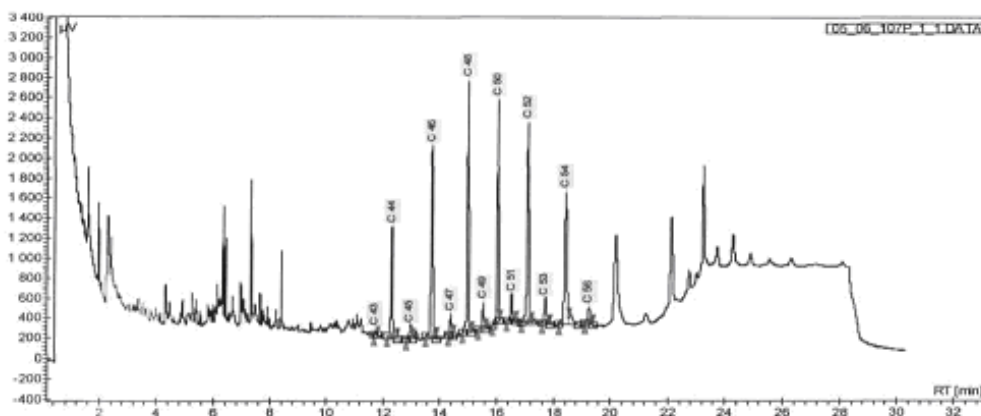
5

Спосіб хроматографічного визначення воскоподібних речовин, що включає підготовку колонки з сорбентом, промивку колонки гексаном, твердофазну екстракцію проби в колонці сумішшю гексану з хлороформом, упарювання екстракту, розчинення упареного залишку у розчиннику з наступним газохроматографічним розділенням проби, ідентифікацією і кількісним визначенням

10

воскоподібних речовин, який **відрізняється** тим, що воскоподібні речовини екстрагують сумішшю гексану з хлороформом у співвідношенні за об'ємом від 8:2 до 6:4 зі швидкістю потоку 0,6-1,2 см³/хв., як сорбент використовують силікагель, а сухий залишок після упарювання екстракту розчиняють у хлороформі.

Спосіб хроматографічного визначення воскоподібних речовин



Комп'ютерна верстка Л. Литвиненко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601