



УКРАЇНА

(19) UA (11) 38452 (13) A

(51) 7 A23G1/00, A23L1/00, C12F3/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту(54) СПОСІБ ПІДГОТОВКИ ПРОБИ ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ ДЛЯ КІЛЬКІСНОГО ВИЗНАЧЕННЯ
СИНТЕТИЧНИХ ХАРЧОВИХ БАРВНИКІВ

(21) 2000073985

(22) 05.07.2000

(24) 15.05.2001

(33) UA

(46) 15.05.2001, Бюл. № 4, 2001 р.

(72) Мельниченко Тетяна Іванівна, Попович Микола Олексійович, Катаєва Світлана Євгенівна

(73) Київська медична академія післядипломної освіти ім. П.Л.Шупика

(57) Спосіб підготовки проби харчових продуктів для кількісного визначення синтетичних харчових барвників, який включає використання сорбенту, наприклад, оксиду алюмінію, який після проведення сорбції барвників промивають дистильованою водою і проводять десорбцію барвників розчином аміаку з масовою часткою 0,4-0,6%, **відрізняється**

тим, що попередньо сорбент послідовно обробляють розчином гідроксиду натрію з масовою часткою 2,5-3,5% та розчином хлористоводневої кислоти з молярною концентрацією 0,4-0,6 моль/дм³, а потім проводять термообробку сорбенту і при (120±10)°С, цей сорбент додають до водного розчину харчового продукту, який, у випадку присутності в ньому більше 10% цукру, попередньо очищують за допомогою водного розчину оцтовокислого свинцю з масовою часткою 10%, перемішують отриману суспензію, відділяють водну фазу від забарвленого сорбенту декантуванням і, після промивки та десорбції барвників, нейтралізують отриманий розчин оцтовою кислотою до рН 6-7, потім здійснюють спектрофотометрування.

Винахід відноситься до галузі гігієни харчування і може бути застосований для визначення в продуктах харчування водорозчинних синтетичних харчових барвників, що відносяться до класів моноазобарвників, індігоїдних, хінофталонових та трифенілметанових барвників.

Відомий спосіб підготовки проби, який здійснюється наступним чином: до водного розчину харчового продукту додають концентровану оцтову кислоту, перемішують розчин і додають до нього оксид алюмінію для хроматографії, перемішують отриману суспензію, після чого дають їй відстоятися, освітлену частину розчину декантують, а забарвлений оксид алюмінію промивають дистильованою водою 2-3 рази, проводять десорбцію барвника розчином аміаку з масовою часткою 0,5%, отриманий розчин фільтрують через паперовий фільтр і випаровують на водяній бані до об'єму 0,5 мл, після чого використовують для якісного визначення методом тонкошарової хроматографії (Морозова Г.И. Гель-хроматографический метод избирательного извлечения синтетических красителей из пищевых продуктов // Вопросы питания. - 1975. - № 4. - С. 80-81).

Недоліком даного способу є те, що він не дає можливості використати розчини, отримані після десорбції барвників з оксиду алюмінію для кількісного їх визначення спектрофотометричним методом через погані оптичні властивості, що обумов-

лене значним вмістом в підготовлених пробах пилу оксиду алюмінію, який не осаджується повністю навіть при тривалому (до 40 хвилин) центрифугуванні. Пил утворюється при механічному руйнуванні часточок сорбенту, крім того, при тривалому зберіганні сорбенту внаслідок гідролізу утворюється гідроксид алюмінію, який за певних умов також перетворюється на пил. Фільтрування аміачних розчинів барвників через паперовий фільтр призводить до значних втрат барвників (до 48%) через їх сорбцію целюлозою. Спектр поглинання отриманого після десорбції барвника розчину не відтворює форму кривої спектру поглинання розчину стандартного барвника, внаслідок чого абсолютно неможливий аналіз багатокomпонентних сумішей барвників за методом Фірордта. Навіть при наявності в харчовому продукті тільки одного барвника достовірність результатів значним чином залежить від якості оксиду алюмінію. Крім того продукти з підвищеним вмістом цукру містять значну кількість барвних речовин натурального походження, які утворюються при термічному розкладенні цукру, за властивостями вони дещо подібні до синтетичних водорозчинних харчових барвників і також адсорбуються оксидом алюмінію. Зазначена обставина майже не впливає на результати якісного визначення барвників методом ТШХ, але суттєво заважає проведенню аналізу спектрофотометричним методом.

Задачею запропонованого винаходу є підвищення точності способу за рахунок кількісного визначення барвників.

Поставлена задача досягається тим, що сорбент послідовно обробляють розчином гідроксиду натрію з масовою часткою 2,5-3,5% та розчином хлористоводневої кислоти з молярною концентрацією 0,4-0,6 моль/дм³, а потім проводять термообробку сорбенту при (120±10)°C, цей сорбент додають до водного розчину харчового продукту, який у випадку присутності в ньому значної кількості цукру попередньо очищують за допомогою водного розчину оцтовокислого свинцю з масовою часткою 10%, перемішують отриману суспензію і відділяють водну фазу від забарвленого сорбенту декантуванням, промивають забарвлений сорбент дистильованою водою і проводять десорбцію барвників розчином аміаку з масовою часткою 0,4-0,6%, після чого нейтралізують отриманий розчин оцтовою кислотою до pH 6-7, потім здійснюють спектрофотометрування розчину.

Спосіб виконується наступним чином:

До оксиду алюмінію для хроматографії додають розчин гідроксиду натрію з масовою часткою 3%, об'єм якого повинен приблизно у п'ять разів перевищувати об'єм взятого оксиду алюмінію, кілька разів перемішують, залишають на одну годину, потім зливають рідину, осад промивають дистильованою водою до pH 7-8 промивних вод, контроль здійснюють за допомогою індикаторного папірця. Після промивання до оксиду алюмінію додають розчин хлористоводневої кислоти з молярною концентрацією 0,4-0,6 моль/дм³, об'єм якого приблизно дорівнює об'єму використаного розчину гідроксиду натрію, перемішують, залишають на одну годину, зливають відстоюну рідину, осад промивають дистильованою водою до pH 5-6 промивних вод, контроль здійснюють за допомогою індикаторного папірця. Оброблений таким чином сорбент висушують шаром 5-7 мм при температурі (120±10)°C протягом 6-7 годин. Висушений оксид алюмінію у гарячому вигляді переносять у склянку з прищліфованою пробкою. Гарантійний термін зберігання сорбенту - 1 місяць при кімнатній температурі. Оброблений оксид алюмінію додають до водного розчину харчового продукту (в тому випадку, якщо харчовий продукт містить більше 10% цукру, проводять попереднє осадження речовин, які заважають, розчином оцтовокислого свинцю з масовою часткою 10% та відділення осаду центрифугуванням), струшують кілька разів і залишають на 20-30 хвилин, після чого промивають забарвлений оксид алюмінію дистильованою водою 3-4 рази і проводять десорбцію розчином аміаку з масовою часткою 0,5%, нейтралізують розчин оцтовою кислотою до pH 6-7, потім вимірюють оптичну густину отриманого розчину на відповідних довжинах хвиль і за градуальною залежністю визначають масову концентрацію барвника в розчині. У випадку сумішей барвників визначення масової концентрації проводять після розрахунку значень оптичної густини за методом Фірордта.

Прикладом застосування є:

1. Відбирають 25 мл безалкогольного напою і переносять в колбу, в яку вміщено 2 г сорбенту,

підготовленого, як зазначено вище, та 5 см³ води, струшують і залишають на 30 хвилин, потім знову струшують і після відстоювання водну фазу декантують. Забарвлений сорбент кількісно переносять в пробірку і промивають дистильованою водою три - чотири рази, до промитого сорбенту двічі додають по 4,5 см³ розчину аміаку з масовою часткою 0,5%, струшують протягом однієї хвилини, після відстоювання водну фазу переносять в центрифужну пробірку, в яку внесено 0,2 см³ оцтової кислоти, доливають в пробірку розчину аміаку до мітки 10 см³, після перемішування розчин центрифугують і переносять в іншу пробірку, вимірюють оптичну густину отриманого розчину на відповідних довжинах хвиль і за градуальною залежністю визначають масову концентрацію барвника в розчині.

2. На вагах зважують наважку карамелі масою (500,0±0,1) мг і переносять її в колбу, в яку наливають 15 см³ дистильованої води, відразу після розчинення наважки в колбу вносять 2,5 см³ розчину оцтовокислого свинцю з масовою часткою 10%, осад, що при цьому утворився, відділяють центрифугуванням. Водну фазу переносять у колбу, в яку вміщено 2 г сорбенту, підготовленого, як зазначено вище, та 5 см³ води, струшують і залишають на 30 хвилин, потім знову струшують і після відстоювання водну фазу декантують. Забарвлений сорбент кількісно переносять в пробірку і промивають дистильованою водою три - чотири рази, до промитого сорбенту двічі додають по 4,5 см³ розчину аміаку з масовою часткою 0,5%, струшують протягом однієї хвилини, після відстоювання водну фазу переносять в центрифужну пробірку, в яку внесено 0,2 см³ оцтової кислоти, доливають в пробірку розчину аміаку до мітки 10 см³, після перемішування розчин центрифугують і переносять в іншу пробірку, вимірюють оптичну густину отриманого розчину на відповідних довжинах хвиль і за градуальною залежністю визначають масову концентрацію барвника в розчині, після чого проводять розрахунок для визначення масової частки барвника в зразку карамелі.

Таким чином, застосування даного способу дозволяє підвищити точність аналізу, перейти від якісного визначення барвників до кількісного (спектрофотометричним методом). В результаті застосування запропонованого способу отримуються розчини з потрібними оптичними характеристиками. Проведення обробки оксиду алюмінію для хроматографії розчином гідроксиду натрію призводить до того, що сорбент звільняється від пилу та значної частини гідроксиду алюмінію, підвищується сорбційна ємність за рахунок збільшення пористості сорбенту. Після обробки розчином кислоти утворюються активні центри на поверхні сорбенту, а також нейтралізуються залишки гідроксиду алюмінію, який може знаходитись в порах сорбенту. Оксид алюмінію переходить в кислотну форму, і водний розчин харчового продукту не потребує підкислення. Заявлений спосіб дозволяє проводити вилучення барвників з харчових продуктів зі ступенем від 80% (для трифенілметанових барвників) до 97% (для азобарвників).

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
(044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2001 р. Формат 60х84 1/8.
Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
(044) 268-25-22
