



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **113064** (13) **U**
(51) МПК (2016.01)
G01N 30/00
G01N 1/28 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2016 06999	(72) Винахідник(и): Євтушенко Тетяна Вікторівна (UA), Новожицька Юлія Миколаївна (UA), Омельчун Юлія Анатоліївна (UA)
(22) Дата подання заявки: 29.06.2016	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.01.2017	(73) Власник(и): ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ІНСТИТУТ З ЛАБОРАТОРНОЇ ДІАГНОСТИКИ І ВЕТЕРИНАРНО- САНІТАРНОЇ ЕКСПЕРТИЗИ, вул. Донецька, 30, м. Київ, 03151 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.01.2017, Бюл.№ 1	

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ЕРУКОВОЇ КИСЛОТИ В ШРОТІ СОНЯШНИКОВОМУ МЕТОДОМ ГАЗОВОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

(57) Реферат:

Спосіб визначення ерукової кислоти, при якому для дослідження беруть 0,5 кг підготовленого (гомогенізованого) зразку, екстрагують н-гексаном з подальшим випаровуванням до сухого залишку, розведенням 1 мл. Далі відбирають 60 мг екстракту, з точністю 0,1 мг додають 4 см³ н-гексану та 200 мкл метилового розчину гідроксиду калію, струшують 30 с, додають 1 г сірчаноокислого моногідрату, інтенсивно струшують для гідролізу гідроксиду калію з подальшим відбиранням верхнього шару та розведенням н-гексаном і хроматографуванням з використанням полум'яно-іонізаційного детектора.

UA 113064 U

Корисна модель належить до ветеринарної медицини, зокрема до біохімії та токсикології, і може бути використана в роботі науково-виробничих лабораторій.

Спосіб не має зареєстрованих аналогів в Україні.

5 Задачею корисної моделі є розробка універсального та швидкого способу визначення ерукової кислоти у продукції рослинного походження, суттєве скорочення часу на пробопідготовку, зменшення витрат реактивів, посуду, зниження собівартості процесу.

10 Спосіб згідно з корисною моделлю включає наступні дії: для дослідження беруть 0,5 кг твердого підготовленого (гомогенізованого) зразку, екстрагують н-гексаном з подальшим випаровуванням до сухого залишку, розведенням 1 мл н-гексану, потім проводять відбирання 60 мг екстракту, з точністю 0,1 мг додають 4 см³ н-гексану та 200 мкл метилового розчину гідроксиду калію, струшують 30 с, додають 1 г сірчанокислого моногідрату, інтенсивно струшують для гідролізу гідроксиду калію з подальшим відбиранням верхнього шару та розведенням н-гексаном і хроматографуванням з використанням полум'яно-іонізаційного детектора.

15 Конфігурація газового хроматографа Varian CP 3800: генератор водню, автосамплер, інжектор, термостат колонок, полум'яно-іонізаційний детектор готують згідно з інструкцією з експлуатації приладу та задають робочі параметри.

Таблиця 1

Конфігурація та режим роботи

Конфігурація	Режим роботи
Газовий хроматограф	Varian CP 3800
Колонка	Agilent J&W GC Columns Select Fame 100m x 0,25 mm x 0,25µm
Температура інжектора	Front 1177 Split/Splitless 260 °C
Температура колонки	програмована
Температура детектора	260 °C
Об'єм інжекції	1 мкл
Режим введення проби	автоматичний
Потік	N ₂ -29 ml/min, H ₂ -30 ml/min, Air-300 ml/min
Гradient (рухома фаза)	Азот з чистотою 99,9999 %

Таблиця 2

Програмований температурний режим

Початок°С/хв.	Температура, °С	Час/хв.	Загальний час, хв.
Початкова	140	5	5,00
5	240	12	37,00
50	200	1	38,00
50	100	1	41,80

20

Таблиця 3

Час виходу, нормальний діапазон кислоти для шроту соняшникового та кількість жирної кислоти в сертифікованому референтному матеріалі

Назва кислоти	Час виходу, хв.	Норма для шротів, %	Кількість, %
Ерукова кислота	27,50	не доп.	0,05

Час виходу ерукової кислоти залежить від швидкості потоку, типу колонки та температурного режиму.

25 Умови виконання вимірювань підлягають перевірці і, при потребі, корегуванню:

- при переході на інший хроматограф;
- при заміні колонок;
- після ремонту вузлів хроматографа, що впливають на чутливість детектора.

Хроматограф градуують по градуовальних розчинах ерукової кислоти.

Таблиця 4

Оцінка придатності методу

Назва кислоти	Кількість, %	Збіжність, Sr, %	Відтворюваність, SR, %	Невизначеність вимірювань, U(p)
Ерукова кислота	0,05	10,3	10,7	0,01

Дані, наведені в таблиці 4 та 5, свідчать про те, що розроблений спосіб придатний для всіх видів шротів та макух, спосіб є досить чутливим, щоб детектувати дану жирну кислоту.

Спосіб дозволяє за досить короткий проміжок часу дослідити зразок та одночасно виявити жирні кислоти в рослинних продуктах, що значно економить час, реактиви.

Таблиця 5

Участь у міжлабораторних порівняльних дослідженнях (програма Вет-Тест)

№ програми	Найменування матеріалу	Показник	Приписане значення, %	Результат дослідження, %	Z-індекс
3/2015	Шрот соняшниковий	Ерукова кислота	0,053	0,05	-0,6

Результати, отримані під час дослідження референтного матеріалу, є вірогідними і знаходяться в межах приписаного значення. Таким чином, відпрацьована методика виявлення ерукової кислоти в рослинній продукції не поступається методикам, які використовуються в лабораторіях Європейської спільноти.

Джерела інформації:

1. Commission Decision (2002/657/EC) of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and interpretation of results, O.J. Europ. Comm. L 221, 8-36.

2. ДСТУ 4638:2006 Шроти соняшникові. Технічні умови.

3. Настанова з оцінювання невизначеності вимірювання результатів кількісних випробувань. Технічний звіт EUROLAB №1/2006// Пер. з англ. Київ, Євролаб-Україна, 2008.

4. COMMISSION REGULATION (EC) No 2074/2005 of 5 December 2005 laying down implementing measures for certain products under Regulation (EC) No 853/2004 of the European Parliament and of the Council and for the organisation of official controls under Regulation (EC) No 854/2004 of the European Parliament and of the Council and Regulation (EC) No 882/2004 of the European Parliament and of the Council, derogating from Regulation (EC) No 852/2004 of the European Parliament and of the Council and amending Regulations (EC) No 853/2004 and (EC) No 854/2004.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб визначення ерукової кислоти, при якому для дослідження беруть 0,5 кг підготовленого (гомогенізованого) зразка, екстрагують н-гексаном з подальшим випаровуванням до сухого залишку, розведенням 1 мл, відбирають 60 мг екстракту, з точністю 0,1 мг додають 4 см³ н-гексану та 200 мкл метилового розчину гідроксиду калію, струшують 30 с, додають 1 г сірчаноокислого моногідрату, інтенсивно струшують для гідролізу гідроксиду калію з подальшим відбиранням верхнього шару та розведенням н-гексаном і хроматографуванням з використанням полум'яно-іонізаційного детектора.

Комп'ютерна верстка О. Гергіль

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