



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **78188**

(13) **U**

(51) МПК

G01N 33/48 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2012 10608**

(22) Дата подання заявки: **10.09.2012**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **11.03.2013**

(46) Публікація відомостей **11.03.2013, Бюл.№ 5**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

**Дубова Галина Євгеніївна (UA),
Овчиннікова Світлана Олексіївна (UA)**

(73) Власник(и):

**ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД
УКООПСІЛКИ "ПОЛТАВСЬКИЙ
УНІВЕРСИТЕТ ЕКОНОМІКИ І ТОРГІВЛІ",
вул. Ковалю, 3, м. Полтава, 36014 (UA)**

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ КАРБОНІЛЬНИХ СПОЛУК В ПАРОВІЙ ФАЗІ ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ

(57) Реферат:

Спосіб визначення карбонільних сполук в паровій фазі продуктів рослинного походження передбачає підготовку плодовоовочевих продуктів (наприклад відокремлення неїстівної шкірки або подрібнення у блендері), перенесення 100 г продукту в колбу ємністю 500 мл, розміщення в колбі спеціальної ємності в підвішеному стані, заповненої 2,5 см³ 1% спиртового розчину 2,4-динітрофенілгідразину, закупорювання колби притертою пробкою, нагрівання в термошафі при t=55 °C і витримування 5 годин, після чого колбу охолоджують протягом 50 хвилин на кахельній плитці та переносять 1% спиртовий розчин 2,4-динітрофенілгідразину зі спеціальної ємності в стандартну кювету, визначають спектри поглинання світлових хвиль від 400 до 490 нм, знаходять концентрацію карбонільних сполук у парах продуктів рослинного походження за градувальними графіками. Як основний органічний реагент застосовують 2,4-динітрофенілгідразин, а кінцеві результати знаходять за допомогою фотоколориметричного методу.

UA 78188 U

Корисна модель належить до харчової промисловості, зокрема до способу визначення карбонільних сполук (альдегідів, кетонів) в паровій фазі харчових продуктів.

Існує технологія визначення карбонільних сполук, а саме альдегідів в горілці (див. Дубініна А.А., Летута Т.М., Дубініна С.О. "Методи визначення фальсифікації товарів. Лабораторний практикум". Навчальний посібник. - К.: Видавничий дім "Професіонал", 2009). Метод оснований на реакції присутніх в аналізованій горілці альдегідів з фуксиносірчистим реактивом. В одну пробірку поміщають типовий розчин альдегіду відповідно ґатунку досліджуваної горілки, а в іншу - 10 см³ аналізованої горілки або її відгону. В обидві пробірки приливають фуксиносірчистий реактив. Забарвлення розчинів, яке з'явилося, порівнюють візуально на білому фоні або з використанням фотоелектроколориметра в кюветі з товщиною поглинаючого шару 30 мм при світлофільтрі з довжиною світлової хвилі 540 нм. Забарвлення досліджуваного розчину повинно співпадати з забарвленням типового розчину або бути менш інтенсивним.

Недоліком цього способу є те, що із забарвленими харчовими продуктами, на відміну від безбарвної горілки, реакція з фуксиносірчистим реактивом не може бути проаналізована. Колір плодоовочевих продуктів взагалі більш інтенсивний, ніж забарвлення фуксиносірчистого реактиву, тому даний спосіб для харчових продуктів не ефективний.

За аналог було взято методику аналітичних можливостей реакції 2,4-динітрофенілгідазину з деякими карбонільними сполуками в мицелярних середовищах ПАР (див. Бурмистрова А.А. Аналитические возможности реакции 2,4-динитрофенилгидразина с некоторыми карбонильными соединениями в мицеллярных средах ПАВ: автореф. дис. на соискание учен. степени канд. хим. наук: спец. 02.00.02 "Аналитическая химия". - Саратов, 2012.-20 с). Вибрана методика дозволяє визначити за допомогою реагенту 2,4-динітрофенілгідазину деякі карбонільні сполуки (гептанового альдегіду, бензальдегіду, ацетону та 1,4 бензохінону) в модельних розчинах і реальних об'єктах (промислові стічні і природні води), де визначення результатів проводиться фотоколориметричним методом з довжиною світлових хвиль 390-490 нм. Для використання в харчовій промисловості цей метод обмежений ймовірністю супутніх реакцій, наприклад цукрів, з 2,4-динітро-фенілгідазином.

Найбільш близьким до заявленого способу є спосіб визначення числа аромату для контролю ароматизуючих речовин в концентратах і безалкогольних напоях (ГОСТ 8756.7-70). Метод оснований на властивості хромової суміші окислювати ароматизуючі речовини. Їх вміст умовно виражається у мілілітрах сульфату натрію на 100 мл продукту (Технологія екстрактів, концентратів і напоїв із рослинної сировини. [Підручник] / Домарецький В.А., Михайлов М.Г. Прибильський М.Г., - Вінниця: Нова книга, 2005.-408 с). Для проведення визначення у спеціальну ємність (об'ємом 5 см³) поміщають відмірені мікробюреткою 2 см³ 1-% розчину K₂Cr₂O₇ в H₂SO₄. Потім підвішують цю ємність всередині колби, куди попередньо поміщають 2 г досліджуваної речовини й закривають колбу притертою пробкою. Колбу витримують точно 1 годину в сушильній шафі при t=75 °C і охолоджують протягом 15 хвилин на кахельній плитці. Після відкриття колби підвішену посудину прополіскують водою. Колбу закривають скляною пробкою й залишають охолоджуватися ще 30 хвилин в холодильнику. Потім додають 2 см³ 5-% вільного від I розчину KI і кілька крапель 1-% крохмалю. Відтитровують K₂Cr₂O₇, який не увійшов у реакцію, 0,1 Н розчином гіпосульфиту. Даний спосіб вибрано прототипом.

Прототип і корисна модель, що заявляється, мають спільні ознаки: - використання колби з притертою кришкою і спеціальної ємності, яка розміщується всередині колби;

- витримування дослідного зразка в колбі в термошафі та його наступне охолодження.

При визначенні числа аромату за прототипом використовують титрування розчину біхромату калію і аналізують отриманий загальний результат кількості сполук, що містяться в парах досліджуваного зразку - спиртів, ефірів, альдегідів. Але за прототипом неможливо визначити тільки кількість альдегідів або кетонів в парах харчового продукту.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробити спосіб визначення карбонільних сполук (альдегідів, кетонів) в паровій фазі харчових продуктів, в якому шляхом заміни біхромату калію 2,4-динітрофенілгідазином, а також подальшим фотоколориметричним методом аналізу забезпечити кінцевий результат - визначити тільки кількість карбонільних сполук в паровій фазі продукту.

Поставлена задача вирішена в способі визначення карбонільних сполук в паровій фазі харчових продуктів, що передбачає підготовку дослідних зразків плодоовочевих продуктів (відокремлення неїстівної шкірки, подрібнення у блендері або розбавлення м'якоті водою), проведення випробувань (рослинну сировину в кількості до 100 г переносять в мірну колбу на 500 мл, спеціальну ємність (5 см³) заповнюють 2,5 см³ 1 % спиртовим розчином 2,4-динітрофенілгідазину, підвішують її всередині колби, закривають колбу притертою пробкою, ставлять в термошафу на 5 годин при t=55 °C), обробка результатів (охолоджують колбу

протягом 50 хвилин на кахельній плитці та переносять 1 % спиртовий розчин 2,4-динітрофенілгідразину зі спеціальної ємності в стандартну кювету, визначають спектри поглинання світлових хвиль від 400 до 490 нм, знаходять концентрацію карбонільних сполук у парах продуктів рослинного походження за градувальними графіками, масову частку альдегідів та кетонів у плодоовочевій продукції визначають з урахуванням кількості досліджуваної рослинної речовини).

Умови здійснення способу (кількість сировини) та фотоколориметричного аналізу (вид кювети, довжина хвилі світлофільтру) підбирають експериментально. В даному способі на фотоколориметрі КФК - 2 використана стандартна скляна кювета шириною 24 мм з товщиною поглинаючого шару 5 мм. Другу кювету заповнювали 1 % спиртовим розчином 2,4-динітрофенілгідразину, який використовували за контрольний зразок. Так нами встановлено, що:

а) на фотоколориметрі визначаються при довжині хвилі:

$\lambda=400-410$ нм альдегіди та кетони C_1-C_5 ,

$\lambda=420-430$ нм альдегіди та кетони C_6-C_9

$\lambda=440-460$ нм альдегіди та кетони $C_{10}-C_{13}$;

$\lambda=470-490$ нм альдегіди та кетони $C_{14}-C_{18}$.

б) нагрівання харчових продуктів доцільно проводити 5 годин при $t=55^\circ\text{C}$.

в) об'єм 2,4-динітрофенілгідразину в ємності не повинен перевищувати $2,5\text{ см}^3$.

Для побудови градувального графіку 50 см^3 розчину ваніліну (4-гідрокси-метокси бензальдегіду) з різною концентрацією (0,001 %; 0,0025 %; 0,005 %; 0,01 %; 0,025 %) переносять в 5 колб. В шосту колбу вносять 10 см^3 дистильованої води - контрольний розчин. В кожну колбу підвішують ємність, заповнену $2,5\text{ см}^3$ 1 % спиртовим розчином 2,4-динітрофенілгідразину, закривають колби, леткі компоненти збирали при кип'ятінні колб протягом 30 хвилин. Після охолодження переносять 1 % спиртовий розчин 2,4-динітрофенілгідразину зі спеціальної ємності в скляну кювету товщиною 5 мм, визначають спектри поглинання світлових хвиль при $\lambda=420-430$ нм на фотоколориметрі. За отриманими даними будують градувальну криву, відкладаючи по осі абсцис масову концентрацію альдегідів, а по осі ординат - спектри поглинання (або оптичну щільність).

Приклад. Карбонільні сполуки (альдегіди, кетони) вважаються органолептично важливими в ароматі багатьох продуктів. Їх кількісний склад в ароматі визначають за допомогою газового хроматографа. Та не всі лабораторії можуть використати саме хроматографічний аналіз. Тому для визначення кількості карбонільних сполук в паровій фазі харчових продуктів доцільно використовувати фотометричний метод наступним чином: брали 100 г огірка, банану, кавуна, дині. Відокремлювали неїстівну шкірку, подрібнювали у блендері, м'якоть банану розбавляли водою, сировину зважували. Підготовлену сировину переносили в мірні колби на 500 мл, спеціальну ємність (5 см^3) заповнювали $2,5\text{ см}^3$ 1 % спиртовим розчином 2,4-динітрофенілгідразину, підвішували її всередині кожної колби, закривали колби притертою пробкою, ставили в термошафу на 5 годин при $t=55^\circ\text{C}$, охолоджували колби 50 хвилин на кахельній плитці та переносили 1 % спиртовий розчин 2,4-динітрофенілгідразину зі спеціальної ємності в стандартну кювету, визначали спектри поглинання світлових хвиль при 400 нм і 490 нм. Знаходили концентрацію карбонільних сполук у парах продуктів за градувальними графіками. Масову частку альдегідів та кетонів у плодоовочевій продукції визначали з урахуванням кількості досліджуваної рослинної речовини. Результати наведені в таблиці.

Таблиця

Масова частка карбонільних сполук в паровій фазі рослинної сировини

Назва продукту	Довжина хвилі $\lambda=400$ нм		Довжина хвилі $\lambda=490$ нм	
	Масова частка карбонільних сполук (C_1-C_5), % на 100 г	Спектр поглинання D%	Масова частка карбонільних сполук ($C_{14}-C_{18}$), % на 100 г	Спектр поглинання D%
Огірок	0,075	0,68	0,0019	0,21
Банан	0,064	0,55	0,0014	0,15
Кавун	0,060	0,50	0,0011	0,13
Диня	0,070	0,63	0,0021	0,24

За кінцевий результат випробувань приймають середнє арифметичне результатів (X) двох паралельних визначень, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати 20 % по відношенню до середнього арифметичного.

5

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

10

15

Спосіб визначення карбонільних сполук в паровій фазі продуктів рослинного походження передбачає підготовку плодoовочевих продуктів (наприклад відокремлення неїстівної шкірки або подрібнення у блендері), перенесення 100 г продукту в колбу ємністю 500 мл, розміщення в колбі спеціальної ємності в підвішеному стані, заповненої 2,5 см³ 1% спиртового розчину 2,4-динітрофенілгідразину, закупорювання колби притертою пробкою, нагрівання в термошафі при t=55 °C і витримування 5 годин, після чого колбу охолоджують протягом 50 хвилин на кахельній плитці та переносять 1% спиртовий розчин 2,4-динітрофенілгідразину зі спеціальної ємності в стандартну кювету, визначають спектри поглинання світлових хвиль від 400 до 490 нм, знаходять концентрацію карбонільних сполук у парах продуктів рослинного походження за градуювальними графіками, який **відрізняється** тим, що як основний органічний реагент застосовують 2,4-динітрофенілгідразин, а кінцеві результати знаходять за допомогою фотоколориметричного методу.

Комп'ютерна верстка І. Скворцова

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

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