



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **77811** (13) **U**
(51) МПК (2013.01)
G01N 30/00
G01N 33/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2012 10530	(72) Винахідник(и): Бочарова Оксана Володимирівна (UA), Решта Сентябріна Петрівна (UA), Герєга Катерина Миколаївна (UA), Калаянова Ольга Миколаївна (UA)
(22) Дата подання заявки: 06.09.2012	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.02.2013	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.02.2013, Бюл.№ 4	(73) Власник(и): Бочарова Оксана Володимирівна, вул. Махачкалинська, 18, кв. 139, м. Одеса, 65111 (UA), Решта Сентябріна Петрівна, вул. Ільфа і Петрова, 57, кв. 85, м. Одеса, 65122 (UA), Герєга Катерина Миколаївна, вул. Советская, 7, кв. 24, с. Дачне, Біляївський р-н, Одеська обл., 67624 (UA), Калаянова Ольга Миколаївна, вул. Канатна, 106, гурт. 4, кв. 108, м. Одеса, 65039 (UA)

(54) СПОСІБ ВСТАНОВЛЕННЯ ФАКТУ УВЕДЕННЯ БЕНЗОАТІВ В ПЛОДОВИЙ СІК

(57) Реферат:

Спосіб встановлення факту введення бензоатів в плодовий сік включає відбір проби, підготовку проби, проведення хроматомас-спектрометричного дослідження, оцінювання результатів. У пробі вимірюють редокс-потенціал при pH=3, порівнюють його значення з редокс-потенціалом системи "аскорбінова кислота-дегідроаскорбінова кислота" при цьому ж значенні активної кислотності та визначають присутність бензойної кислоти та продуктів її взаємодії з речовинами редокс-системи соку, а саме бензилового спирту або толуолу, в залежності від строку зберігання соку та величини його редокс-потенціалу.

UA 77811 U

Корисна модель належить до аналітичних випробувань, а саме до лабораторних методів дослідження, і може бути використана у соковій галузі харчової промисловості та установах, що контролюють якість плодівих соків.

Відомий спосіб визначення бензойної кислоти та її натрієвої солі (Марх А.Т. Технохимический контроль консервного производства/А.Т. Марх, Т.Ф. Зыкина, В.Н. Голубев. - М.: Агропромиздат, 1989.-304 с.). Встановлення вмісту бензойної кислоти та її натрієвої солі проводять за результатами титрування NaOH, попередньо екстрагованої 4 рази хлороформом, відігнаної на водяній бані.

Недоліком методу є складність процесу, необхідність застосування шкідливих для організму речовин, відсутності автоматизації процесу, значного часу для проведення експерименту, проблеми, пов'язані з використанням значних об'ємів розчинника, що забруднює навколишнє середовище. Втрати консервантів при взаємодії їх з речовинами хімічного складу соків не дозволяють встановити факт введення бензоатів у сік при тривалому зберіганні.

Найбільш близьким до заявленого є спосіб встановлення слідів кількостей органічних речовин, який базується на хроматомас-спектрометричному дослідженні (Байрман К. Определение следовых количеств органических веществ: Пер. с англ. - М.: Мир, 1987.-429 с). Спосіб включає відбір проби, підготовку проби, а саме екстракцію органічним розчинником, дослідження на газовому хроматографі з мас-селективним детектором та оцінювання результатів.

Недоліком цього способу є хімічна нестійкість бензоатів у кислому середовищі плодівих соків, що унеможливує їх визначення при зберіганні соків.

В основу корисної моделі поставлено задачу удосконалення способу встановлення факту введення бензоатів в плодівий сік шляхом визначення присутності бензойної кислоти та продуктів її взаємодії з речовинами редокс-системи соку, а саме бензилового спирту або толуолу забезпечити можливість виявлення факту введення бензоатів при тривалому зберіганні соку, універсальність оцінки соків з різних плодів.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі, який включає відбір проби, підготовку проби, проведення хроматомас-спектрометричного дослідження, оцінювання результатів, згідно з корисною моделлю, у пробі вимірюють редокс-потенціал при $pH=3$, порівнюють його значення з редокс-потенціалом системи "аскорбінова кислота-дегідроаскорбінова кислота" при цьому ж значенні активної кислотності та визначають присутність бензойної кислоти та продуктів її взаємодії з речовинами редокс-системи соку, а саме бензилового спирту або толуолу в залежності від строку зберігання соку та величини редокс-потенціалу.

Причинно-наслідковий зв'язок полягає у наступному.

Виявлення саме бензойної кислоти, бензилового спирту і/або толуолу, що є продуктами перетворення бензоатів, дозволяє встановити факт введення бензоатів при тривалому зберіганні соку. Так, в соку при виробництві і зберіганні бензоати, що є слабкими електролітами, частково дисоціюють. Утворений аніон в кислому середовищі соків вступає у взаємодію з водневим катіоном з утворенням бензойної кислоти. Такий напрямок реакції обумовлений зсувом рівноваги у бік утворення недисоційованої форми бензойної кислоти у присутності більш сильних кислот плодівих соків. При взаємодії бензойної кислоти з редокс-системами соків ("аскорбінова кислота-дегідроаскорбінова кислота", "поліфеноли окислені-поліфеноли відновлені") бензойна кислота відновлюється до бензилового спирту. Більш глибоко відновленою формою реакції відновлення бензойної кислоти є толуол. Глибина протікання реакції відновлення бензойної кислоти залежить від величини стандартного окислювально-відновного потенціалу присутніх у соках редокс-систем. Сутність взаємодії речовин редокс-системи соку з бензойною кислотою, що призводить до утворення в ньому продуктів відновлення бензойної кислоти надано на схемі (фіг. 1).

Система "аскорбінова кислота-дегідроаскорбінова кислота" є відновником для бензойної кислоти. Тому більш сильний відновник (редокс-система соку з більш низьким потенціалом) дозволяє передбачити утворення більш відновлених продуктів (толуол) при взаємодії бензойної кислоти з речовинами редокс-системи соку. Збільшення строку зберігання соку призводить до накопичення продуктів відновлення бензойної кислоти (бензилового спирту, толуолу). Редокс-потенціал соку, вищий за цей показник для системи "аскорбінова кислота-дегідроаскорбінова кислота" (210 мВ при $pH=3$), вказує на можливість протікання процесу відновлення бензойної кислоти лише до бензилового спирту.

Вимірювання редокс-потенціалу соку при значенні $pH=3$ дозволяє порівнювати отримані дані з потенціалом системи "аскорбінова кислота-дегідроаскорбінова кислота" при цьому ж

значенні активної кислотності, що призводить до усунення впливу фактору кислотності на формування значення редокс-потенціалу та підвищення точності результатів.

Суть корисної моделі пояснюється кресленнями.

На фіг. 1 наведена схема взаємодії речовин редокс-систем соку; на фіг. 2 - визначення бензойної кислоти (час утримування 11,89 хв.) в свіжовичавленому апельсиновому соку з бензоатом натрію; на фіг. 3 - визначення бензилового спирту (час утримування 10,19 хв.) в свіжовичавленому апельсиновому соку з бензоатом натрію; на фіг. 4 - визначення бензойної кислоти в апельсиновому соку ТМ "Rich"; на фіг. 5 - визначення толуолу (час утримування 5,17 хв.) в апельсиновому соку ТМ "Rich".

Запропонований спосіб визначення факту уведення бензоатів в плодовий сік здійснюють таким чином.

У соку, в якому встановлюють факт уведення консервантів (бензоатів), визначають величину редокс-потенціалу при $pH=3$, порівнюють його значення з нормальним потенціалом системи "аскорбінова кислота-дегідроаскорбінова кислота" при цьому ж значенні активної кислотності та визначають наявність бензойної кислоти та бензилового спирту, або бензойної кислоти та толуолу хроматомас-спектрометрично. Присутність хоча б однієї з цих речовин свідчить про наявність введення у цей сік консервантів (бензоатів).

Приклад 1

На аналіз відбирають 50 мл свіжовичавленого апельсинового соку, в який попередньо внесли бензоат натрію у кількості 1000 мг/кг соку. З цієї проби відбирають 30 мл, підкислюють лимонною кислотою до $pH=3$ та вимірюють редокс-потенціал, що становить 191 мВ. Так як це значення менше за 210 мВ, то визначають наявність бензойної кислоти та бензилового спирту в вихідному зразку. Для цього використовують стандартну методику визначення слідових кількостей речовин.

Проводять екстракцію органічним розчинником (за розчинник править дихлорметан). Рідину об'єкту дослідження екстрагують 2 мл дихлорметану при інтенсивному перемішуванні протягом 5 хв. Органічний шар відділяють і після висушування над сульфатом натрію досліджують на газовому хроматографі з мас-селективним дефектором. Дослідження проводять при наступних умовах роботи:

капілярна колонка - HP-1IMS, діаметр - 0,25 мм, фаза - 0,25 мкм, сталий потік - 1,0 мл/хв., газ-носії - гелій, інжектор - автоінжектор, ділення потоку - split від 50:1 до splits, температура випаровувала - 280 °C, термостат - початкова температура - 40 °C, утримування - 5 хв., підігрівання - 15 с/хв., температура кінцева - 150 °C, тиск на вході колонки - 6,83 psi, іонізація - електронним ударом, енергія іонізації - 70 еВ, температура джерела - 230 °C, температура квадруполя - 150 °C, об'єм уведеної проби - від 1 до 4 мкл. Швидкість сканування - 7скан/с (маси 20-300 а.о.м).

Наявність в соку бензойної кислоти (фіг. 2) та бензилового спирту (фіг. 3) підтверджує факт введення бензоату натрію у сік.

Приклад 2

На аналіз відбирають 50 мл свіжовичавленого апельсинового соку. З цієї проби відбирають 30 мл, підкислюють лимонною кислотою до $pH=3$ та вимірюють редокс-потенціал, що становить 189 мВ. Так як це значення менше за 210 мВ, то визначають наявність бензойної кислоти та бензилового спирту в вихідному зразку. Для цього використовують стандартну методику визначення слідових кількостей речовин.

Проводять хроматомас-спектрометричні дослідження. Відсутність в соку бензойної кислоти, бензилового спирту підтверджує факт відсутності введення бензоату у сік.

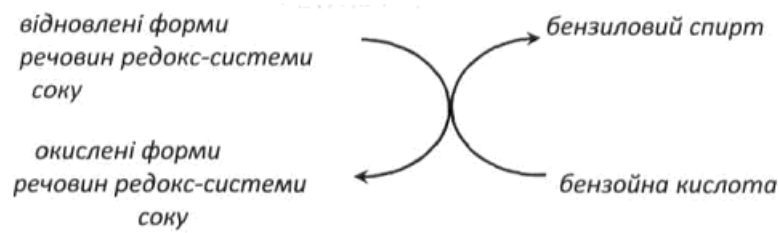
Приклад 3

На аналіз відбирають 50 мл апельсинового соку ТМ "Rich". З цієї проби відбирають 30 мл, підкислюють лимонною кислотою до $pH=3$ та вимірюють редокс-потенціал, що становить 194 мВ. Так як це значення менше за 210 мВ та враховуючи факт тривалого зберігання промислового зразка, визначають наявність бензойної кислоти та толуолу в вихідному зразку. Проводять хроматомас-спектрометричні дослідження. Наявність в соку бензойної кислоти (фіг. 4) та толуолу (фіг. 5) дозволяє встановити факт введення бензоату у сік.

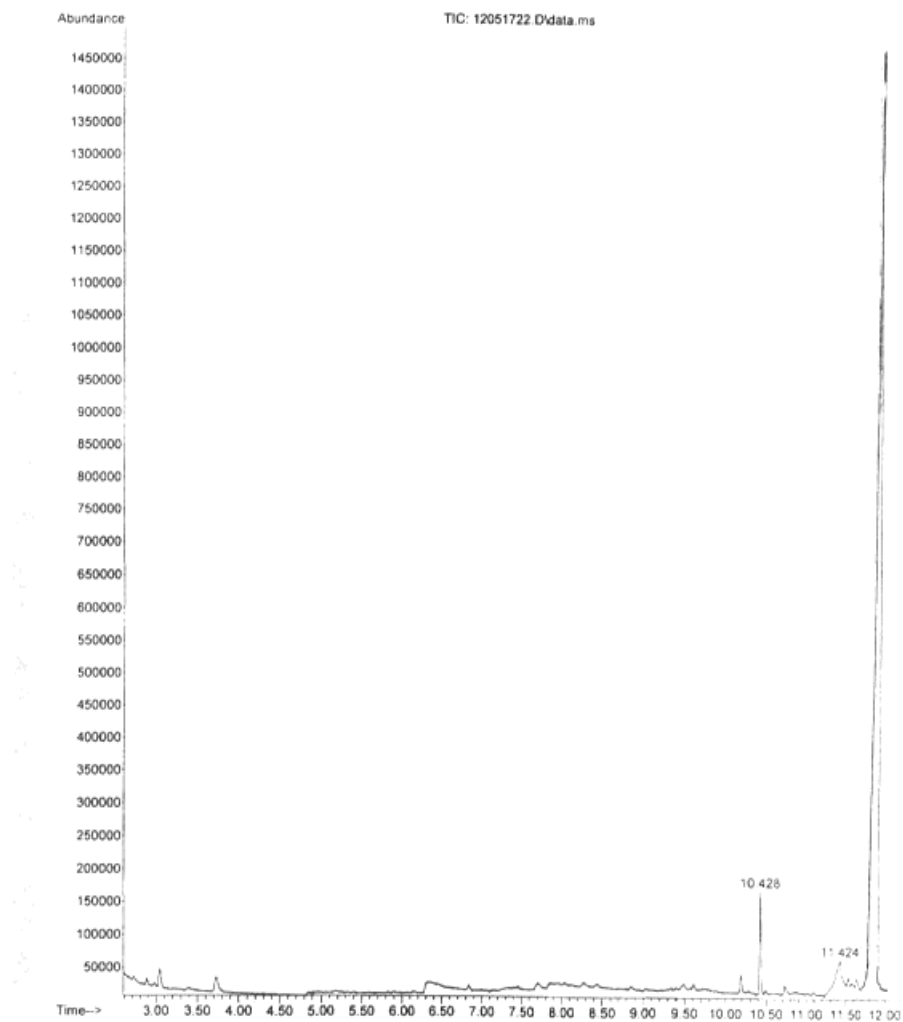
ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб встановлення факту уведення бензоатів в плодовий сік, що включає відбір проби, підготовку проби, проведення хроматомас-спектрометричного дослідження, оцінювання результатів, який **відрізняється** тим, що у пробі вимірюють редокс-потенціал при $pH=3$, порівнюють його значення з редокс-потенціалом системи "аскорбінова кислота-

дегідроаскорбінова кислота" при цьому ж значенні активної кислотності та визначають присутність бензойної кислоти та продуктів її взаємодії з речовинами редокс-системи соку, а саме бензилового спирту або толуолу, в залежності від строку зберігання соку та величини його редокс-потенціалу.



Фіг. 1



Фіг. 2

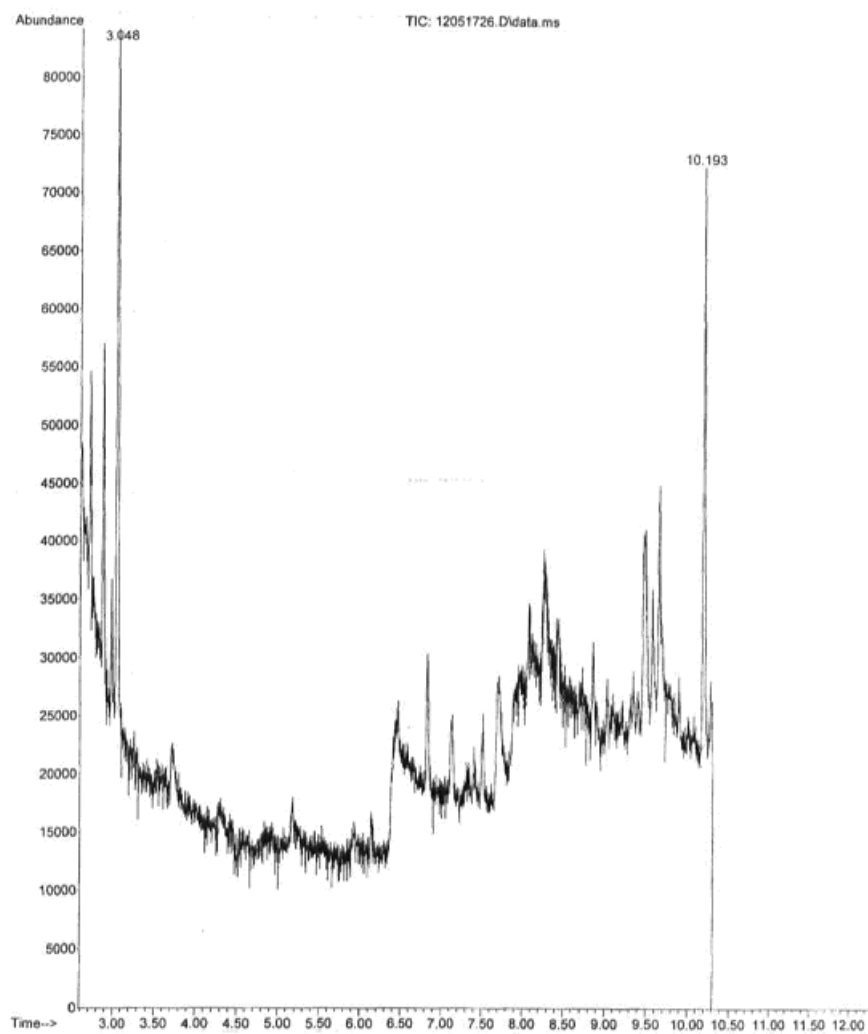


Fig. 3

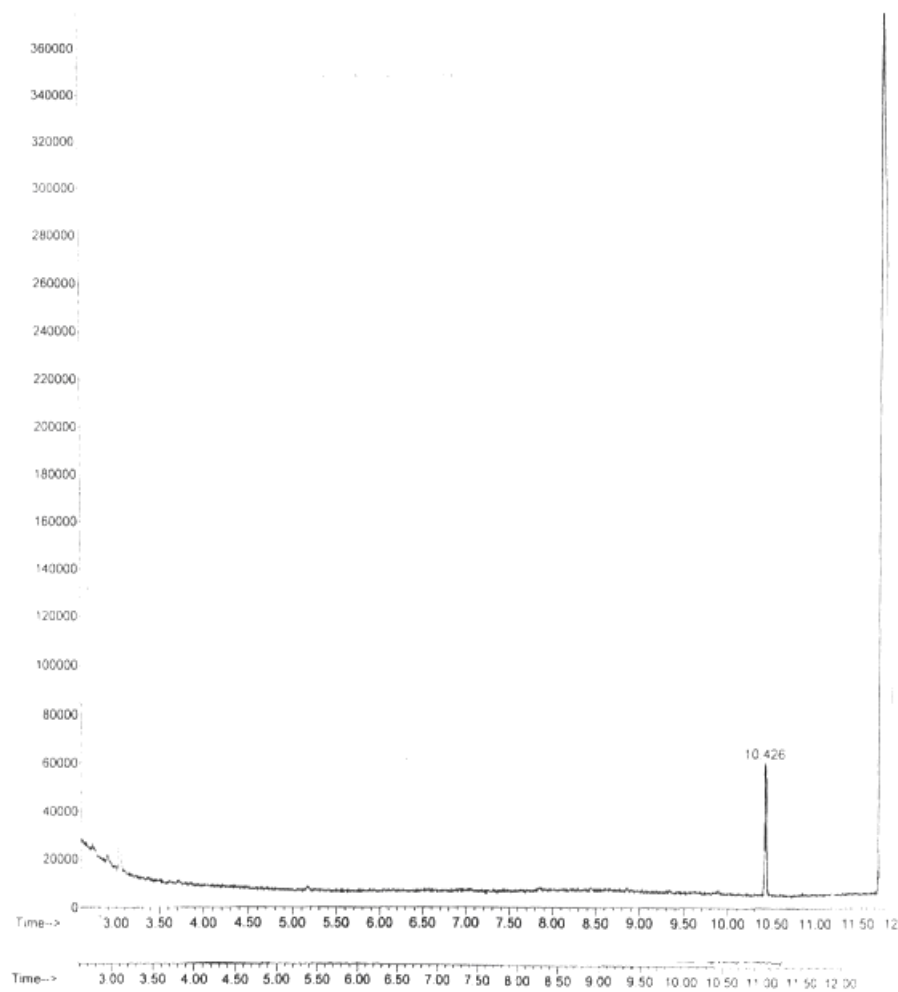


Fig. 4

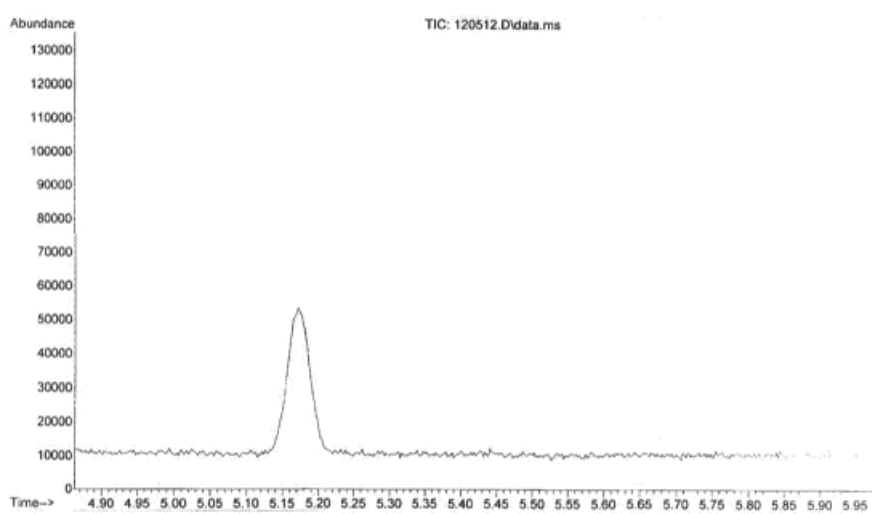


Fig. 5

Комп'ютерна верстка Л. Купенко

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