

**УКРАЇНА****(19) UA (11) 101483 (13) C2**
(51) МПК**A23L 1/03** (2006.01)**G01N 33/64** (2006.01)**G01N 33/02** (2006.01)**G01N 33/03** (2006.01)**ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ****(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД**

(21) Номер заявки:	а 2010 05124	(72) Винахідник(и):	Грін Даррелл (GB), Макколлін Дункан Уїлльям Джон (GB), Ллюеллін Крістофер Томас (GB)
(22) Дата подання заявки:	04.08.2008	(73) Власник(и):	ДЖОНСОН МЕТТІ ПЛС, 40-42 Hatton Garden, London EC1N 8EE, United Kingdom (GB)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід:	10.04.2013	(74) Представник:	Мошинська Ніна Миколаївна, реєстр. №115
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	0718934.3	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	WO 2006/075953 A, 20.07.2006 WO 95/06249 A, 02.03.1995
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	28.09.2007		
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	GB		
(41) Публікація відомостей про заявку:	26.07.2010, Бюл.№ 14		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	10.04.2013, Бюл.№ 7		
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ	PCT/GB2008/050656, 04.08.2008		

(54) СПОСІБ ІДЕНТИФІКАЦІЇ ПРОДУКТУ**(57) Реферат:**

Спосіб ідентифікації продукту, що включає утворення міченого продукту шляхом додання до вказаного продукту індикаторного матеріалу, що включає щонайменше одну індикаторну сполуку, яка є придатною для використання як добавка до харчових продуктів, і подальший аналіз зразка вказаного продукту для визначення присутності вказаної індикаторної сполуки, тим самим визначаючи, чи є вказаний зразок зразком міченого продукту, причому вказаний продукт включає натуральний продукт біологічного походження, вибраний із групи, що складається з рослинних олій та тваринних жирів, і спирту, який використовуються як паливо, а вказана щонайменше одна індикаторна сполука включає карбонільну сполуку.

UA 101483 C2

Даний винахід належить до способу мічення натурального продукту і способів ідентифікації такого продукту з використанням способу мічення. Зокрема, винахід відноситься до способу мічення натурального продукту, зробленого особливим чином або в певному місці.

У цей час величезний комерційний інтерес залучає введення на ринок продуктів, які виробляються економічно і екологічно раціональним шляхом. Все зростаючий політичний тиск, що примушує до скорочення споживання викопних горючих матеріалів, зумовлює зростання виробництва і споживання альтернативних палив, наприклад, що отримуються з відновлювальних джерел, зокрема, таких як біодизельне паливо. Біодизельне паливо включає метиловий складний ефір довголанцюжкових аліфатичних кислот і виходить з рослинних олій (тригліцеридів) реакцією переестерифікації з метанолом. Проблема, пов'язана із зростанням споживання біодизельного палива, полягає в тому, що для вирощування олійних сільськогосподарських культур, з яких виробляють рослинну олію, потрібні великі земельні ділянки. Коли сільськогосподарські культури для одержання біодизельного палива вирощують на землі, яка була незаконно розчищена або виведена із обігу, що передбачає виробництво харчових продуктів, то його одержання може мати небажані наслідки для навколишнього середовища і біологічної різноманітності. Тому існує потреба в створенні способу ідентифікації рослинних олій, які були вироблені екологічно раціональним шляхом. Мета винаходу полягає в представленні такого способу.

Згідно з винаходом, спосіб ідентифікації продукту включає утворення міченого продукту шляхом додавання до вказаного продукту індикаторного матеріалу, що включає щонайменше одну індикаторну сполуку, яка є придатною для використання як добавка в харчові продукти, і подальший аналіз зразка вказаного продукту для визначення присутності вказаної індикаторної сполуки, тим самим визначаючи, чи є вказаний зразок зразком міченого продукту. Концепція мічення придатних їжу продуктів, таких як продовольчі товари, обговорюється в заявці США 2004/0029295, де як маркери для мічення використані плоскі мікрочастинки, на яких витиснені оптично розпізнавані знаки. Мікрочастинки складаються з полімерного матеріалу, загалом що розглядається Управлінням по контролю за продуктами і ліками США як безпечний (GRAS; "Визнаний нешкідливим", офіційне маркування США на ліках і харчових-продуктах): детектування здійснюється візуальним способом, таким як мікроскопія або флуоресценція. Подібним чином, заявка США 2004/081587 обговорює розчин для ідентифікації, чи містив прийнятий пацієнтом лікарський засіб смаково-ароматичні добавки, дозволені до вживання в харчових продуктах. Смаково-ароматичні добавки вибирають по низькій розчинності таких у водних середовищах, таких, які знаходяться в організмі, і також по їх відносно високій леткості. Це означає, що слідові кількості смаково-ароматичних добавок можуть бути виявлені в повітрі, що видихається пацієнтом.

Переважаючий варіант застосування способу полягає в ідентифікації натуральних продуктів біологічного походження, тобто, композиції, яка являє собою рослинне або тваринне джерело або є похідною від таких. Такі продукти включають рослинні олії і тваринні жири, зокрема, такі, придатні для використання як паливо або як харчовий продукт для виготовлення палива, такого як біодизельне паливо. Альтернативні варіанти застосування включають мічення і ідентифікацію спиртів, особливо етанолу і метанолу, які використовуються як палива, наприклад, як "газохол" (бензоспиртова паливна суміш), суміш бензину і етанолу. Інші рідкі продукти також можуть бути помічені і ідентифіковані способом згідно з винаходом. Під "міченням" автори даного винаходу мають на увазі додання індикатора, що ідентифікується або тега (маркера) до продукту з утворенням міченого продукту, причому індикатор згодом можна виявити в зразку продукту хімічним аналізом або іншим шляхом, щоб підтвердити ідентичність зразка як зразка міченого продукту.

У той час як індикаторний матеріал може бути введений в твердий продукт або нанесений на такий у вигляді покриття, спосіб особливо придатний для мічення рідких продуктів, або ж твердих продуктів, в яких індикаторний матеріал може бути диспергований, коли такі знаходяться в розм'якшеному або розплавленому стані. Є переважним, що одержаний мічений продукт включає однорідну або близьку до однорідної суміш індикаторного матеріалу і продукту. У конкретному варіанті здійснення винахід придатний для мічення і ідентифікації масел, одержаних з тварин і рослинних джерел, в тому числі, як приклад, пальмова олія і олії, одержані з соєвих бобів і кукурудзи. Індикатор переважно додають до олії, коли плоди подрібнюють, або незабаром після цього. Альтернативно, індикатор може бути доданий до олії після початкової обробки, щоб уникнути розкладання індикаторної сполуки або сполук в стадії обробки. Індикатор переважно додають до сирій олії перед тим, як її витягують з джерела такого, щоб цей індикатор міг бути достовірно співвіднесений з джерелом. Для забезпечення цього кожне джерело походження, будь те район або індивідуальний виробник, може мати свій

власний унікальний індикаторний матеріал. Цим шляхом ідентичність і джерело партії олії можуть бути визначені аналізом індикатора на будь-якій подальшій стадії обробки, незалежно від того, чи вживається олія для виробництва палива або для будь-якої іншої мети.

Індикаторний матеріал включає щонайменше одну індикаторну сполуку, яка є придатною для використання як добавка до харчового продукту, як консервант, засіб проти злежування, покриття, поживна добавка, жувальна гумка або, переважно, як смаково-ароматична добавка. Переважно індикатор включає сполуку, яка внесена в список дозволених для харчових продуктів добавок Управління по контролю за продуктами і ліками США (FDA), і/або відповідної організації, призначеної Європейською Комісією, і/або іншими організаціями, уповноважених контролювати застосування добавок в харчові продукти в будь-якій галузі, або будь-якій організації, що замінює вищезгадані організації для виконання своєї функції. Особливо придатні сполуки включають такі сполуки, перераховані в:

(i) 1999/217/ЄС: "Рішення Комісії від 23 лютого 1999 року, що стосується реєстрації смаково-ароматичних речовин, що вживаються в харчових продуктах або на таких", складене у виконання Регламенту (Європейського Співтовариства) № 232/96 Європейського Парламенту і Ради від 28 жовтня 1996 року, і/або

(ii) Звід законів США, Титул 21 - Харчові продукти і медикаменти, Розділ 1, Підрозділ В, Частина 172 - "Харчові добавки, дозволені для безпосереднього додання в харчові продукти для споживання людиною", Підрозділ F - "Смаково-ароматичні речовини і родинні субстанції", Секція 172.515 "Синтетичні смаково-ароматичні субстанції і допоміжні засоби".

Посилання на відповідні списки включає посилання на доповнення і зміни в списках, які можуть з'являтися час від часу. Переважно індикаторна сполука досягала статусу GRAS ("загалом визнано нешкідливим") по висновку такої організації, як Асоціація Виробників Ароматизаторів і Екстрактів (FEMA). При виборі як індикаторних сполук таких матеріалів, які відомі як безпечні для додання в харчові продукти, можна позначати продукт індикатором, що ідентифікується, в той же час забезпечуючи можливість вживання міченого продукту в харчових продуктах, якщо це потрібно.

Індикаторна сполука може включати азот- і/або сірковмісні гетероцикли. Придатні індикаторні сполуки з цього класу включають: піразинілметилсульфід, 2,3-диметилпіразин, 2,3-діетил-5-метилпіразин, 5-ацетил-2,4-диметилтіазол. Переважні індикаторні сполуки включають карбонільні сполуки. Особливо переважні кетони, оскільки вони менш чутливі до окиснення і інших форм розкладання з плином часу, ніж альдегіди. Далі, відомо, що жири і олії природного походження можуть окислюватися повітрям, з плином часу приводячи до підвищення рівня вмісту певних альдегідних речовин, що роблять застосування альдегідів як індикаторів менш переважним. Складні ефіри і лактони природним чином присутні в оліях і жирах, і тим самим вони не є переважними індикаторними сполуками для застосування в рослинних оліях. Найбільш переважні індикаторні сполуки включають ароматичні або аліфатичні кетони, які є насиченими, або які містять α,β -ненасичений фрагмент. Менш переважні дикарбонільні сполуки. Придатні індикаторні сполуки включають: пентанон-2, 4-метилпентанон-2, 4-гексенон-3, гептанон-2, гептанон-3, гептанон-4, 6-метилгептанон-3, 2,6-диметилгептанон-4, октанон-2, октанон-3, нонанон-2, нонанон-3, деканон-2, ундеканон-2, ундеканон-6, 3-пентенон-2, 4-гексенон-3, 2-метилгептанон-3, 5-метил-2-гептенон-4, 2,6-диметилгептанон-4, 6-метил-5-гептенон-2, 1-октенон-3, 2-октенон-4, 3-октенон-2, 3-деценон-2, 4-феніл-3-бутенон-2, етилвінілкетон, циклогексанон, 2-циклогексенон, ацетофенон, альфа-йонон, камфора, карвон, дамасценон, бета-дамаскон, фенхон, геранілацетон, ізоментон, нооткатон, зингерон.

Індикаторна сполука може включати природний продукт або синтетичний продукт, в тому числі синтетичний варіант сполуки, що зустрічається в природі. Як індикаторна сполука може бути вибрана сполука, яка відсутня в підлягаючому міченню продукті в неміченій формі такого. Альтернативно, індикаторна сполука може включати сполуку, яка природним чином присутня в неміченому продукті на більш низькому рівні вмісту, ніж концентрація індикаторної сполуки. Індикаторну сполуку переважно вибирають такою, щоб вона була з низькою леткістю, щоб ніякої втрати індикатора не могло відбуватися внаслідок випаровування в умовах зберігання і транспортування продукту до такої міри, яка б значно вплинула б на концентрацію індикатора в продукті. Індикаторний матеріал може містити більше однієї індикаторної сполуки, але переважно містить менш двадцяти індикаторних сполук. Переважно використовують щонайменше два індикатори, переважно від двох до двадцяти індикаторів в індикаторному матеріалі. Коли індикаторний матеріал містить більше однієї індикаторної сполуки, число різних доступних індикаторних матеріалів збільшується, оскільки кожний індикаторний матеріал може бути ідентифікований не тільки по присутності кожної індикаторної сполуки, але також по відносній кількості кожної присутньої індикаторної сполуки. Тому можна скласти дуже велику

кількість індикаторних матеріалів з відносно обмеженого числа придатних індикаторних сполук. Це відкриває можливість того, що кожний виробник може бути асоційований з унікальним індикаторним матеріалом для ідентифікації свого продукту по каналу постачання.

Індикаторний матеріал необов'язково може містити додаткові інгредієнти, такі як інші індикатори, барвники, компатибілізатори, розчинники, розріджувачі і т.д. Придатний розріджувач може включати матеріал, природа якого подібна до природи призначеного для мічення продукту, наприклад, індикаторна сполука може бути диспергована в зразку відповідної рослинної олії, коли індикаторний матеріал мається намір використати для мічення продуктів на основі рослинної олії. Попереднім диспергуванням індикаторної сполуки в такій композиції можна полегшити більш повне диспергування індикатора в продукті. Дозувальні насоси звичайно діють в діапазоні тільки декількох мільйонних частин, тому виявляється необхідним розбавлення індикатора, який буде присутнім в кількості декількох мільярдних частин. Далі, домішування передбачуваних індикаторів в зразок підлягаючої міченню олії буде робити такі більш зручними в поводженні, оскільки деякі з індикаторів в нерозбавленому стані являють собою горючі рідини. Індикаторний матеріал переважно являє собою рідину, і переважно його додають до продукту перевіреним способом, придатним для диспергування заданої, відносно малої кількості індикаторного матеріалу в продукті. Для додання індикаторного матеріалу до продукту, є відповідним застосування дозувального насоса. Як альтернатива, індикаторний матеріал може бути приготований в заданих кількостях або аліквотах, упакованих в індивідуальні контейнери або в розсмоктувані капсули або гранули. Коли вживають капсулу, що розсмоктується, гранулу або таблетку, диспергатор або матеріал капсули переважно формують з матеріалу, який може залишатися в продукті без того, щоб робити такий непридатним для подальшої обробки або для використання в харчових продуктах, якщо це потрібно. Такий матеріал може являти собою воскоподібну тверду речовину, утворену з насиченої/висихаючої олії або жиру з високою молекулярною масою. Деякі необроблені натуральні олії можуть бути майже твердими при температурі 20-25 °C або навіть аж до 50-60 °C, так що може виявитися необхідним нагрівання таких для переведення їх в рідкий стан перед додаванням індикаторного матеріалу, для забезпечення того, щоб могло відбуватися ретельне змішування і диспергування.

Вибрана(і) індикаторна сполука або сполуки повинні бути детектованими в матеріалі продукту при низькому рівні концентрації з використанням доступного методу аналізу. Тому концентрація кожної індикаторної сполуки в продукті повинна бути вищою, ніж межа виявлення такої сполуки для вибраного аналітичного методу. Концентрація кожного індикатора також повинна бути значно вищою, ніж така для будь-якої кількості, що може бути присутньою природним чином. Концентрація індикаторної сполуки в продукті є не більш високою, ніж концентрація, при якій було дозволене застосування сполуки як добавки для харчових продуктів, і звичайно вона складає меншу величину, ніж дозволена концентрація. Звичайно індикаторний матеріал додають до продукту в кількості, при якій дана або кожна індикаторна сполука присутня в продукті в концентрації від 5 мільярдних частин (ppb) до 5 мільйонних частин (ppm), переважно в діапазоні від близько 10-1000 мільярдних частин (ppb), більш переважно 50-500 мільярдних частин (ppb). Кількість індикаторного матеріалу, що додається до продукту, переважно розраховують для створення заданої концентрації вказаної або кожної індикаторної сполуки в продукті, причому концентрацію або відносну концентрацію кожної індикаторної сполуки вибирають для досягнення придатних для ідентифікації характеристик міченого продукту.

Кожна індикаторна сполука є детектованою, переважно кількісно, в зразку продукту придатним методом аналізу. Переважні аналітичні методи включають хроматографію, зокрема, рідинну хроматографію, високоефективну рідинну хроматографію (HPLC), і газову хроматографію (GC), в поєднанні з відповідним детектором. Особливо переважним аналітичним методом для використання у винаході є газова хроматографія в поєднанні з придатним детектором. Переважним детектором для газової хроматографії азотистих і сірчастих гетероциклів є імпульсний полум'яно-фотометричний детектор, тому спосіб позначають як GC-PFPD. Переважним детектором для карбонільмісних сполук є мас-спектрометр, тим самим спосіб називають як GC-MS. Зразок міченого продукту перед аналізом може бути підданий обробці в одній або більше стадіях приготування, таких як розділення, дериватизація (одержання похідних), концентрування і т.д., в залежності від природи індикаторної(х) сполуки(сполук), продукту і вибраного аналітичного методу. Необов'язково, в зразок перед аналізом такого може бути введений матеріал внутрішнього стандарту. Індикаторні сполуки можуть бути відділені від зразка продукту, і в переважному варіанті виконання способу може бути проведено екстрагування відповідним розчинником. Розчинник вибирають так, щоб він не

змішувався із зразком продукту і забезпечував відповідну матрицю для подальшої(их) стадії(ій) аналізу. Як альтернатива, зразок міченого продукту може бути нагрітий в контейнері, і для аналізу може бути відібраний зразок з незаповненого об'єму над продуктом, наприклад, шляхом впорскування в хроматографічну колонку. Індикаторні сполуки необов'язково можуть бути

5 піддані дериватизації зразка продукту або екстрагованої фракції зразка продукту перед проведенням аналізу. Коли продукт являє собою олію або жир, то індикаторні сполуки, як правило, спочатку екстрагують з використанням більш рухомої рідини, яка змішується з реагентом, що використовується для дериватизації. Дериватизацію, якщо таку застосовують, вибирають для підвищення здатності аналітичного методу виділяти і/або ідентифікувати

10 присутні індикаторні сполуки, в порівнянні з іншими сполуками, що знаходяться в зразку. Кваліфікований аналітик здатний вибрати стадії обробки зразка і реагенти для конкретної дериватизації, відповідні для методу, що використовується.

Як приклад буде описаний відповідний аналітичний метод, застосовний в одному переважному варіанті виконання способу згідно з винаходом, який призначений для

15 застосування у виявленні щонайменше одної індикаторної сполуки, що включає кетон, диспергований в пальмовій олії. У першій стадії всі присутні індикаторні сполуки екстрагують з олії шляхом екстракції метанолом. Метанол вибраний в зв'язку з тим, що він не змішується з пальмовою олією, але змішується з водним реагентом для дериватизації і є хорошим розчинником для індикаторних сполук. Може бути вибраний альтернативний придатний розчинник. Збирають шар метанолу, що містить індикаторні сполуки. Потім індикаторні сполуки

20 піддають дериватизації, вводячи одержаний після екстрагування метанольний розчин в реакцію з водним розчином гідрохлориду О-(2,3,4,5,6-пентафторбензил)гідроксиламіну (PFBHA) для утворення відповідних похідних пентафторбензилоксиму. Нарешті, похідні екстрагують з переведенням в органічну фазу, таку як хлороформ, для аналізу і концентрування. Органічний шар, що містить похідні, відділяють, звичайно висушують і потім аналізують з використанням

25 газової хроматографії - мас-спектрометрії (GC-MS). Похідні легше детектувати, ніж початкові кетони, з використанням типових детекторів, які можуть бути додані газовому хроматографу (GC), оскільки вони, як такі, що містять фтор, є більш масивними і також досить сильно відмінними хімічно від будь-якої фонові матриці, яка також могла бути спільно екстрагована. Типові детектори, які можуть бути приєднані до газово-хроматографічного (GC) приладу для аналізу похідних пентафторбензилоксиму, включають детектори електронного захоплення, селективні детектори для визначення галогенів і мас-спектрометри, діючі в режимі реєстрації негативних іонів. Хоча похідні пентафторбензилоксиму можуть мати значно більш тривалі часи

30 елювання, ніж недериватизовані індикатори, часи елювання повинні бути не такими тривалими для основних компонентів пальмової олії, щоб перекривати сигнали похідних індикаторів. Далі, оксимні похідні індикаторів мають спектральні характеристики, які набагато легше розпізнати і кількісно оцінити, чим такі для недериватизованих індикаторів. Альтернативно, кваліфікованим фахівцем можуть бути вибрані і інші придатні реагенти для дериватизації карбонільних сполук, можливо, після деякої звичайної експериментальної роботи.

40 Як альтернативний реагент для дериватизації може бути використаний 2,4-динітрофенілгідразин, але він є менш переважним, оскільки, за дослідними даними, похідні індикаторів були менш легко відмінними від фонові матриці, особливо коли детектором був мас-спектрометр, діючий в режимі іонізації методом електронного удару. Кваліфікований фахівець може вибрати альтернативний метод обробки і аналізу, який розрахований на одержання якісного, або переважне напівкількісного визначення індикаторних сполук в зразку. Можливо також аналізувати індикаторні сполуки безпосередньо в продукті. Там, де продукт являє собою олію або жир, вкрай переважно екстрагувати індикаторну сполуку, щоб уникнути утворення відкладення жирових залишків на аналітичній апаратурі, особливо в хроматографічній колонці.

Далі винахід буде описаний в нижченаведених прикладах.

Приклад 1

Кожний з гептанону-2, октанону-2, нонанону-2 і ундеканону-2 розчинили в сирий пальмовій олії до концентрації 500 мільярдних частин (ppb). Потім 10 мл міченої олії екстрагували з використанням 5 мл метанолу при перемішуванні протягом 1 години при температурі 60 °С.

55 Екстракт, що містить маркери, відділили. До екстракту додали 5 мл водного розчину О-(2,3,4,5,6-пентафторбензил)гідроксиламіну (PFBHA) з концентрацією 1 мг/мл і витримували протягом 2 годин при температурі 60 °С при енергійному перемішуванні. Потім реакційну суміш екстрагували 2,5 мл хлороформу при перемішуванні протягом 20 хвилин при температурі 60 °С. Хлороформний шар, що містить похідні, відділили і висушили пропусканням через ватний тампон перед аналізом методом газової хроматографії - мас-спектрометрії (GC-MS) в режимі

60

хімічної іонізації з утворенням негативних іонів (NCI). Як обладнання для газової хроматографії - мас-спектрометрії (GC-MS) використали газовий хроматограф Agilent® 6890 GC з масо-селективним детектором Agilent 5973, обладнаний капілярною колонкою J&W Scientific™ HP-5 (довжина 30 м, внутрішній діаметр 0,32 мм, товщина стаціонарної фази 0,25 мм). Початкова температура печі становила 50 °C, яку підтримували протягом 5 хвилин, потім підвищували з швидкістю 16,67 °C на хвилину до температури 300 °C і витримували протягом 20 хвилин.

При використанні цих умов проводили аналіз в режимі хімічної іонізації з утворенням негативних іонів (NCI) з метаном як реакційним газом. Температури іонного джерела і квадрупольного масового фільтра були налаштовані на 154 °C і 150 °C, відповідно. Іонні маси, відповідні іонам [M-20], відстежували в режимі сканування по селективно вибраних іонах (SIM) для ідентифікації індивідуальних маркерів. Для кожного іона, що представляє інтерес, використали хроматограму по виділених іонах для вимірювання площ піків. Для похідних гептанону-2, октанону-2, нонанону-2 і ундеканону-2 як індикатори відстежували сигнали зі значенням m/e 289, 303, 317 і 345, відповідно. Фіг. 1 показує картину накладення, складену з кожної хроматограми по виділених іонах.

Приклад 2

Кожний з 2-метилгептанону-3, ундеканону-6, етилвінілкетону, 5-метил-2-гептенону-4 і 2,6-диметилгептанону-4 розчинили в сирій пальмовій олії до концентрації 500 мільярдних частин (ppb). Потім 10 мл міченої олії екстрагували з використанням 5 мл метанолу при перемішуванні протягом 1 години при температурі 60 °C. Екстракт, що містить маркери, відділили. До екстракту додали 5 мл водного розчину О-(2,3,4,5,6-пентафторбензил)гідроксиламіну (PFBHA) з концентрацією 1 мг/мл і витримували протягом 2 годин при температурі 60 °C. Потім реакційну суміш екстрагували 2,5 мл хлороформу при перемішуванні протягом 20 хвилин при температурі 60 °C. Хлороформний шар, що містить похідні, відділили і висушили пропусканням через ватний тампон перед аналізом методом газової хроматографії - мас-спектрометрії (GC-MS) з використанням такого ж обладнання і методу, які описані в Прикладі 1. Для похідних 2-метилгептанону-3, ундеканону-6, етилвінілкетону, 5-метил-2-гептенону-4 і 2,6-диметилгептанону-4 як індикатори відстежували сигнали зі значенням m/e 303, 345, 259, 301 і 317, відповідно. Фіг. 2a і 2b показують картини накладення, складені з кожної хроматограми по виділених іонах.

Хоча методики, описані в прикладах, включають маніпуляції, що повторюються, все-таки можлива кількісна оцінка індикаторних сполук. Відносне стандартне відхилення (RSD) сигналів для сполук, згаданих в прикладах 1) і 2), було знайдено на рівні в середньому 5-6 %. Це значення відносного стандартного відхилення (RSD) було одержане при використанні процедури аналізу, описаної для кожної з індикаторних сполук, вказаних в прикладах, або в поєднанні, або окремо, в п'яти окремих зразках. Далі, знання невизначеності, пов'язаної з методологією, прийнятою в прикладах, дозволяє відстежувати індикаторні сполуки протягом протяжного періоду, і робити висновки відносно їх стабільності або всього іншого. Не спостерігалось розкладання, що заслуговує будь-яких згадок, коли індикаторні сполуки присутні в олії, навіть при зберіганні при температурі 40 °C протягом шести тижнів. Далі, не відбувалося ніякого відділення індикаторних сполук від олії при зберіганні при температурі нижче температури навколишнього середовища.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб ідентифікації продукту, що включає утворення міченого продукту шляхом додання до вказаного продукту індикаторного матеріалу, що включає щонайменше одну індикаторну сполуку, і подальший аналіз зразка вказаного продукту для визначення присутності вказаної індикаторної сполуки, тим самим визначаючи, чи є вказаний зразок зразком міченого продукту, який **відрізняється** тим, що вказана щонайменше одна індикаторна сполука є придатною для використання як добавки до харчових продуктів, при цьому вказаний продукт включає натуральний продукт біологічного походження, вибраний із групи, що складається з рослинних олій та тваринних жирів, і спирту, який використовується як паливо, а вказана щонайменше одна індикаторна сполука включає карбонільну сполуку.

2. Спосіб за п. 1, в якому індикаторну сполуку вибирають з групи, що складається з пентанону-2, 4-метилпентанону-2, 4-гексенону-3, гептанону-2, гептанону-3, гептанону-4, 6-метилгептанону-3, 2,6-диметилгептанону-4, октанону-2, октанону-3, нонанону-2, нонанону-3, деканону-2, ундеканону-2, ундеканону-6, 3-пентенону-2, 4-гексенону-3, 2-метилгептанону-3, 5-метил-2-гептенону-4, 2,6-диметилгептанону-4, 6-метил-5-гептенону-2, 1-октенону-3, 2-октенону-4, 3-октенону-2, 3-деценону-2, 4-феніл-3-бутенону-2, етилвінілкетону, циклогексанону, 2-

циклогексенону, ацетофенону, альфа-іонону, камфори, карвону, дамасценону, бета-дамаскону, фенхону, геранілацетону, ізоментону, нооткатону і зингерону.

3. Спосіб за п. 1, в якому вказана індикаторна сполука включає азот- і/або сірковмісний гетероцикл.

5 4. Спосіб за п. 3, в якому вказану індикаторну сполуку вибирають з групи, що складається з піразинілметилсульфіду, 2,3-диметилпіразину, 2,3-діетил-5-метилпіразину і 5-ацетил-2,4-диметилтіазолу.

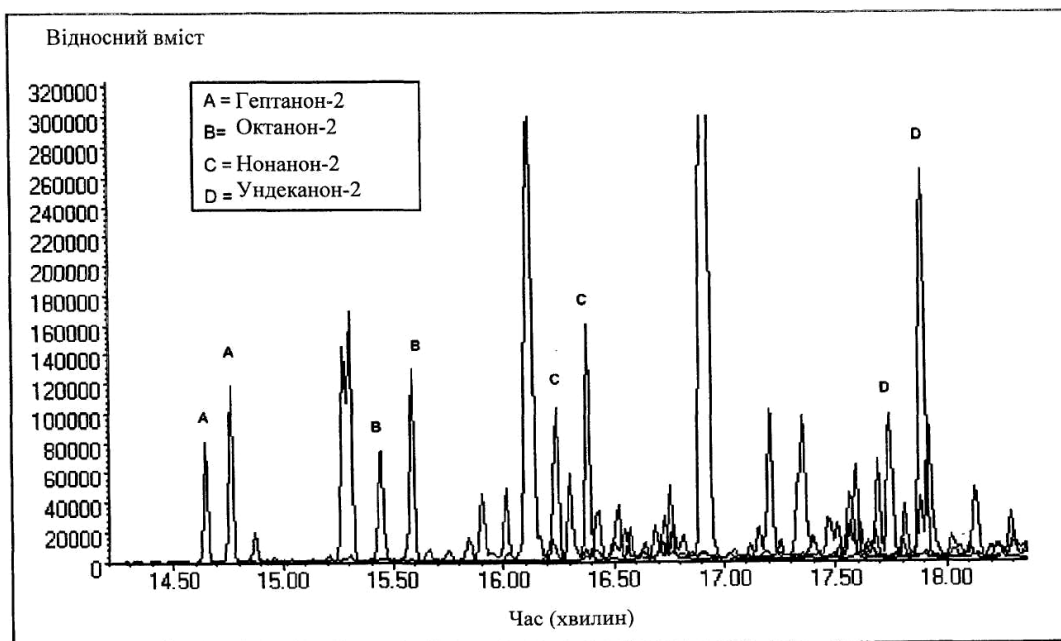
5. Спосіб за п. 1, в якому індикаторний матеріал додають до продукту в кількості, розрахованій для забезпечення заданої концентрації вказаної або кожної індикаторної сполуки в продукті.

10 6. Спосіб за п. 5, в якому індикаторний матеріал додають до продукту в кількості, розрахованій для створення концентрації вказаної або кожної індикаторної сполуки в продукті при концентрації в діапазоні від 5 мільярдних частин (ppb) до 5 мільйонних частин (ppm).

7. Спосіб за п. 5, в якому індикаторний матеріал включає більше однієї індикаторної сполуки, причому відносні кількості індикаторних сполук вибирають для забезпечення характеристик міченого продукту, що ідентифікуються, і аналіз зразка для ідентифікації присутності індикаторного матеріалу проводять шляхом ідентифікації характеристичних відносних кількостей індикаторних сполук.

8. Спосіб за п. 1, в якому вказаний аналіз проводять з використанням рідинної хроматографії, газової хроматографії або комбінації газової хроматографії з імпульсним полум'яно-фотометричним детектором або з мас-спектрометром.

20 9. Спосіб за п. 1, в якому щонайменше одну з індикаторних сполук, присутніх в зразку, відділяють від продукту, піддають дериватизації або концентрують перед аналізом.



Фіг.1

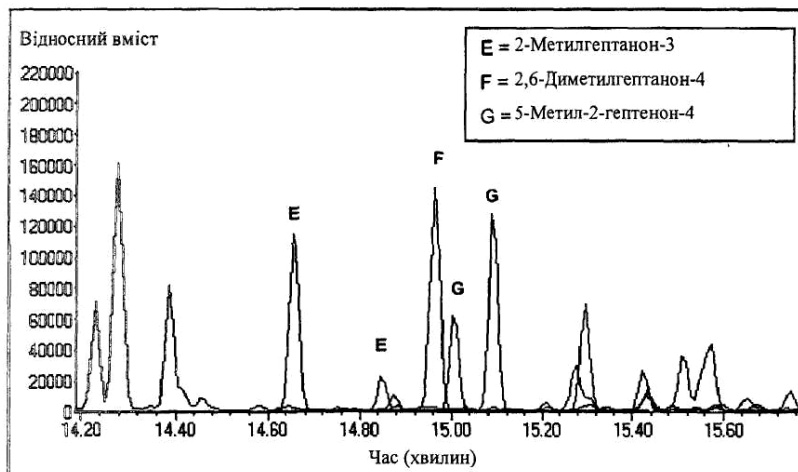


Fig.2a

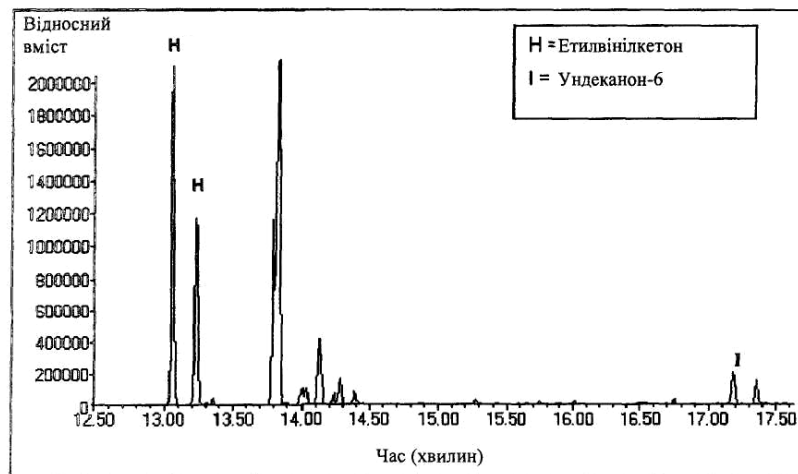


Fig.2b

Комп'ютерна верстка М. Ломалова

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