

14. ВИЗНАЧЕННЯ ВОСКОПОДІБНИХ РЕЧОВИН В ОЛІЯХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЇ ХРОМАТОГРАФІЇ

М.І. Осейко

Національний університет харчових технологій

О.В. Голубець, В.А. Кіщенко, С.М. Шкаруба

ДП «Укрметртестстандарт»

Визначення масової частки воскоподібних речовин є невід'ємною складовою в процесі контролю якості вимороженої соняшникової олії, і регламентується ДСТУ 4492:2005 «Олія соняшникова. Технічні умови». Крім того, вміст восків є одним з показників, що використовуються для встановлення виду оливкової олії (першого віджиму або екстракційної). Тому удосконалення методу визначення воскоподібних речовин належить до актуальних задач.

У ДСТУ 4602:2006 «Олії. Методи визначення воскоподібних речовин» наведено гравіметричний метод визначення восків та метод, що базується на колонковій хроматографії із застосуванням суміші чистого силікагелю та силікагелю, обробленого нітратом срібла. Перший метод не придатний для визначення слідових кількостей воску, а другий вимагає значних витрат коштів та часу на приготування сорбенту.

Нами запропоновано методу визначення воскоподібних речовин в рослинних оліях методом газової хроматографії з попередньою очисткою на колонці, заповненій силікагелем.

Для виділення фракції воскоподібних речовин було застосовано скляну колонку довжиною 40 см з внутрішнім діаметром 15 мм, заповнену силікагелем з розміром гранул 60 — 200 мкм. Для видалення природних алканів колонку промивали н-гексаном, після чого вимивали воски сумішшю гексана і діетилового ефіру. Для візуального контролю у розчин зразка додавали 1 % розчин Судану-1. Фракцію, що містить воски, упарювали, розчиняли у хлороформі і перенесли в віал для наступного визначення методом газової хроматографії. Для кількісного визначення воскоподібних речовин у зразок додавали розчин внутрішнього стандарту — пальмітил пальмітату.

Визначення восків проводили на газовому хроматографі CP-3800 (Varian), оснащеному капілярною колонкою MET-Biodiesel (Supelco, кат. № 28668-U)

довжиною 14 м, з внутрішнім діаметром 0,53 мм і товщиною фази 0,16 мкм. Температура випаровувача та детектора (ПД) становила 390 °С, швидкість потоку газу-носія (гелій) — 5,0 мл/хв., температурна програма термостату колонок — від 180 до 380 °С.

Для ідентифікації компонентів та визначення масової частки восків використовувався розчин кристалізованого воску, виготовленого із сирової соняшникової олії.

При визначенні масової частки воскоподібних речовин у зразках соняшникової та оливкової олії встановлено, що коефіцієнт повернення, розрахований на підставі випробувань зразків з добавкою та результатів вимірювання концентрації внутрішнього стандарту, становить 95 — 100 %. (рис.1 — 3). Таким чином, використання запропонованого методу дозволяє проводити якісне та кількісне визначення восків в соняшниковій та оливковій оліях.

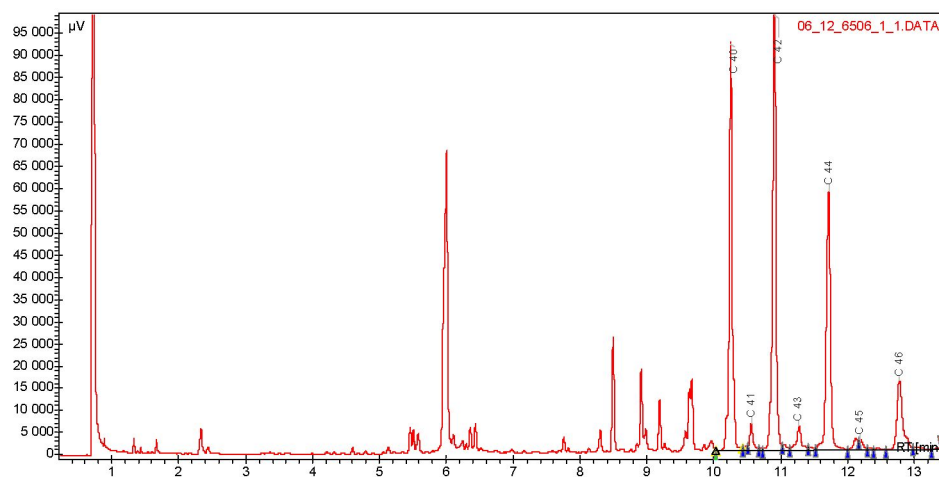


Рис. 1. Хроматограма фракції воскоподібних речовин оливкової олії.

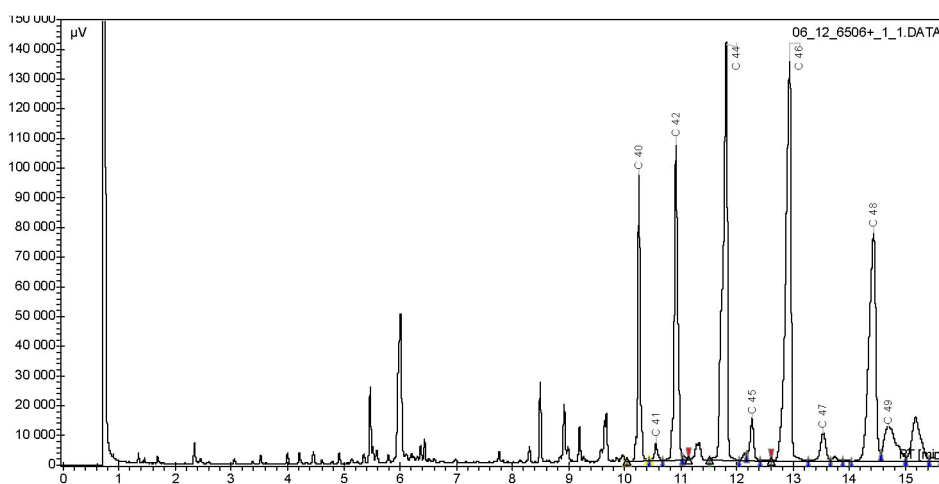


Рис.2 Хроматограма фракції воскоподібних речовин оливкової олії з добавкою воску соняшнику

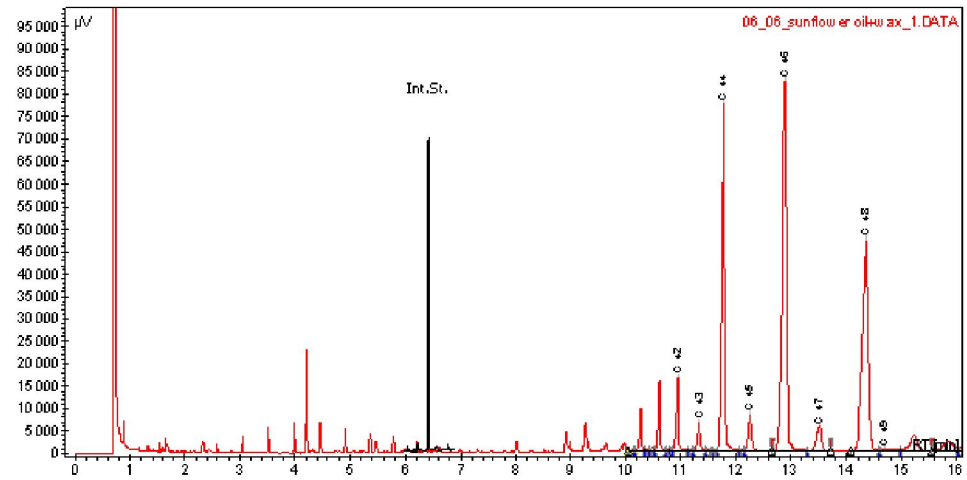


Рис. 3 Хроматограма фракції воскоподібних речовин соняшникової олії з внутрішнім стандартом