



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **125**

(51) **МПК(2006) С 07**
С 37/00; 29/00;
39/00; 39/04; 39/08

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения**

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

(21) 0800169

(22) 08.01.2008

(46) Бюл.50 (2), 2008

(71) Холиков Ш.Х. (ТJ); Алиева С.В. (ТJ); Иброхимов Д.Э. (ТJ).

(72) Холиков Ш.Х. (ТJ); Алиева С.В. (ТJ); Иброхимов Д.Э. (ТJ).

(73) Холиков Ш.Х. (ТJ); Алиева С.В. (ТJ); Иброхимов Д.Э. (ТJ).

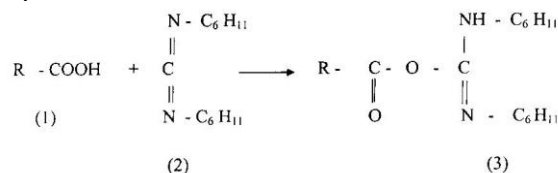
(54) **СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФЕНОЛОВ В ФЕНОЛСОДЕРЖАЩИХ МАСЛАХ.**

(56) 1.Крешков А.П. и другие. Кислотно-основное титрование в неводных растворах. М. 1967. стр.63, 112, 113

2. Государственная фармакопея СССР. Медгиз. М. 1961. т.9. Стр.336

(57) Изобретение относится к пищевой промышленности и медицине, а именно к способам определения фенолов в растительных маслах и может быть использовано в пищевой промышленности при определении фенолов в фенолсодержащих маслах.

Способ определения фенолов в фенолсодержащих маслах заключается в том, что семена плодов растений измельчают. Полученные масла экстрагируют хлороформом в аппарате Сокслета и титруют. К определенному объёму полученного масла прибавляют блокирующий реагент карбоксильной группы алифатических кислот N, N - дициклогексилкарбодиимид, смесь перемешивают в течение 2-х часов на магнитной мешалке и оставляют на сутки. Затем, добавляют 3-4 капли 1 % спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,3 н. КОН в изопропанол до появления малиновой окраски. Количество прибавляемого блокирующего реагента карбоксильной группы алифатических кислот N, N - дициклогексилкарбодиимида определяют по схеме



Изобретение относится к пищевой промышленности и медицине, а именно к способам определения фенолов в растительных маслах и может быть использовано в пищевой промышленности при определении фенолов в фенолсодержащих маслах.

Известен потенциометрический способ определения фенолов, используемый при кислотно-основном титровании в неводных растворах, в частности, в маслах, основанный на измерении потенциала электрода погруженного в анализируемый раствор и на основании полученных результатов титрования строят график кривых потенциометрического титрования в координатах: E (мВ), объём титранта (мл) и определяют точку эквивалентности как точку перегиба и исходя из того проводят расчёт [1].

Недостаток этого способа заключается в том, что наряду с титрованием фенолов также титруются свободные жирные кислоты, а это на прямую повлияет на получение точных результатов.

Наиболее близким к предлагаемому является способ бромметрического титрования для количественного определения фенолов в фенолсодержащих препаратах, включающий измельчение семян или мякоти плодов и экстрагирования. Точную навеску вещества растворяют в воде, отбирая определенное количество аликвоты, титруют спиртовым раствором щелочи и по объёму титранта пошедшего на титрование определяют содержание фенолов [2].

Недостатком данного способа является то, что в нём применяется бронирующий реагент и серная кислота, в результате взаимодействия, которых образуется свободный Br_2 , что для растительных масел является неприемлемым, так как бронируются двойные связи радикальной части непредельных кислот глицеридов и свободных органических кислот. Избыток серной кислоты приводит к гидролизу сложноэфирной связи триглицеридов масла.

Целью изобретения является разработка нового и более качественного метода определения фенолов в растительных маслах.

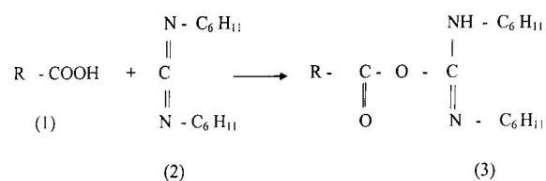
Указанная цель достигается тем, что в качестве растительного сырья используют 65 г семян «Лопуха» и масла экстрагируют хлороформом, а также этилацетатом, получают 11,6 г (15,99мл) (17,6%) и 11,33 г (15,62 мл) (17,2%) соответственно чистого масла.

1,32г(1,81 мл) полученного масла растворяют в 20мл изопропаноле, прибавляют 0,4 г реагента N,N - дициклогексилкарбодиимида и смесь перемешивают в течение 2-х часов на магнитной мешалке, оставляют на сутки и титруют спиртовым раствором щелочи, а количество присутствующего фенола (фенолов) определяют по объёму титранта пошедшего на титрование.

Способ осуществляется следующим образом:

В качестве растительного сырья используют семена дикорастущего лопуха, которого измельчают и масла экстрагируют хлороформом или этилацетатом в аппарате Сокслета, далее к определенному объёму полученного масла прибавляют соответствующую количество N,N-дициклогексилкарбодиимида, как блокирующего реагента карбоксильных групп алифатических кислот.

Согласно схеме реакции блокирующий реагент N,N- дициклогексилкарбодиимид (2) специфично связывает карбоксильную группу свободных органических кислот (1) в масле, оставляя при этом свободно ОН групп фенолов, причиной которого является низкая кислотность (pK_a 9,98-9,95) и наличии пространственного фактора, связанного с объёмным размером N, N- дициклогексилкарбодиимида, резонирующего ароматическое ядро фенола и близко расположенных гидроксильных групп в ароматическом кольце.



Для сравнения берут реагенты фенол (хч) и пирокатехина (хч), взаимодействуют с N, N- дициклогексилкарбодиимидом и титруют спиртовым раствором щелочи (примеры 2, 3).

Пример 1: В аппарате Сокслета загружают 65 г сухих измельченных семян «Лопуха» и экстрагируют хлороформом в течение 6-8 часов. Растворитель отгоняют в вакууме на роторном испарителе при остаточном давлении 10 - 12 мм рт. ст. и температуре 30 - 40 С. Остаток представляет собой темнокоричневое масло. Выход масла составляет 11,6 г (15,99мл), (17,6%); $[d]_4^{20}$ 0,7253; $[\alpha]_D^{24}$ 1, 4735, кислотное число (К.ч.) 39,0; йодное число (И.ч.) 14,;

Пример 2: 0,0770 г фенола (хч) растворяют в 5 мл изопропанола, прибавляют 4 капли 1 % спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,3 н. раствором КОН в изопропаноле до появления устойчивой малиновой окраски. Объём титранта, пошедший на титрование фенола составляет 0,25 мл. Титрование проводят трижды для получения среднего результата. Параллельно проводят холостой опыт (без фенола). Объём титранта, пошедший на холостой опыт составляет 0,008 мл. Экспериментально установлено, что 1 мл 0,3 н. раствора КОН в изопропаноле соответствует 0,3 г фенола.

Пример 3: 0,1150 г пирокатехина (хч) растворяют в 2 мл изопропанола, добавляют 0,24 г N, N- дициклогексилкарбодиимида, перемешивают на магнитной мешалке 2 часа и оставляют на сутки. Затем к раствору прибавляют 3-4 капли 1% раствора фенолфталеина и титруют 0,3 н. раствором

КОН в изопропанол. Титрование проводят трижды до получения среднего результата. Объем титранта, пошедшего на титрование, составляет 0,075 мл.

Пример 4: 1,32 г (1,81 мл) свежеекстрагированного масла семян лопуха (пример 1), растворяют в 20 мл изопропанола и добавляют 0,4 г N, N - дициклогексилкарбодиимида. Смесь перемешивают 2 часа на магнитной мешалке и оставляют на сутки. Затем к содержимому добавляют 3-4 капли

1 % спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,3 н. КОН в изопропанол до появления малиновой окраски. Объем титранта, пошедшего на титрование, составил 0,27 мл, соответствующего 0,414 г пирокатехина (31,4%), согласно примеру 3.

Пример 5: В условиях примера 4, на 0,71 г (0,97 мл) масла «Лопуха» экстрагированного этилацетатом, расходуется 0,17 мл титранта, соответствующего 0,18 г пирокатехина (27%).

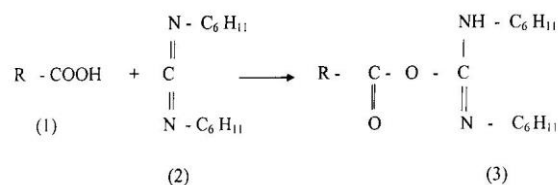
ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ определения фенолов в фенолсодержащих маслах заключающийся в том, что семена плодов растений измельчают, экстрагируют и титруют, **отличающийся тем, что** к определенному объему полученного масла прибавляют блокирующий реагент карбоксильной группы алифатических кислот N, N - дициклогексилкарбодиимид, смесь перемешивают в течение 2-х часов на магнитной мешалке, оставляют на сутки, добавляют 3-4 капли 1 % спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,3 н. КОН в изопропанол до появления малиновой окраски.

2. Способ по п. 1, **отличающийся тем, что**

масла экстрагируют хлороформом в аппарате Сокслета.

3. Способ п. 1, **отличающийся тем, что** количество прибавляемого блокирующего реагента карбоксильной группы алифатических кислот N, N - дициклогексилкарбодиимида определяют по схеме:



Компьютерный набор: Назарова Дж.

Заказ

Тираж

Подписное

Национальный патентно-информационный центр РТ
734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а.