

ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ КАК СРЕДСТВО ИССЛЕДОВАНИЯ КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЙ В ТАМОЖЕННЫХ ЦЕЛЯХ

© 2012 Е. В. Грехнёва¹, С. А. Ефанов², И. В. Горшкова³

¹канд. химических наук,
доц. каф. химии
e-mail: grekhnyovaev@yandex.ru

Курский государственный университет

²начальник экспертно-исследовательского отдела №1
e-mail: exotdel@kursktelecom.ru

³начальник отдела экспертизы пищевых товаров
e-mail: labryansk@yandex.ru

ЭКС-филиал ЦЭКТУ г. Брянск

Предложена экспресс-методика исследования кондитерских изделий из сахара на предмет содержания какао-продуктов методом тонкослойной хроматографии. Проанализирован ряд образцов карамели, проведены сравнительные испытания.

Ключевые слова: тонкослойная хроматография, теобромин, теофиллин, кофеин, какао-продукты, кондитерские изделия, таможенная экспертиза.

Одним из часто фальсифицируемых продуктов является шоколад и кондитерские изделия на его основе.

Фальсификация шоколада осуществляется, как правило, путем замены какао-масла, какао-порошка, а также какао тертого на эквиваленты или заменители масла-какао, порошок какавеллы или иные компоненты, придающие изделиям характерный коричневый цвет.

Достаточно часто добавление эквивалентов или заменителей масла-какао встречается у импортных продуктов, так как во многих зарубежных странах добавление растительных жиров и других заменителей какао-масла в шоколад и шоколадные изделия не считается фальсификацией. В странах ЕС соответствующей директивой разрешено при производстве плиточного шоколада применять до 5 % эквивалентов и/или заменителей какао-масла. Следует отметить, что шоколад, а также кондитерские изделия, содержащие какао, при ввозе на территорию Российской Федерации облагаются минимальной ставкой ввозной таможенной пошлины.

Целью данной работы являлось изучение возможности определения наличия какао-продуктов, в частности какао-порошка и какао тертого, в кондитерских изделиях из сахара с целью выявления фальсификации и недостоверной классификации товара в соответствии с Единой товарной номенклатурой внешнеэкономической деятельности таможенного союза.

Кондитерские изделия из сахара, содержащие какао, включаются в товарную позицию 1806, в то время как большая часть готовых изделий из сахара в твердом и полутвердом виде, обычно пригодных для непосредственного употребления в пищу и совокупно именуемых сладостями, кондитерскими изделиями или конфетами, но не содержащих какао, классифицируются в товарную позицию 1704.

Какао-бобы, а также продукты их переработки: какао-порошок и какао тертое отличаются – сложным химическим составом. В их состав входят: вода, жир (какао-масло), белковые вещества, углеводы, дубильные, красящие, ароматические вещества, органические кислоты, клетчатка, витамины, минеральные вещества, а также алкалоиды (теобромин и кофеин).

В качестве маркера нами был выбран алкалоид теобромин, содержание которого согласно литературным источникам в какао-бобах составляет 1–3 %.

В качестве одного из возможных методов идентификации теобромина был выбран метод тонкослойной хроматографии как максимально простой, дешевый и доступный, отличающийся в то же время достаточно высокой чувствительностью.

Для хроматографии в тонком слое использовали пластины «Sorbfil» ПТСХА-П-А-УФ. Пластины перед анализом активировали в сушильном шкафу при температуре 100 ± 5 °С в течение 30 мин.

Разделение проводили в следующих системах растворителей:

система 1 – смесь ацетона, толуола, этанола, 25 %-го раствора аммиака в объемных соотношениях 45:45:11:5;

система 2 – смесь ацетона, толуола, изопропанола, 25 %-го раствора аммиака в объемных соотношениях 45:45:7:3.

В качестве раствора сравнения использовали раствор теобромина с концентрацией 0,1 мг/мл, который получали следующим образом.

В мерной колбе с шлифованной пробкой вместимостью 50 см³ взвешивают 250 мг теобромина. Добавляют 10 см³ 25 %-го раствора аммиака, выдерживают при 30–40°С до полного растворения вещества. Раствор охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки водой и перемешивают. Затем в колбу вместимостью 50 см³ отбирают 1 мл полученного раствора, доводят до метки этанолом. В качестве «свидетелей» также можно использовать спиртовые растворы фармацевтических кофеина и теофиллина с концентрацией ~ 0,1 мг/мл.

Проведенные исследования показали, что выбранные системы растворителей позволяют разделять пуриновые алкалоиды (кофеин, теобромин, теофиллин), (табл. 1).

Таблица 1

Величины R_f для теобромина, теофиллина и кофеина

	R _f	
	Система 1	Система 2
Кофеин	0,62	0,44
Теобромин	0,44	0,29
Теофиллин	0,34	0,22

При исследовании кондитерских изделий теобромин экстрагировали путем обработки 2–5 г образца 5–6 мл экстрагента. Для экстракции использовали смесь толуола, этанола и 25 %-го раствора аммиака в объемных соотношениях 3:2:0,5. При исследовании жиросодержащих изделий изделие или его часть в количестве 5–10 г обрабатывали небольшим количеством дистиллированной воды при комнатной температуре. Полученную суспензию пропускали через бумажный фильтр. Фильтрат упаривали до состояния вязкой массы, из которой затем экстрагировали теобромин. На пластину наносили 30–50 мкл экстракта и 5–10 мкл стандартного раствора теобромина. Идентификацию хроматографических зон теобромина осуществляли по величине R_f раствора сравнения в УФ-камере с длиной волны УФ излучения 254 нм.

По приведенной методике были исследованы 20 образцов карамели Украинского производства, в рецептуру которых, согласно информации на упаковке, входит какао-порошок либо какао тертое. При этом в девятнадцати случаях на хроматограммах

экстрактов исследуемой карамели была выявлена зона, соответствующая по форме и значению R_f хроматографической зоне теобромину на хроматограмме «свидетеля». В одном случае указанной зоны обнаружить не удалось.

Для проверки воспроизводимости полученных результатов по приведенной выше методике три образца карамели были исследованы в трех независимых лабораториях.

Были выбраны следующие свободные образцы:

1) карамель «УПИ-Малиновый звон», производства «Мариупольская кондитерская фабрика», Украина;

2) карамель «УПИ-Мандариновый аромат», производства «Кремнечугская кондитерская фабрика», Украина

3) конфеты «Джели», производства ОАО «Винницкая кондитерская фабрика», Украина.

Исследование выбранных свободных образцов проводилось:

1) в экспертно-исследовательском отделе №1 ЭКС-филиала ЦЭКТУ, г. Курск;

2) отделе экспертизы пищевых товаров ЭКС-филиала ЦЭКТУ, г. Брянск;

3) научно-исследовательской лаборатории органического синтеза, г. Курск.

Результаты исследований сведены в таблицу 2.

Таблица 2

Результат исследования карамели независимыми лабораториями

	Образец №1	Образец №2	Образец №3
ЭИО №1, ЭКС-филиала ЦЭКТУ, г. Курск	Установлено наличие какао-порошка или какао тертого	Установлено наличие какао-порошка или какао тертого	Какао-продуктов не обнаружено.
ОЭПТ ЭКС-филиала ЦЭКТУ, г. Брянск	Установлено наличие какао-порошка или какао тертого	Установлено наличие какао-порошка или какао тертого	Какао-продуктов не обнаружено
НИЛ органического синтеза, г. Курск	Установлено наличие какао-порошка или какао тертого	Установлено наличие какао-порошка или какао тертого	Какао-продуктов не обнаружено

Проведенные исследования показали, что метод тонкослойной хроматографии по предлагаемой методике позволяет надежно выявлять теобромин в кондитерских изделиях из сахара, содержащих какао-порошок или какао тертое при его содержании от 1 г/кг. При этом метод отличается простотой исполнения, высокой экспрессностью и низкой себестоимостью.

Библиографический список

CODEX STAN 141 – 1983 «Какао-крупка, какао тертое, какао-жмых и какао-мель для использования в производстве продуктов из какао и шоколада».

Драгилев А. И., Остащенко Н. В., Войно Л. И. Шоколад, пралине сырье, технология, оборудование, теххимический и микробиологический контроль: справ. М.: ДеЛи принт, 2007.

Единый таможенный тариф Таможенного союза. М., 2010

Зефирова Н. С. Химическая энциклопедия. Т. 4. М.: Большая рос. энцикл., 1995.

Кнунянц И. Л. Большой энциклопедический словарь. Химия. М.: Большая рос. энцикл., 2000.