

# Vékonyréteg-kromatográfiai módszer benzooesav specifikus kimutatására

ZENÉN E. VIDAUD CANDEBAT és MIGUEL O. GARCIA ROCHÉ\*  
Toxicológiai Laboratórium, I. N. H. E. M. Infanta 1158 Línea del Ferrocarril, Havanna, Kuba

Érkezett: 1982. január 2.

A benzooesavat és a szorbinsavat széles körben alkalmazzák növényi eredetű élelmiszerek tartósítására (pl. zöldség konzervek, gyümölcsle, bor, befőttek), mivel késlelteti a gombák szaporodását. A szalicilsavat hasonló célból használják fel, mostanában azonban ritkábban kerül sor alkalmazására. Ezek az adalékok enyhén toxikus hatásúak, és ezért néhány országban szabályozták a legmagasabb megengedhető szinteket.

Ezen és más fungisztikus anyagok kimutatására és mennyiségi meghatározására számos módszert használnak. A meghatározás előtt élelmiszerekből általában desztillálással vagy extrahálással történik az izolálás. A vékonyréteg-kromatográfiai módszerek is megfelelőek (1, 2, 3) annak ellenére, hogy a benzoé- és a szorbinsavat nehéz elválasztani. A szorbinsav specifikus reagensekkel mutatható ki (3), de a benzooesavra specifikus előhívó eddig még nem ismert, ezért élelmiszerekben egyidejű jelenlétük esetén kimutatásuk nem könnyű.

Ebben a közleményben olyan, a benzooesav kimutatására szolgáló módszert ismertetünk, amely alkalmazható egyéb fungisztikus anyagot (szorbinsavat vagy szalicilsavat) tartalmazó élelmiszerben is. Az ebből származó információ felhasználható az élelmiszerekben jelenlevő adalékok helyes spektrofotometriás mérésére.

## Módszerek

1. Tartósítószer extrahálása paradicsompüréből.  
Hígítsuk fel a mintát (25 g) 25 cm<sup>3</sup> vízzel. Adjunk hozzá néhány csepp 85% foszforsavat és extraháljuk etiléterrel (2 × 10 cm<sup>3</sup>). Mossuk át az egyesített extraktokat vízzel, és szárítsuk vízmentes nátriumszulfáttal. Pároljuk be az étért, és a maradékot oldjuk fel 0,5 cm<sup>3</sup> etanolban, és kromatografáljuk az aliquot részét vékonyrétegen.
2. Tartósítószer extrahálása borból  
25 cm<sup>3</sup> mintát hígítsunk fel 25 cm<sup>3</sup> vízzel. Adjunk hozzá 2 cm<sup>3</sup> 4N foszforsavat és kétszer extraháljuk etil-éter és 40–60 °C forrponú petroléter 1:1 arányú keverékével, minden egyes alkalommal 25 cm<sup>3</sup> keveréket használva. Mossuk át a keveréket vízzel (2 × 10 cm<sup>3</sup>), és szárítsuk vízmentes nátrium szulfáttal. Távolítsuk el az oldószert rotációs bepárlóban, oldjuk

\* Szerzők magyarországi tanulmányútja alkalmával készült dolgozat (szerk.)

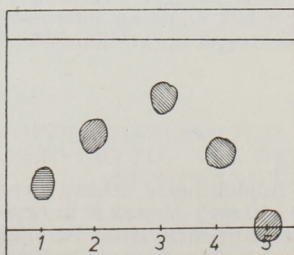
fel a maradékot 0,5 cm<sup>3</sup> etanolban, és aliquot részt alkalmazunk a rétegkromatográfiás kifejlesztésénél.




### 3. Tartósítószeres extrahálása sajtból.

25 g aprított mintához adjunk 25 cm<sup>3</sup> vizet, 2 cm<sup>3</sup> 4N foszforsavat, és homogenizáljuk, majd etil-éterrel extraháljuk az (1) szerint. Extraháljuk az éteres oldatot 0,1N nátriumhidroxiddal (2×10 cm<sup>3</sup>), a lipideket tartalmazó éter-fázist dobjuk el. Savazzuk a vizes fázist foszforsavval és extraháljuk 2×10 cm<sup>3</sup> etil-éterrel. Mossuk, szárítsuk és a továbbiakban a fent leírtak szerint járunk el.

## Anyagok

- I. Szilikagél G rétegek, 20×20 cm×0,25 mm. Hevítéssel aktiváljuk min. 2 órán át 150–160 °C-on.
- II. Futtatókeverék: n-hexán, etil-éter és ecetsav 81:5:4 arányú keveréke.
- III. Brómfenol kék előhívó: 40 mg brómfenol kéket feloldunk kb. 5 cm<sup>3</sup> etanolban. 0,01N nátriumhidroxidot adunk hozzá mikropipettával vagy kapillárisal, amíg kékeszölddé nem válik. (Lehetőleg ne legyen felesleg) 10 cm<sup>3</sup>-re hígítsuk vízzel.
- IV. Vasklorid reagens: 1% oldat híg HCl-ben
- V. Szorbinsav előhívó: a) 0,15% kálium-bikromát 50% alkoholban. b) Tio-barbitursav telített etanolos oldata. Permetezzük a)-val és 5 perc múlva b)-vel. Hagyjuk állni néhány percig, vagy hevítsük 80–90 °C-on, amíg a rozsaszínű foltok fel nem tűnnek.
- VI. Benzooesav, szorbinsav és szalicilsav: standardok a.t.



-  szerves savak
-  benzoe- és fenilecetsav
-  antranilsav

1. ábra

Aromás savak vékonyréteg kromatogramja. Réteg: szilikagél G, oldószer: n-hexán – etil-éter – ecetsav 81:5:14, előhívás: III. reagens (brómfenokék). 1 antranilsav, 2 szalicilsav, 3 benzooesav, 4 fenilecetsav, 5 ftálsav





értékek igen hasonlóak, így sem könnyű megbizonyosodni arról, hogy az egyik vagy mindkettő van-e jelen.

Miután megállapítottuk, melyik fungisztatikus anyag van jelen, a megfelelő meghatározást (általában UV spektrofotometria) alkalmazzuk.

Összegezve szerzők módszert mutattak be a benzoésav élelmiszerben történő kimutatására, amely vékonyréteg-kromatográfián és brómfenolkéket tartalmazó specifikus előhívó használatán alapszik. A módszer hasznos lehet, ha szorbinsav és benzoésav van ugyanabban az élelmiszerben. Az ugyanazon  $R_f$  értékű szorbin- és benzoésav kimutatható a kidolgozott módszerrel a javasolt két előhívót egymás után használva. Más előhívó is használható egyéb lehetséges fungisztatikus anyag- nak a mintában történő kimutatására. Ha tudjuk, hogy melyik adalék van jelen, kiválaszthatjuk és alkalmazhatjuk a megfelelő módszert a mennyiségi meghatározásra.

#### I R O D A L O M

- (1) *Cabezudo, M. D., de Gorestiza, E. F., y Llaguno C.*: „Deteccion de conservadores en vinos por cromatografia en capa fina”, Revista Agroquimica y Tecnologia de Alimentos Vol. 11, 4, 526, 1971 (spanyolul)
- (2) *Simon Bisbal, J. A., Pujol, M., Forn Ma de la Torre Boroniat*; Alimentaria, 95, 1978. (spanyolul)
- (3) *Stahl, E.*: „Thin layer chromatography”, Verlag Springer, p. 636, Berlin, Heidelberg 1969.

#### ТОНКОСЛОЙНО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕНЗОЕ КИСЛОТЫ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ НОВЫМ ПРОЯВИТЕЛЕМ

*Зенэн Е. Видауд Кандебат, Мигуел О. Гарция Рохэ*

Авторы знакомят метод выявления бензойной кислоты содержащейся в продуктах питания, основывающийся на тонкослойной хроматографии и применении специфического проявителя содержащего бромфенолсинь. Метод может быть полезным если в данном продукте питания содержится сорбиновая кислота и бензойная кислота. Разработанным методом можно определить величину  $R_f$  сорбиновой кислоты и бензойной кислоты если предлагаемые проявители применим поочередно. Для обнаружения прочих возможных фунгистатических веществ можно применять также и другие проявители. Зная в продукте имеющиеся добавки, можем выделить и применить соответствующий метод для определения их количества.

#### EINE DÜNNSCHICHTCHROMATOGRAPHISCHE METHODE ZUM SPEZIFISCHEN NACHWEIS VON BENZOESÄURE MIT EINEM NEUEN ENTWICKLER

*Zenén E. Vidaud Candebat und Miguel O. Garcia Roché*

Zum Nachweis der Benzoesäure in Lebensmitteln wird eine auf der Anwendung eines Bromphenolblau enthaltenden spezifischen Entwicklers beruhenden dünn-schichtchromatographischen Methode beschrieben. Diese Methode kann nützlich sein, falls ein Lebensmittel gleichzeitig Sorbinsäure und Benzoesäure enthält. Sorbinsäure und Benzoesäure von dem selben  $R_f$ -Wert sind nämlich mit der entwickelten Methode nachweisbar, wenn man beiden vorgeschlagenen Entwickler nacheinander anwendet. Auch andere Entwickler sind anwendbar zum Nachweis der Anwesenheit von anderen möglichen fungistatischen Sub-

stanzen im untersuchten Muster. Falls der anwesende Entwickler bekannt ist, kann sogar die zur quantitativen Bestimmung geeignete Methode ausgewählt und angewendet werden.

## A THIN-LAYER CHROMATOGRAPHIC METHOD FOR THE SPECIFIC DETECTION OF BENZOIC ACID BY A NOVEL DEVELOPER

*Zenén E. Vidaud Candebat and Miguel O. Garcia Roché*

A novel method is presented for the detection of benzoic acid in foods. This thin-layer chromatographic method is based on the use of a specific developer containing bromophenolblue. The method may be useful when sorbic acid and benzoic acid are simultaneously present in the same food. Sorbic acid and benzoic acid of the same  $R_f$  value can be detected by the developed method when the proposed two developers are used after each other. Also another developer may be suitable for the detection of other fungistatic substances in the sample. If the applied additive is known, an adequate method may be selected and applied even for its quantitative determination.

ÉVIKE

*„Ma-  
ga-  
zin”*



1983-tól