



OLTCHIM S.A. RM. VÂLCEA
CENTRUL DE CERCETĂRI

A XXII -A SESIUNE DE COMUNICĂRI ȘTIINȚIFICE

VOLUMUL I

• **Secțiunea I** *CHIMIE ȘI TEHNOLOGIE ORGANICĂ*

**23 - 25 OCTOMBRIE 1996
OLĂNEȘTI - VÂLCEA**

ANALIZA UNOR AMESTECURI DE ZAHARIDE DIN PRODUSE ALIMENTARE PRIN SPECTROSCOPIE RMN SI CROMATOGRAFIE DE GAZE

Călin Deleanu - Institutul de Chimie Organică "C. D. Nenitescu", Bucuresti

Mariana Deleanu - Institutul de Chimie Alimentară, Bucuresti-

Carmen Stavarache - Universitatea "Politehnica", Bucuresti

Sunt prezentate rezultatele analizelor unor zaharide din diverse produse alimentare prin Cromatografie de Gaze (CG) si Spectroscopie de Rezonanță Magnetică Nucleară (RMN). Sunt discutate avantajele si limitările fiecărei metode.

SCOPUL LUCRĂRII:

Scopul prezentei lucrări este de a evalua posibilitatea extragerii unor informatii cantitative privind amestecurile de zaharide naturale folosind spectroscopia ^1H -RMN la 300 MHz. Se exemplifică pe două probe de miere de albine si un amestec sintetic de zaharide.

INTRODUCERE:

Există numeroase tehnici foarte precise de determinare calitativă si dozare cantitativă a zaharidelor. Până la începutul anilor 1990 spectroscopia RMN era considerată ca o metodă fără aplicatii potientiale în domeniile biomedicale si alimentare. Dezavantajul metodei RMN în raport cu alte metode este sensibilitatea relativ scăzută.

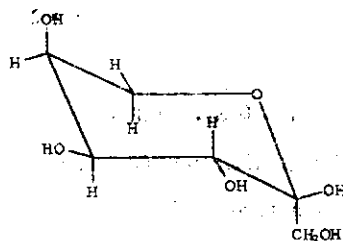
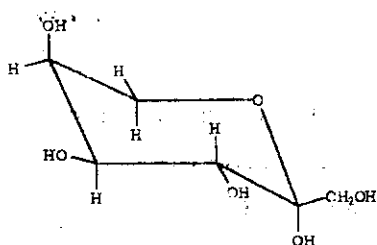
În ultimii ani se constată o creștere foarte mare a interesului pentru aplicatiile RMN în domeniile mentionate. Principala avantaj al spectroscopiei RMN este acela că poate oferi un profil global al amestecurilor complexe.

Analiza celor două probe a dus la detectarea calitativă si cantitativă a componentelor.

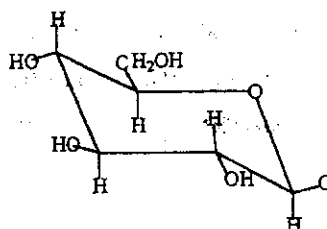
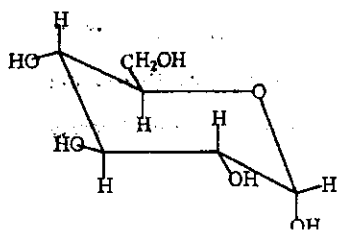
Spectroscopia RMN a fost folosita pentru a obține informatii structurale privind oligozaharidele continute în miere.

S-a identificat un amestec complex conținând:

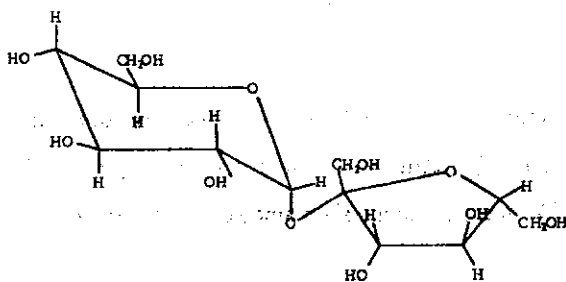
-fructoză



-glucoză



-zaharoză



MATERIALE SI METODA:

Miere produsă în 1995.

Miere produsă în 1996.

Mierea este definită de Consiliul de Directive prin Directiva Mierii 74/409 ca un aliment fluid, vâscos sau cristalizat produs de albine din nectarul florilor sau din secreții ori părți ale plantelor pe care albinele îl stochează, îl colectează și îl lasă să se maturizeze în fagure.

Ambele probe provin de la același producător particular și se presupune că au fost obținute în condiții similare.

Spectrele RMN au fost înregistrate în D₂O la 5 minute și la o zi după dizolvare. A fost folosit un spectrometru de tipul Varian Gemini la 300 Mhz. Deplasarea chimică este referită la semnalul rezidual al apei (4.80 ppm).

Pentru cromatografia de gaze zaharidele au fost transformate în derivați trimetilsilici și hexametildisilazan în dimetil formamida. Separarea a fost făcută pe o coloană de 3 m conținând 3% OV-17/cromosorb w folosind un cromatograf de tipul Carlo Erba 4300.

REZULTATE EXPERIMENTALE:

ANALIZA PROBELOR DE MIERE DE ALBINE						
ZAHARIDE	MIERE 1995			MIERE 1996		
	CG		RMN	CG		RMN
	% MASA	RAPORT DE MASA	RAPORT DE MASA	% MASA	RAPORT DE MASA	RAPORT DE MASA
GLUCOZA	47	15.7	16	45	15.0	16
FRUCTOZA	41	13.7	12	49	8.0	9
ZAHAROZA	3	1.0	1	5	1.0	1
ALTE ZAHARIDE	9	-	-	10	-	-

Rezultate amestecului sintetic de zaharide			
Nume zaharide	Amestec sintetic	rezultat CG	Rezultat RMN
Fructoza	1 mg	1.11 mg	0.97mg
Glucosa	1 mg	1.08 mg	0.95 mg
Mioinozitol	1 mg	1 mg-standard	1 mg-standard
Lactoza	1 mg	0.98 mg	0.99 mg
Zaharoza	1 mg	0.97 mg	0.92 mg

CONCLUZII:

Spectroscopia RMN a fost aplicată la analiza unor amestecuri complexe de zaharide continute în miere.

Metoda poate fi folosită pentru detectarea concentrațiilor crescute ale anumitor siropuri în cazul falsificării mierii și la analiza altor produse alimentare.

Durata analizei după extracție:

-CG: 30 ore;

-RMN: 30 minute;

Prelucrarea datelor după extracție:

-CG: derivatizare;

-RMN: nu;

Precizie:

-CG:

-RMN: comparabilă

Situații neașteptate:

-CG: o zaharidă poate fi determinată dacă este în prealabil suspectată de a fi prezentă;

-RMN: nu poate estima zaharidele neidentificate

Prelucrare date:

-CG: ușor;

-RMN: laborios.

MULTUMIRI:

Autorii mulțumesc următoarelor organizații și persoane pentru sprijinul acordat:

- Comisia Uniunii Europene pentru Grant Nr. ERBCIPDCT940258.
- Spectroteam for Romania
- Ministerul Cercetării și Tehnologiei pentru grant 1996.
- Academia Română pentru Grant Nr. 4086 / 1995.

ELEMENTE DE CALCUL:

M glucoză= M fructoză= 180

M zaharoză= 342

A+B= 1 H din glucoză

C = 1 H din zaharoză

D = 2 H din fructoză

