

Винахід відноситься до тютюнової промисловості і може знайти застосування при здачі-прийманні від постачальників тютюнової сировини.

У зв'язку з розширенням використання хімічних методів обробки при вирощуванні тютюну виникає потреба розширеного контролю тютюнової сировини під час її здачі-приймання. Тютюнова сировина експортується в Україну майже з 70 країн світу, і вимоги до її якості в різних країнах є різними. Так, наприклад, Стандарт Шрі Ланки (Цейлону) SLS 542, ("Specification for Beedi Tobacco", Bureau of Ceylon Standards, Colombo, Sri Lanka, 1981) встановлює, що (п. 4.3.) "зазначений тютюн не може містити будь-яких засобів захисту рослин, заборонених Директором служби сільського господарства". В той же час питання про небажані хімічні домішки, крім наведеної фрази тільки про заборонені і тільки про засоби захисту рослин, зазначений стандарт взагалі не розглядає.

Відомий спосіб здачі-приймання тютюнової сировини, що застосовується в Мексиці, який містить стадії здачі постачальниками на фабрику тютюну в шнуровій обробці, приймання, що складається з визначення ваги тютюну, органолептичного визначення сортувальниками якості тютюну та розподілу тютюну на товарні гатунки також органолептичним шляхом. (В.Ф. Трубников, В.Я. Некрасов. Промышленная переработка и ферментация табака за рубежом /обзор/ - М. - ЦНИИТЭИпищепром, - 1972, - стр. 21).

Найбільш близьким за технічною суттю до запропонованого є спосіб здачі-приймання тютюнової сировини, який включає стадії відбору проб від тютюнової сировини в кипах, визначення вологості та засміченості тютюнової сировини. (Технологическая инструкция. ТИ 18-9-24-84. "Отбор проб, определение влажности и засоренности неферментированного табачного сырья при приемке от производящих хозяйств на заготовительном пункте", затверджена Начальником Управління тютюнової промисловості Мінхарчопрому СРСР 20.12.1984р). Відбирають точечні проби по одному пучку листа (18-25 листків) з трьох місць по діагоналі кипи. З відібраних проб складають об'єднану пробу, яку ділять на дві частини для визначення вологості та засміченості. З частини проби, виділеної для визначення вологості, за допомогою відбірника проб діаметром 2-3см відбирають аналітичну пробу. Визначення вологості тютюнової сировини здійснюють її висушуванням, визначення засміченості тютюнової сировини здійснюють зважуванням піску та землі, відділених від тютюнового листа. Вологість тютюнової сировини в кипах згідно з ГОСТ 8073-77 не повинна перевищувати 17% для дрібнолистої тютюнової сировини гатунків Самсун, Дюбек, Американ і 18% для сировини всіх інших гатунків. Засміченість тютюнової сировини не повинна перевищувати норму, передбачену ГОСТ 8072-77 для відповідного гатунку. Спільними ознаками відомого технічного рішення з рішенням, що заявляється, є стадії відбору проб, визначення вологості та засміченості тютюнової сировини.

Причинами, що перешкоджають одержанню очікуваного технічного результату, є недостатній контроль якості тютюнової сировини, яку приймають на переробку, що негативно впливає на якість готової продукції.

В основу винаходу поставлено задачу у способі здачі-приймання тютюнової сировини шляхом введення додаткових операцій процесу забезпечити підвищення якості тютюнової сировини.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі здачі-приймання тютюнової сировини, який включає визначення вологості та засміченості тютюнової сировини, згідно з винаходом, аналітичну пробу тютюну обробляють водним розчином органічного розчинника, одержану рідку фазу обробляють нерозчинним у воді органічним розчинником, одержаний екстракт зневоднюють дією водовбирної речовини і упарюють при температурі 40-70°C до об'єму, який становить 2-5% від початкового об'єму, одержаний концентрований екстракт хроматографують і за одержаними хроматограмами роблять висновок про вміст у тютюні хлорорганічних пестицидів.

Концентрований екстракт аналізують за допомогою тонкошарової хроматографії.

Концентрований екстракт перед хроматографуванням додатково пропускають через колонку з твердим сорбентом і очищений екстракт вимивають спочатку гексаном, а потім бензолом.

Очищений концентрований екстракт аналізують за допомогою газової хроматографії.

Спосіб здійснюють наступним чином.

Визначення вологості тютюнової сировини здійснюють висушуванням. Для цього кожен аналітичну пробу ретельно перемішують і з неї беруть дві паралельні наважки масою  $4,5 \pm 0,5$ г, розподіляють кожен окремо в попередньо висушені і зважені бюкси. Бюкси з наважками висушують при температурі 100-105°C протягом 10 хвилин. Час відраховують із моменту встановлення заданої температури. Частота обертання столу сушильної камери складає  $5 \pm 1$ об/хв. Після висушування наважок бюкси з наважками поміщають над осушувачем (хлористим кальцієм або концентрованою сірчаною кислотою) і охолоджують протягом 10-15 хвилин.

Визначення засміченості тютюнової сировини здійснюють методом зважування піску та землі, відділених від тютюнових листів. Для цього беруть дві паралельні наважки тютюнової сировини масою  $100 \pm 1$ г кожна. Якщо вологість сировини підвищена, то наважки доводять до нормальної вологості, не допускаючи втрати домішки. Листя тютюнової сировини довжиною більш 35см розрізають поперек пластинки листа на дві рівні частини. Кожну наважку окремо розміщують на розсів із двома ситами діаметром по  $350 \pm 5$ мм і висотою бічної стінки  $60 \pm 5$ мм, розташованими одне під іншим. Верхнє сито повинно бути виконане з полотна 1-30 -  $1 \times 1,0$  за ГОСТ 214-83. Нижнє плетене сито, виготовляють із півтомпакової сітки 05 за ГОСТ 6613-86. Наважку розташовують на верхньому ситі і розсіюють під час обертального руху при частоті обертання  $180 \pm 5$ об/хв. Через 5хв. розсів зупиняють, листи перевертають на другий бік і знову приводять розсів ще на 5хв. Пісок і землю збирають, зважують і визначають засміченість.

Для хроматографічних досліджень наважку тютюну збовтують із сумішшю органічного розчинника з водою, наприклад, ацетонітрилу з водою в об'ємному співвідношенні 5:2. Після цього рідку фазу відділяють фільтруванням через складчастий фільтр. Аліквотну частину фільтрату переносять у ділілну лійку, проводять екстракцію не розчинним у воді органічним розчинником, наприклад, гексаном, одержаний екстракт зневоднюють дією водовбирної речовини, наприклад, безводного сульфату натрію і упарюють при температурі 40-100°C до об'єму, який становить 2-5% від початкового об'єму. Одержаний концентрований екстракт хроматографують, за одержаними хроматограмами роблять висновок про наявність у тютюні хлорорганічних пестицидів. Для хроматографування на пластинку "Силуфол" за допомогою шприца наносять в одну точку гексановий розчин декілька разів так, щоб діаметр плями був не більшим, ніж 1см. Справа і зліва від проби наносять стандартні розчини з відомим вмістом хлорорганічних пестицидів. Після

висушування пластинку розміщують у хроматографічній камері зануривши у рухому фазу, наприклад, 1% розчин ацетону в гексані. Після цього пластинку висушують, обробляють реактивом-проявником. На пластинці з'являються плями сіро-чорного кольору там, де знаходяться хлорорганічні пестициди. Порівнюють площу плями від еталонних розчинів і від зразка, що аналізують. У випадку використання газового хроматографа концентрований гексановий екстракт перед хроматографуванням додатково очищають, пропускаючи через колонку з твердим сорбентом, наприклад, флоризилом 60-100меш, а очищений екстракт вимивають розчинником, наприклад, спочатку гексаном, а потім бензолом.

Для реалізації способу потрібні такі реагенти, матеріали та пристрої.

Бензол, ГОСТ 5955-68.

Бюкси сітчасті з розмірами ґраток 1х1мм.

Ваги лабораторні технічні та аналітичні.

Газовий хроматограф.

Гексан, МРТУ 6-09-2937-66.

Ділільні лійки місткістю 250см<sup>3</sup> з тефлоновими кранами.

Ексикатор.

Конічні колби з пришліфованими пробками на 500см<sup>3</sup>.

Мірні колби місткістю 25, 50 та 100см<sup>3</sup>.

Піпетки на 5, 25 та 50см<sup>3</sup>.

Прилад для визначення засміченості листового тютюну (ЗЛТ).

Пробовідбірник тютюну діаметром 2-3см.

Ротаційний випарювач з колбами різної місткості.

Сірчана кислота, ГОСТ 4204-77, густина 1,84г/см<sup>3</sup>.

Сульфат натрію безводний, ГОСТ 4166-66.

Сушильна шафа СЭШ-3М.

Флоризил (силікат магнію) 60-100меш, імпортований.

Хлорид кальцію безводний, ГОСТ 4460-77.

Хлорид натрію, ГОСТ 4233-66.

Хроматографічна колонка.

Хроматографічні пластинки "Сілуфол".

Далі винахід підтверджується такими прикладами конкретної реалізації.

Приклад 1. Дві паралельні наважки по 4,50г тютюну першого гатунку II типу I підтипу (сортотип Американ, Кримський, північний) кладуть у попередньо зважені бюкси, які після цього розміщують у нагрітій до 100-105°C сушильній шафі СЭШ-3М. Через 10 хвилин бюкси переносять в ексикатор над безводним хлоридом кальцію. Після охолодження бюкси зважують і розраховують масу висушеного тютюну:

$$m_1 = 3,91\text{г}; \quad m_2 = 3,92\text{г}.$$

Розраховують масову частку води у тютюні:

$$\omega_1 = \frac{4,5 - 3,91}{4,5} \cdot 100\% = 13,1\%$$

$$\omega_2 = \frac{4,5 - 3,92}{4,5} \cdot 100\% = 12,9\%$$

Середнє арифметичне двох значень:

$$\omega = \frac{13,1 + 12,9}{2} = 13,0\%$$

Отже, взятий зразок тютюну за вмістом води відповідає нормативним вимогам.

Для визначення засміченості дві паралельні наважки тютюнового листа першого гатунку II типу I підтипу (сортотип Американ, Кримський, північний) з вологістю 13% кладуть по черзі в апарат для визначення засміченості листового тютюну (ЗЛТ). Маса першої наважки  $m_1 = 100,20\text{г}$ ; маса другої наважки  $m_2 = 100,45\text{г}$ . Вмикають апарат ЗЛТ на п'ять хвилин, потім після зупинки ЗЛТ листя перевертають на протилежний бік і знову вмикають апарат на п'ять хвилин. Пісок та землю збирають та зважують  $m_1(\text{п.з.}) = 2,10\text{г}$ ;  $m_2(\text{п.з.}) = 2,21\text{г}$ .

Засміченість у процентах розраховують за формулою:

$$3 = \frac{m(\text{п.з.})}{m} \cdot 100\%$$

де: 3 - засміченість, %

$m(\text{п.з.})$  - маса піску та землі

$m$  - маса листа тютюну

$$3_1 = \frac{2,10}{100,20} \cdot 100\% = 2,10\% \quad 3_2 = \frac{2,21}{100,45} \cdot 100\% = 2,20\%$$

Середнє значення засміченості листа тютюну:

$$3 = \frac{2,10 + 2,20}{2} = 2,15\%$$

Засміченість листа тютюну, що досліджувалося, знаходиться в припустимих межах.

Для розширених досліджень було взято наважку масою 20г тютюну першого гатунку II типу I підтипу (сортотип Американ, Кримський, північний) з вологістю 13% і засміченістю 2,15%. Наважку кладуть у конічну колбу місткістю 500см<sup>3</sup>, додають 250см<sup>3</sup> суміші органічного розчинника ацетонітрилу з водою в об'ємному співвідношенні 5:2. Колбу закорковують і збовтують протягом 1 години. Після цього рідку фазу відділяють фільтруванням через складчастий фільтр, який попередньо змочують сумішшю ацетонітрилу з водою. За допомогою піпетки 50см<sup>3</sup> фільтрату переносять у ділільну лійку, додають 25см<sup>3</sup> гексану і 150см<sup>3</sup> розчину з масовою концентрацією хлориду натрію 20г/дм<sup>3</sup> і обережно збовтують 1 хвилину і залишають для розподілу фаз. Водний шар відділяють у другу ділільну лійку, знову додають 25см<sup>3</sup> гексану і збовтують 1хв. Після розділення фаз водний розчин відкидають, а гексанові фракції об'єднують і зневоднюють за допомогою

безводного сульфату натрію. Висушений гексановий розчин концентрують у ротаційному випарнику при температурі 40°C до об'єму 1 см<sup>3</sup> (2% від початкового об'єму гексанового розчину).

Для хроматографування, наприклад, за допомогою тонкошарової хроматографії на пластинку "Силуфол" за допомогою шприца наносять в одну точку гексановий розчин декілька разів так, щоб діаметр плями був не більшим, ніж 1 см. Залишок у колбі після концентрування змивають декількома порціями діетилового ефіру і також наносять у ту ж точку на пластинці "Силуфол". Справа і зліва від проби наносять стандартні розчини з відомим вмістом хлорорганічних пестицидів. Після висушування пластинку розміщують у хроматографічній камері зануривши у рухомий розчинник (1% розчин ацетону в гексані). Після цього пластинку висушують на повітрі, обробляють проявляючим реактивом і піддають ультрафіолетовому опроміненню. На пластинці з'являються плями сіро-чорного кольору там, де знаходяться хлорорганічні пестициди. Порівнюють площу плями від еталонних розчинів і від зразка, що аналізують. Площа плями від хлорорганічного пестициду у зразку більша, ніж площа пляма в еталоні з вмістом 1 мкг і менша від площі еталону з вмістом 5 мкг. Отже, вміст хлорорганічного пестициду у тютюні менший, ніж відповідний максимально допустимий рівень. (Див. Перечень санитарно-гигиенических норм «Допустимые уровни содержания пестицидов в сельскохозяйственном сырье, пищевых продуктах, воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе, воде водоемов, почве», утвержденный Главным государственным санитарным врачом Украины. Киев. 1995г., стр. 1-57).

Приклад 2. Спосіб реалізують так, як описано у прикладі 1, за винятком того, що концентрування гексанового екстракту здійснюють, нагріваючи його при температурі 70°C до об'єму 2,5 см<sup>3</sup> (5% від початкового об'єму гексанового екстракту). Визначення вмісту хлорорганічних пестицидів проводять методом газової хроматографії. Концентрований гексановий екстракт перед хроматографуванням додатково очищають, пропускаючи через колонку з твердим сорбентом флоризилом 60-100 меш, а очищений екстракт вимивають спочатку гексаном, а потім бензолом.

Таким чином, у способі здачі-приймання тютюнової сировини шляхом введення додаткових операцій технологічного процесу забезпечується підвищення якості тютюнової сировини.