



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäÙ § 17 Absatz 1 Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

211 873

Int. Cl.³

3(51)

G 01 N 31/22

G 01 N 33/52

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N/ 2371 791 *

(22) 04.02.82

(44) 25.07.84

(71) VE FORSCHUNGSINST. F. OBST- U. GEMÜSEVERARBEITUNG MAGDEBURG;DD;
(72) SPIESS, ADELHEID;DD;

(54) ZWEIKOMPONENTENPAPIER ZUR SCHNELLPRÜFUNG AUF NITRIT

(57) Speziell anwendbar zur ökonomisch vertretbaren kontinuierlichen Qualitätskontrolle bei der Produktion von Kindernahrung ab Rohstoffanlieferung über Zwischenprodukte bis zur End- und Lagerfähigkeitskontrolle. Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß mit minimalem Material-, Zeit- und Kostenaufwand das Prüfmittel produziert werden kann. Es sind praktisch unbegrenzte Prüfungen auf Nitrit mit minimalem Material-, Zeit- und Kostenaufwand und den Forderungen entsprechender hoher Empfindlichkeit der Reaktion möglich. Die Prüfung erfolgt durch gemeinsames Tauchen zweier lagerfähiger getrennter Testpapierkomponenten. Störende Einflüsse durch mit Abgasen verunreinigte Luft werden vermieden. Weitere Anwendungsgebiete der Erfindung sind: die Human- und Veterinärmedizin, die Lebensmittelindustrie allgemein die Wasserwirtschaft in allen Bereichen der Umweltschutz und die Zivilverteidigung.

Beschreibung der Erfindung

- a) Titel der Erfindung: Zweikomponentenpapier zur Schnellprüfung auf Nitrit

- b) Anwendungsgebiet der Erfindung:

Kontinuierliche Qualitätskontrolle bei der Produktion von Kindernahrung; von der Rohstoffanlieferung über die Herstellung von Zwischenprodukten bis zur End- und Lagerungskontrolle der Fertigerzeugnisse, speziell aus Möhren und Spinat.

Darüberhinaus ermöglicht die Erfindung eine einfache und schnelle Prüfung auf Nitrit bzw. salpetrige Säure auf zahlreichen anderen Gebieten wie

- in der Human- und Veterinärmedizin zur Prüfung von Körperflüssigkeiten und Futtermitteln
- in der Lebensmittelindustrie bei der Verarbeitung von Gemüse, Fleisch, Fisch u. a.
- in der Wasserwirtschaft in allen Bereichen wie z. B. Aufbereitungs- und Abwasserkontrolle
- im Umweltschutz speziell zur Kontrolle der zulässigen Luftverschmutzung durch Abgase
- in der Zivilverteidigung für Reinheitskontrollen an Lebensmitteln u. a.

- c) Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Bestimmung von Nitrit erfolgt in der obst- und gemüseverarbeitenden Industrie nach Prüfmethodenstandards.

Es wird mit Reagenzlösungen gearbeitet, welche mit Nitrit Farb-
reaktionen ergeben. Diese gelangen photometrisch bzw. visuell
mit Standardlösungen zur Auswertung.

Der Aufwand an Reagenzien, Geräten und Arbeitszeit qualifizierter Laborkräfte ist beträchtlich.

Die Nitritbestimmung ist so aufwendig, daß z. B. die für die Produktion von Kindernahrung vom Ministerium für Gesundheitswesen geforderte lückenlose Kontrolle aus personellen und labortechnischen Gründen nicht gewährleistet werden kann und unvertretbar hohe Kosten verursacht. Da das Vorhandensein von Nitrit einem Qualitätsmangel gleichkommt und schwere Gesundheitsschäden verursachen kann, ist die zulässige Konzentration auf maximal 5 mg/kg für Kindernahrungserzeugnisse und auf 10 mg/kg für andere Erzeugnisse beschränkt.

Bei qualitätsgerechter Produktionsweise weist die überwiegende Zahl der Nitritbestimmungen ein negatives Ergebnis auf. Positive Ergebnisse stellen ein Warnsignal dar und erfordern sofortige Maßnahmen. Das gleiche gilt für die angeführten anderen Anwendungsgebiete sinngemäß ebenfalls.

Eine Prüfung von Harn wird z. B. zum indirekten Colinachweis vorgenommen und fällt nur bei Erkrankungen wie Bacteriurie positiv aus.

d) Ziel der Erfindung

Das wesentliche Ziel der Erfindung ist bei der Anwendung des Testpapiers die einfache und schnelle Handhabung. Es soll mit minimalem Zeitaufwand und niedrigen Kosten eine praktisch unbegrenzte Anzahl von Prüfungen auf Nitrit durchgeführt werden können. Eine besondere Qualifikation des Prüfers soll nicht erforderlich sein. Haupteffekt ist die Möglichkeit einer zuverlässigen Aussage über das eventuelle Vorhandensein von Nitrit. Der Nachweis einer Überschreitung der zulässigen Höchstwerte soll ebenfalls geführt werden.

Die Erfindung soll billig produziert werden können, mit der zur Herstellung anderer Testpapiere verwendeten Technologie und mit einem minimalen Materialaufwand. Es soll eine Einsparung von Importerzeugnissen aus dem NSW gesichert werden.

e) Darlegung des Wesens der Erfindung

- Aufgabe der Erfindung ist es, eine Nitrit-Schnellprüfung durchzuführen und damit die in bezug auf den Nitritgehalt geforderte Qualität von Kindernahrungserzeugnissen zu garantieren.

Zuverlässigkeit und Empfindlichkeit der Prüfmethode sind neben einer Optimierung der Kosten wesentlich vornehmlich bei einer großen Anzahl durchzuführender Prüfungen.

- Das wesentliche Merkmal der Erfindung besteht darin, daß ein Zweikomponententestpapier vorliegt. In der Erfindung werden die Lösungen von zwei erforderlichen Reagenzien in Anwesenheit stark dissoziierbarer luftbeständiger organischer Säuren getrennt in saugfähige Träger eingelagert, durch Tauchen oder mittels anderer geeigneter Verfahren. Die beiden Komponenten werden entsprechend der Erfindung getrennt getrocknet, verschieden gekennzeichnet und verpackt.

Grundlage für die spätere Prüfung auf Nitrit bildet die Bildung der freien salpetrigen Säure; deren Reaktion mit aromatischen Aminen unter Bildung von unbeständigen Diazoverbindungen. Die $-N = N -$ Azogruppe ist sehr reaktionsfähig und bildet mit anderen organischen Aminen durch Kupplung Azofarbstoffe. Diese Reaktion ist bekannt und weist die geforderte hohe Empfindlichkeit auf.

Die getrennte Herstellung, Verpackung und Aufbewahrung der beiden Aminkomponenten entsprechend der Erfindung bis zum Zeitpunkt der Prüfung eines Stoffes auf Nitrit garantiert bei sachgemäßer Lagerung eine Verwendungsfähigkeit von mindestens einem Jahr.

Sie schließt die schädliche Einwirkung nitroser Gase aus der Luft, welche fortschreitende Verfärbung durch Azofarbstoffbildung verursacht, aus.

Zur Auswertung der Prüfungen auf Nitrit sind Farbvergleichstreifen anzuwenden.

Die Positiv-Negativ-Prüfung kann auch ohne dieselben stattfinden, wenn zum Vergleich Streifen der beiden Komponenten in gleichartige, aber nitritfreie Proben getaucht werden. Die Prüfung von Material mit Eigenfarbe erfolgt mit speziellen Farbtafeln, nach Entfärbung der Proben vor der Prüfung oder mit photometrischen Methoden zur Auswertung der Farbtiefe des gebildeten Azofarbstoffes.

Die Schnellprüfung auf Nitrit entsprechend der Erfindung erfordert eine relativ kurze Zeit für die Farbstoffbildung, zur Sicherung der Ergebnisse können die Streifen nach gemeinsamem Tauchen in die zu prüfende Lösung zwischen Glas gelegt werden wie Deckgläschen von Objektträgern oder andere Materialien.

f) Ausführungsbeispiel

Saugmaterial: Filterpapier, Saugfähigkeit 20 $\mu\text{l}/\text{cm}^2$

Komponente I: 6 g Sulfanilsäure in 1 l Weinsäure, 5 %ig
oder Oxalsäure, 1 %ig oder

Komponente II: 0,3 g -Naphthylamin in 1 l Weinsäure, 5 %ig
oder Oxalsäure, 1 %ig

Jede Komponente wurde durch Tauchen, Trocknung und nach Zuschneiden in Streifenform von 7 mm Breite und 65 mm Länge in Plastedosen verpackt. Einheit: 100 Streifen/Packung.

Bei der Prüfung werden je ein Streifen der Komponententräger I und II übereinandergelegt, genau 1 Sekunde in die zu prüfende Lösung getaucht und zwecks Farbentwicklung zwischen Uhrgläser oder Deckgläschen gelegt.

Die Auswertung erfolgt mit Hilfe von Farbvergleichsskalen. Die Empfindlichkeit der Anzeige reicht von 1 bis 10 mg/kg bzw./l, Werte über 10 mg bis 40 mg können erkannt werden. Sie erfordern gegebenenfalls Verdünnungen.

Wie bei allen Reagenzpapieren muß die zu prüfende Probe als Lösung vorliegen. Die Probenvorbereitung erfolgt, wenn diese Bedingung nicht gegeben ist und z. B. homogene Erzeugnisse aus Möhren oder Spinat vorliegen durch Filtration einer Menge von weniger Milliliter, durch Abtrennen der feststofffreien Lösung über ein Leinenläppchen, durch kurzzeitiges Zentrifugieren o. ä.

Sollen feste Proben geprüft werden, sind wäßrige Auszüge herzustellen. Das Verhältnis von Probe zu Extraktionsmittel ist zu notieren und muß bei Auswertung des Ergebnisses berücksichtigt werden. Der auf der Vergleichsskala abgelesene Nitritgehalt muß entsprechend multipliziert werden.

Liegen zu prüfende Stoffe oder Produkte mit Eigenfärbung vor, werden bei entsprechender Häufigkeit der geforderten Nitritprüfungen spezielle Farbvergleichskalen angewendet.

Die Proben können gegebenenfalls über Aktivkohle oder ähnliches Material gegeben und damit entfärbt werden.

Nitritfreie Vergleichsproben erhält man durch Oxydation eventuell vorhandenen Nitrits in einem Teil des Untersuchungsmaterials mit Hilfe von Wasserstoffperoxyd oder Kaliumpermanganat in saurer Lösung, ohne Überschuß des letzteren.

Sicher ist die photometrische Auswertung durch Remissionsmessung. Die Farbtiefe des gebildeten Farbstoffes ist von der Nitritkonzentration abhängig und die Remissionsmessung ergibt am Absorptionsmaximum des Farbstoffes eine Regressionskurve, welche eine quantitative Auswertung erlaubt.

Da in diesen Fällen die Schwächung des Lichtes nach Auftreffen auf die Fläche bei Rückwerfung von der Farbintensität abhängig ist und mit nitritfreien Lösungen ein Wert von 0 eingestellt wird, können verbindliche Aussagen über den Nitritgehalt auch in gefärbten Proben erfolgen.

Erfindungsanspruch

1. Zweikomponentenpapier zur Schnellprüfung auf Nitrit dadurch gekennzeichnet, daß

der Nitritnachweis mit 2 Komponenten, einem aromatischen Amin und einem anderen organischen Amin in Anwesenheit von Säuren durch Bildung von Diazofarbstoff erfolgt.

2. Zweikomponentenpapier zur Schnellprüfung auf Nitrit nach Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, daß

die für den Nachweis erforderlichen 2 Reagenzien in Anwesenheit nicht flüchtiger stark dissozierbarer Säuren getrennt in saugfähiges Material eingebracht, getrennt getrocknet, verschieden gekennzeichnet und getrennt in geeignete Verpackungseinheiten eingebracht werden.

Dadurch wird der schädliche Einfluß nitroser Gase aus der Luft in Verbindung mit der Luftfeuchtigkeit, welcher die Haltbarkeit des Zweikomponentenpapiers infolge fortschreitender Verfärbung durch Azofarbstoffbildung bewirken würde, bis zum Zeitpunkt der Prüfung auf Nitrit ausgeschlossen, ohne daß die Trocknungsluft einer Reinigung unterworfen werden muß.

Komplizierte Verfahren zur Trennung der zwei Komponenten auf einem Streifen und zum Ausschluß des Lufteinflusses während der Lagerung wie Rasterdruck, Umhüllung der Reaktionszonen mit transparenten Folien oder Einsiegelung in Nylongewebe sind nicht erforderlich.

3. Zweikomponentenpapier zur Schnellprüfung auf Nitrit nach Anspruch 2 dadurch gekennzeichnet, daß

die Empfindlichkeit der Reaktion den Nachweis von 1 - 10 mg Nitrit pro kg bzw. l zu prüfenden Materials beträgt,

eine kontinuierliche Qualitätskontrolle vornehmlich bei der Produktion von Kindernahrung ermöglicht wird, von der Rohstoffkontrolle über die Herstellung von Zwischenprodukten bis zur End- und Lagerungskontrolle der Fertigerzeugnisse, speziell aus Möhren und Spinat,