



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **95721** (13) **U**
(51) МПК (2015.01)
G01N 30/00
G01N 31/16 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2014 03879	(72) Винахідник(и): Верхівкер Яков Григорович (UA), Осипова Лариса Анатоліївна (UA), Іовчева Інна Олександрівна (UA), Єфремов Володимир Віталійович (UA)
(22) Дата подання заявки: 14.04.2014	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 12.01.2015	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 12.01.2015, Бюл.№ 1	(73) Власник(и): ОДЕСЬКА НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ, вул. Канатна, 112, м. Одеса, 65039 (UA)

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ЧИСЛА АРОМАТОУТВОРЮЮЧИХ СПОЛУК

(57) Реферат:

Спосіб визначення числа ароматоутворюючих сполук включає приготування проби дослідного зразка, відбір проби, приготування хромової суміші, відокремлення ароматоутворюючих сполук, введення KI в хромову суміш, титрування йоду розчином тіосульфату натрію в присутності крохмалю в контрольній хромовій суміші і хромовій суміші, що містить відокремлені ароматоутворюючі сполуки і визначення числа ароматоутворюючих сполук за математичною формулою. Хромову суміш і пробу дослідного зразка вміщують у прилад Відмарка і термостатують протягом 2-3 годин при температурі 58-62 °С, після чого охолоджують при кімнатній температурі протягом 10-20 хв. Конденсат, що утворився, об'єднують з хромовою сумішшю і охолоджують при температурі 0-5 °С протягом 10-20 хв., а число ароматоутворюючих сполук визначають за формулою: $ЧАС = \frac{(a-b) \times K \times 100}{m}$, де

a - кількість 0,1 н розчину тіосульфату натрію на титрування контрольної хромової суміші, см³;
b - кількість 0,1 н розчину тіосульфату натрію на титрування хромової суміші, об'єднаної з конденсатом ароматоутворюючих сполук, см³;
K - поправка на 0,1 н розчин тіосульфату натрію;
m - наважка продукту, г (см³).

UA 95721 U

Корисна модель належить до харчової промисловості, конкретно до способів визначення якості харчових продуктів.

Відомо спосіб визначення ефірних масел у солодкому перці та кропі (див. Соловьева Е.И. Лабораторный контроль консервного, овощесушильного и пище концентратного производства. - М.: Пищевая промышленность, 1974. - С. 168-169). Спосіб передбачає дистиляцію та окислення ефірних масел у приладі Відмарка в умовах термостату та визначення оптичної густини розчину дихромату калію фотометричним способом при довжині хвилі 420 нм.

Аналог та запропонована корисна модель мають наступні спільні ознаки: приготування проби, відбір проби, приготування хромової суміші, проведення досліду у приладі Відмарка в умовах термостатування.

Але аналог має суттєві недоліки, а саме: вузький діапазон визначення (лише ефірні масла), невелика кількість об'єктів дослідження (кріп та перець), необхідність створення калібрувальних графіків, виходячи із специфіки методу визначення вмісту олій.

Найближчим до корисної моделі, що заявляється, є спосіб, наведений у ГОСТ 8756.8-70 «Продукты пищевые консервированные. Метод определения ароматических веществ (числа аромата)». Даний ГОСТ вибрано прототипом.

Даний спосіб включає наступний порядок дій: у залежності від очікуваного вмісту ефірних масел у стакан відміряють з точністю до 0,01 г або відміряють мірною піпеткою 50 г або см продукту та переносять кількісно за допомогою 100 см³ дистильованої води у перегінну колбу місткістю 250-300 см³, що об'єднана з холодильником, до якого приєднано алонж. Пробірку закривають каучуковою пробкою з капілярним отвором для виходу повітря. У прийомну пробірку вносять 5 см³ хромової суміші, що готується з 50 г біхромату калію, 450 см теплої дистильованої води та готується з 50 г. біхромату калію, 450 см³ теплої дистильованої води та 500 см³ сірчаної кислоти з густиною 1,83 г/см³. Колбу для перегону закривають та відганяють ефірні масла у калібровану пробірку із хромовою сумішшю. Перегонку проводять до моменту, коли об'єм дистиляту у пробірці досягне 50 см³. Під час процесу пробірку охолоджують, щоб запобігти втраті летких фракцій ефірних масел. Отриманий дистилят переносять разом із змивними водами у стакан місткістю 100 см³, закривають годинниковим склом та кип'ятять на киплячій водяній бані протягом 1 години. Після цього стакан охолоджують, вміст стакана кількісно переносять, змиваючи стакан 50 см³ дистильованої води, у конічну колбу із зашліфованою пробкою місткістю 500-1000 см³, вносять 25 см³ 10 %-го розчину йодистого калію, закривають колбу та залишають на 3 хв. Додають дистильовану воду до об'єму 300-350 см та йод, що виділився, титрують з бюретки 0.2 н розчином тіосульфату натрію. Титрування ведеться до появи слабо-жовтого забарвлення, що не зникає, після чого додають 1 см 1 %-го розчину крохмалю як індикатора та титрують до переходу синюватого забарвлення у бірюзове. Паралельно у тих же умовах проводять контрольне титрування із заміною дистиляту з ефірним маслом дистильованою водою.

Прототип і корисна модель, що заявляється мають наступні спільні ознаки:

- приготування проби дослідного зразка;
- відбір проби;
- приготування хромової суміші;
- відокремлення ароматоутворюючих сполук;
- введення KI в хромову суміш;
- титрування йоду розчином тіосульфату натрію в присутності крохмалю в контрольній хромовій суміші і хромовій суміші, що містить відокремлені ароматоутворюючі сполуки;
- визначення числа ароматоутворюючих сполук за математичною формулою.

Але суттєвими недоліками відомого способу є: вузький діапазон ароматичних речовин, що визначаються, а саме визначають лише ефірні масла (аромат продуктів визначає дуже широке коло хімічних сполук), використання складного обладнання, складний, довгий та трудомісткий процес відгонки речовин, що досліджуються.

Аромат харчових продуктів залежить від складу легколетких складових - спиртів, альдегідів, ефірів, ароматичних масел та інш. У природних об'єктах зустрічаються спирти одноатомні - метанол, етанол, пропанол, бутанол, пентанол, гексанол; двохатомні - гександіол, декандіол; альдегіди - ацетальдегід; кетони - ацетон, метилетилкетон, діетилкетон; прості ефіри - діетиловий, дипропіловий; складні ефіри - етилацетат, бутилацетат. Під час теплової обробки відбувається утворення нових летких компонентів, які надають готовим виробам характерний специфічний аромат. Такими продуктами можуть бути меланоїдини, фурфурол, оксиметилфурфурол, неорганічні з'єднання: аміак, сірководень, сірковмісні сполуки - меркаптани, азотисті сполуки - аміни, пірол та інші.

В основу корисної моделі поставлена задача розробити удосконалений спосіб, що дає змогу визначати широке коло ароматоутворюючих речовин більш простим та швидким методом. При цьому аналізується широкий спектр летких хімічних речовин, що обумовлюють аромат продукту, у свіжій сировині, пряно-ароматичній рослинній сировині та готових харчових продуктах. Спосіб використовує аналогічний принцип - здатність хромової суміші окисляти леткі ароматичні сполуки. По кількості дихромату калію, що витрачається на окислення, встановлюється кількість ароматоутворюючих сполук. Цей показник є умовним, бо позначає не абсолютну кількість ароматичних сполук, а кількість біхромату калію, що витрачено на їх окислення.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі визначення числа зразка, відбір проби, приготування хромової суміші, відокремлення ароматоутворюючих сполук, введення KI в хромову суміш, титрування йоду розчином тіосульфату натрію в присутності крохмалю в контрольній хромовій суміші і хромовій суміші, що містить відокремлені ароматоутворюючі сполуки і визначені числа ароматоутворюючих сполук за математичною формулою, згідно з корисною моделлю, на відміну від прототипу, хромову суміш і пробу дослідного зразка вміщують у прилад Відмарка і термостатують протягом 2-3 годин при температурі 58-62 °С, після чого охолоджують при кімнатній температурі протягом 10-20 хв, конденсат, що утворюється, об'єднують з хромовою сумішшю і охолоджують при температурі 0-5 °С протягом 10-20 хв. Після охолодження колбу відкривають та до неї додають 1 см³ 5 %-го розчину KI. Вільний йод, що виділився, відразу відтитровують 0,1 н розчином тіосульфату натрію в присутності 1 см³ 1 %-го розчину крохмалю як індикатор. Аналогічно проводять дослідження контрольного зразка, у якому у вставку приладу замість наважки продукту, що досліджується, вноситься дистильована вода. Вміст ароматоутворюючих сполук визначають за формулою:

$$\text{ЧАС} = \frac{(a - b) \times K \times 100}{m}, \text{ де}$$

a - кількість 0,1 н розчину тіосульфату натрію на титрування контрольної хромової суміші, см³;

b - кількість 0,1 н розчину тіосульфату натрію на титрування хромової суміші, об'єднаної з конденсатом ароматоутворюючих сполук, см³;

K - поправка на 0,1 н розчин тіосульфату натрію;

m - наважка продукту, г (см).

Приклад 1

Наважка подрібнених квіток липи масою 0,5 г, зважена з точністю до 0,01 г, поміщається у вставку приладу Відмарка. У колбу приладу Відмарка вноситься 2 см 1 %-го розчину дихромату калію, приготованого за способом вноситься 2 см³ 1 %-го розчину дихромату калію, приготованого за способом за прототипом. Вставка розміщується у приладі Відмарка, пробка ретельно закривається. Прилад Відмарка ставиться у термостат на 2 години при температурі 58 °С. Після термостатування прилад Відмарка виймається та охолоджується протягом 10 хв. при кімнатній температурі. Після охолодження прилад Відмарка відкривається, стінки колби та дно вставки ретельно промиваються за допомогою 25 см дистильованої води. Колба закривається скляною пробкою та витримується 10 хв. при температурі 5 °С. Після охолодження колба відкривається та додається 1 см 5 %-го розчину KI. Вільний йод, що виділився, відразу відтитровують 0,1 н розчином тіосульфату натрію в присутності 1 см 1 %-го розчину крохмалю як індикатор. Аналогічно проводиться дослідження контрольного зразка, у якому у вставку приладу замість наважки продукту, що досліджується, вноситься 0,5 см³ дистильованої води.

Отримано значення:

- a = 11,0 см³;

- b = 10,7 см³.

Значення a та b підставили у формулу, число ароматоутворюючих сполук склало:

$$\text{ЧАС} = \frac{(11,0 - 10,7) \times 1 \times 100}{0,5},$$

Приклад 2

Наважка перцю духмяного горошком масою 0,5 г, зважена з точністю до 0,01 г, поміщається у вставку приладу Відмарка. У колбу приладу Відмарка вноситься 2 см 1 %-го розчину дихромату калію, приготованого за способом за прототипом. Вставка розміщується у приладі Відмарка, пробка ретельно закривається. Прилад Відмарка ставиться у термостат на 3 години при температурі 62 °С. Після термостатування прилад Відмарка виймається та охолоджується протягом 20 хв. при кімнатній температурі. Після охолодження прилад Відмарка відкривається, стінки колби та дно вставки ретельно промиваються за допомогою 25 см дистильованої води. Колба закривається скляною пробкою та витримується 20 хв. при температурі 0 °С. Після

охолодження колба відкривається та додається 1 см 5 %-го розчину KI. Вільний йод, що виділився, відразу відтитровують 0,1 н розчином тіосульфату натрію в присутності 1 см³ 1 %-го розчину крохмалю в якості індикатора. Аналогічно проводиться дослідження контрольного зразка, у якому у вставку приладу замість наважки продукту, що досліджується, вноситься 0,5 см дистильованої води. Отримано значення:

$$- a = 11,0 \text{ см}^3;$$

$$- b = 8,8 \text{ см}^3.$$

Значення а та b підставили у формулу, число ароматоутворюючих сполук склало:

$$\text{ЧАС} = \frac{(11,0 - 8,8) \times 1 \times 100}{0,5} = 440.$$

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб визначення числа ароматоутворюючих сполук, що включає приготування проби дослідного зразка, відбір проби, приготування хромової суміші, відокремлення ароматоутворюючих сполук, введення KI в хромову суміш, титрування йоду розчином тіосульфату натрію в присутності крохмалю в контрольній хромовій суміші і хромовій суміші, що містить відокремлені ароматоутворюючі сполуки і визначення числа ароматоутворюючих сполук за математичною формулою, який **відрізняється** тим, що хромову суміш і пробу дослідного зразка вміщують у прилад Відмарка і термостатують протягом 2-3 годин при температурі 58-62 °С, після чого охолоджують при кімнатній температурі протягом 10-20 хв., конденсат, що утворився, об'єднують з хромовою сумішшю і охолоджують при температурі 0-5 °С протягом 10-20 хв., а число ароматоутворюючих сполук визначають за формулою:

$$\text{ЧАС} = \frac{(a - b) \times K \times 100}{m}, \text{ де}$$

а - кількість 0,1 н розчину тіосульфату натрію на титрування контрольної хромової суміші, см³;

б - кількість 0,1 н розчину тіосульфату натрію на титрування хромової суміші, об'єднаної з конденсатом ароматоутворюючих сполук, см³;

К - поправка на 0,1 н розчин тіосульфату натрію;

т - наважка продукту, г (см³).