



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **94261** (13) **U**
(51) МПК (2014.01)
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 04186	(72) Винахідник(и): Верхівкер Яков Григорович (UA), Осипова Лариса Анатоліївна (UA), Іовчева Інна Олександрівна (UA), Єфремов Володимир Віталійович (UA)
(22) Дата подання заявки: 18.04.2014	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 10.11.2014	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 10.11.2014, Бюл.№ 21	(73) Власник(и): ОДЕСЬКА НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ, вул. Канатна, 112, м. Одеса, 65039 (UA)

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ЧИСЛА АРОМАТОУТВОРЮЮЧИХ СПОЛУК У ВОДНО-СПИРТОВИХ ЕКСТРАКТАХ

(57) Реферат:

Спосіб визначення числа ароматоутворюючих сполук у водно-спиртових екстрактах передбачає приготування проби дослідного зразка, відбір проби, приготування хромової суміші, відокремлення ароматоутворюючих сполук, введення KI, титрування йоду розчином тіосульфату натрію в присутності крохмалю і визначення числа ароматоутворюючих сполук за математичною формулою. Додатково готують контрольну пробу - водно-спиртову суміш з вмістом етилового спирту 1,0-2,8 %. Пробу дослідного зразка готують шляхом розведення його дистильованою водою до вмісту в ній етилового спирту 1,0-2,8 %. Після цього хромову суміш і пробу дослідного зразка вміщують в один прилад Відмарка, а хромову суміш і контрольну пробу - в другий прилад Відмарка. Обидва прилади Відмарка термостатують протягом 2-3 год. при 58-62 °С, охолоджують при кімнатній температурі 10-20 хв. Конденсати, що утворилися, об'єднують з хромовими сумішами і охолоджують при 0-5 °С протягом 10-20 хв, а число ароматоутворюючих сполук визначають за формулою:

$$\text{ЧАС} = \frac{(a - b) \times K \times 100 \times k}{V}.$$

UA 94261 U

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

Відомий спосіб визначення ефірних масел у солодкому перці та кропі (див. Соловьева Е.И. Лабораторный контроль консервного, овощесушильного и пищевого концентратного производства. - М., Пищевая промышленность; 1974. - с. 168-169). Спосіб передбачає дистиляцію та окислення ефірних масел у приладі Відмарка в умовах термостата 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 олії), 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 8756.7-70 "Продукты пищевые консервированные. Метод определения ароматических веществ (числа аромата)". Даний ГОСТ вибрано прототипом.

Спосіб передбачає наступний порядок дій: у залежності від передбачуваного вмісту ефірних масел у стакан відважують з точністю до 0,01 г або відміряють піпеткою 50 г (см^3) продукту та переносять кількісно за допомогою 100 см^3 дистильованої води у перегінну колбу місткістю 250-300 см^3 , що з'єднана з холодильником, до якого приєднано алонж. Пробірку закривають каучуковою пробкою з капілярним отвором для виходу повітря. У приймальну пробірку вносять 5 см^3 хромової суміші, що готується з 50 г біхромату калію, 450 см^3 теплої дистильованої води та 500 см^3 сірчаної кислоти з густиною 1,83 г/ см^3 . 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 см^3 . Під час процесу пробірку охолоджують, щоб запобігти втраті летких фракцій ефірних масел. Отриманий дистилят переносять разом із змивними водами у стакан місткістю 100 см^3 , закривають годинниковим склом та кип'ятять на киплячій водяній бані протягом 1 години. Після цього стакан охолоджують, вміст стакана кількісно переносять, змиваючи стакан 50 см^3 дистильованої води, у конічну колбу із зашліфованою пробкою місткістю 500-1000 см^3 , вносять 25 см^3 10 %-го розчину йодистого калію, закривають колбу та залишають на 3 хв. Додають дистильовану воду до об'єму 300-350 см^3 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^3 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;
- визначення числа ароматоутворюючих сполук за математичною формулою.

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

Аромат екстрактів залежить від складу легколетких складових - спиртів, альдегідів, ефірів, ароматичних масел та ін. У природних об'єктах зустрічаються спирти одноатомні - метанол, етанол, пропанол, бутанол, пентанол, гексанол; двоатомні - гександіол, декандіол; альдегіди - ацетальдегід; кетони - ацетон, метилетилкетон, діетилкетон; прості ефіри - діетилловий, дипропіловий; складні ефіри - етилацетат, бутилацетат.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробити удосконалений спосіб, що дає змогу визначати широке коло ароматоутворюючих сполук більш простим та швидким методом. При цьому аналізується широкий спектр летких хімічних речовин, що обумовлюють аромат, у водно-спиртових екстрактах. Спосіб використовує аналогічний принцип - здатність хромової суміші окисляти леткі ароматичні сполуки. По кількості біхромату 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 вирішена в способі визначення числа ароматоутворюючих сполук у водно-спиртових екстрактах, що передбачає приготування проби дослідного зразка, відбір проби, приготування хромової суміші, відокремлення ароматоутворюючих сполук, введення KI, титрування йоду, що виділився, розчином тіосульфату натрію в присутності крохмалю і визначення числа ароматоутворюючих сполук за математичною формулою, тим, що на відміну від прототипу, додатково готують контрольну пробу - водно-спиртову суміш з вмістом етилового спирту 1,0-2,8 %, пробу дослідного зразка готують шляхом розведення її дистильованою водою до вмісту в ній етилового спирту 1,0-2,8 %, після цього хромову суміш і пробу дослідного зразка вміщують в один прилад Відмарка, а хромову суміш і контрольну пробу - в другий прилад Відмарка, обидва прилади Відмарка термостатують протягом 2-3 год. при 58-62 °С, охолоджують при кімнатній температурі 10-20 хв, конденсати, що утворилися, об'єднують з хромовими сумішами і охолоджують при 0-5 °С протягом 10-20 хв. Після охолодження колби відкривають та додають по 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 як індикатора.

Число ароматоутворюючих сполук (ЧАС) визначають за формулою:

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

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

b - кількість 0,1 н розчину тіосульфату натрію на титрування проби дослідного зразка, см³;

K - коефіцієнт поправки на 0,1 н розчин тіосульфату натрію;

k - коефіцієнт розведення;

V - об'єм зразка, см³.

Приклад 1

Визначення числа ароматоутворюючих сполук в екстракті пустирника (співвідношення трави пустирника і екстрагента (водно-спиртовий розчин з об'ємною часткою етилового спирту 70 %) складає 1:5).

Приготування проби дослідного зразка: екстракт пустирника розвели дистильованою водою в 30 разів (об'ємна частка етилового спирту в пробі дослідного зразка склала 2,33 %). Приготування контрольної проби: водно-спиртовий розчин з об'ємною долею етилового спирту 70 % розвели дистильованою водою в 30 разів (об'ємна частка етилового спирту в контрольній пробі склала 2,33 %).

Наважку проби дослідного зразка об'ємом 0,5 см³ і хромову суміш поміщали в один прилад Відмарка, а наважку контрольної проби об'ємом 0,5 см³ і хромову суміш - у другий прилад Відмарка. Обидва прилади термостатували протягом 2,5 год. при 60 °С. Після термостатування прилади Відмарка виймали та охолоджували протягом 15 хв при кімнатній температурі. Конденсати, що утворилися, об'єднали з хромовими сумішами і охолоджували при 5 °С протягом 15 хв. Після охолодження в обидві колби додавали по 1 см³ 5 %-го розчину KI. Вільний йод, що виділився, відразу відтитрували 0,1 н розчином тіосульфату натрію в присутності 1 см³ 1 %-го розчину крохмалю як індикатора. Отримано значення:

- a=4,5 см³;

- b=4,4 см³.

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

$$\text{ЧАС} = \frac{(4,5 - 4,4) \times 1 \times 100 \times 30}{0,5} = 600$$

Приклад 2

Визначення числа ароматоутворюючих сполук в екстракті м'яти перцевої (співвідношення листя м'яти перцевої і екстрагента (водно-спиртовий розчин з об'ємною часткою етилового спирту 90 %) складає 1:20).

Приготування проби дослідного зразка: екстракт м'яти перцевої розвели дистильованою водою в 40 разів (об'ємна частка етилового спирту в пробі дослідного зразка склала 2,25 %). Приготування контрольної проби: водно-спиртовий розчин з об'ємною часткою етилового спирту 90 % розвели дистильованою водою в 40 разів (об'ємна частка етилового спирту в контрольній пробі склала 2,25 %).

Наважку проби дослідного зразка об'ємом 0,5 см³ і хромову суміш поміщали в один прилад Відмарка, а наважку контрольної проби об'ємом 0,5 см³ і хромову суміш - у другий прилад

Відмарка. Обидва прилади термостатували протягом 2,5 год. при 61 °С. Після термостатування прилади Відмарка виймали та охолоджували протягом 15 хв при кімнатній температурі. Конденсати, що утворилися, об'єднали з хромовими сумішами і охолоджували при 4 °С протягом 15 хв. Після охолодження в обидві колби додавали по 1 см³ 5 %-го розчину KI.

5 Вільний йод, що виділився, відразу відтитрували 0,1 н розчином тіосульфату натрію в присутності 1 см³ 1 %-го розчину крохмалю як індикатора. Отримано значення:

- a=4,8 см³;
- b=4,6 см³.

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

$$\text{ЧАС} = \frac{(4,7 - 4,6) \times 1 \times 100 \times 40}{0,5} = 800$$

10

Приклад 3

Визначення числа ароматоутворюючих сполук в екстракті листів чорної смородини (співвідношення листа чорної смородини і екстрагента (водно-спиртовий розчин з об'ємною часткою етилового спирту 50 %) складає 1:10).

15 Приготування проби дослідного зразка: екстракт листів чорної смородини розвели дистильованою водою в 50 разів (об'ємна частка етилового спирту в пробі дослідного зразка склала 1 %). Приготування контрольної проби: водно-спиртовий розчин з об'ємною часткою етилового спирту 50 % розвели дистильованою водою в 50 разів (об'ємна частка етилового спирту в контрольній пробі склала 1 %).

20 Наважку проби дослідного зразка об'ємом 0,5 см³ і хромову суміш поміщали в один прилад Відмарка, а наважку контрольної проби об'ємом 0,5 см³ і хромову суміш - у другий прилад Відмарка. Обидва прилади термостатували протягом 2 год. при 58 °С. Після термостатування прилади Відмарка виймали та охолоджували протягом 10 хв при кімнатній температурі. Конденсати, що утворилися, об'єднали з хромовими сумішами і охолоджували при 4 °С протягом 10 хв. Після охолодження в обидві колби додали по 1 см³ 5 %-го розчину KI. Вільний йод, що виділився, відразу відтитрували 0,1 н розчином тіосульфату натрію в присутності 1 см³ 1 %-го розчину крохмалю як індикатора. Отримано значення:

- a=8,8 см³;
- b=8,65 см³.

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

$$\text{ЧАС} = \frac{(8,8 - 8,65) \times 1 \times 100 \times 50}{0,5} = 1500$$

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

35 Спосіб визначення числа ароматоутворюючих сполук у водно-спиртових екстрактах, що передбачає приготування проби дослідного зразка, відбір проби, приготування хромової суміші, відокремлення ароматоутворюючих сполук, введення KI, титрування йоду розчином тіосульфату натрію в присутності крохмалю і визначення числа ароматоутворюючих сполук за математичною формулою, який **відрізняється** тим, що додатково готують контрольну пробу - водно-спиртову суміш з вмістом етилового спирту 1,0-2,8 %, пробу дослідного зразка готують шляхом розведення його дистильованою водою до вмісту в ній етилового спирту 1,0-2,8 %, після цього хромову суміш і пробу дослідного зразка вміщують в один прилад Відмарка, а хромову суміш і контрольну пробу - в другий прилад Відмарка, обидва прилади Відмарка термостатують протягом 2-3 год. при 58-62 °С, охолоджують при кімнатній температурі 10-20 хв, конденсати, що утворилися, об'єднують з хромовими сумішами і охолоджують при 0-5 °С протягом 10-20 хв, а число ароматоутворюючих сполук визначають за формулою:

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

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

b - кількість 0,1 н розчину тіосульфату натрію на титрування проби дослідного зразка, см³;

50 K - коефіцієнт поправки на 0,1 н розчин тіосульфату натрію;

k - коефіцієнт розведення;

V - об'єм зразка, см³.

Комп'ютерна верстка Л. Бурлак

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601