



УКРАЇНА

12748

03)

С1

(5i)5 Л 23 К 1/00

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ МОЛОЧНОЇ КИСЛОТИ В РОСЛИННИХ КОРМАХ ДЛЯ СІЛЬСЬКОГОСПОДАРСЬКИХ ТВАРИН

1

(20) 94322363, 23.07.93

(21) J4854479/SU

(22) 04.07.90

(24) 28.02.97

(46) 28.02.97. Бюл. N° 1

(56) Митрук Б.М. Применение газовой хроматографии в микробиологии и медицине. М., "Медицина", 1979. с.349.

(72) Малінін Олег Олексійович, Шевцова Га
лина Миколаївна, Ткаченко Андрій Мико
лайович(73) Інститут експериментальної і клінічної
ветеринарної медицини (UA)

(57) Способ определения молочной кислоты в растительных кормах для сельскохозяйственных животных, включающий перевод в эфирную форму и идентификацию ее на газовом хроматографе с пламенно-ионизационным детектором, отличающийся тем, что молочную кислоту превращают в этиловый эфир путем нагревания раствора в этиловом спирте в присутствии серной кислоты (уд. вес 1.84) в соотношении 7,5:1-15:1, при температуре 60-80°C, в течение 5-20 минут, затем добавляют дистиллированную воду и хлороформ в соотношении 1:1,5-3:1 с последующим отделением хлороформенного экстракта для хроматографирования.

Изобретение относится к области кормопроизводства и может быть использовано при ветеринарно-санитарной оценке кормов и других биологических объектов.

Цель изобретения - упрощение и удешевление способа определения, сокращение сроков исследования, улучшение санитарно-гигиенических условий труда.

Поставленная цель достигается тем, что в процессе определения молочная кислота превращается в этиловый эфир, а не в метиловый, т.е. проводится процесс этилирования в присутствии серной кислоты при соотношении 7,5:1-15:1, температуре 60-80°C в течение 5-20 мин.

Способ осуществляется следующим образом: к 4-6 мл 0,2-1% раствора молочной кислоты в этиловом спирте добавляют 0,4-0,6 мл концентрированной серной кислоты (х.ч., ГОСТ 42С4-77, уд.вес 1,84) и нагревают смесь на водяной бане при температуре 60-

80°C, в течение 5-20 мин. Затем пробирки со смесью охлаждают под струей водопроводной воды, переносят ее в делительную воронку, смывают остатки 7,5-10 мл дистиллированной воды и 5 мл хлороформа (соотношение спирт:вода:хлороформ - 1:1,5-1:1:3:1).

Эфир молочной кислоты перераспределяют на в хлороформ в течение 3-5 мин, осторожно перемешивая смесь в делительной воронке. Хлороформ сливают в чистую воронку и промывают 4 мл дистиллированной воды затем его собирают в чистую пробирку и сушат 0,5 г безводного натрия сульфата.

Количество этилового эфира молочной кислоты определяют на газовом хроматографе с пламенно-ионизационным детектором, температура испарителя ~ 150°C, температура термостата колонок - 120°C, колонка диаметром 4 мм, длиной - 1 м, заполнена хроматоном с 10% полиэтиленгли-

С
У

Ю

00

О

коль-сукцината. Расчет ведется способом общепринятым в газовой хроматографии.

П р и м е р 1. К 4 мл 0,2% раствора молочной кислоты в этиловом спирте добавляли 0,6 мл концентрированной серной кислоты (уд.вес. 1,84) и нагревали смесь на водяной бане 70°C 10 мин. Избыток серной кислоты не оправдано ухудшает условия работы и воспроизводимость.

П р и м е р 2. К 6 мл 0,2% раствора молочной кислоты в этиловом спирте добавляли 0,4 мл концентрированной серной кислоты (уд.вес. 1,84) и нагревали смесь на водяной бане при 70°C 10 мин. Уменьшение количества серной кислоты начинает сказываться на воспроизводимости метода.

П р и м е р 3. К 5 мл 0,2% раствора молочной кислоты в этиловом спирте добавляли 0,5 мл концентрированной серной кислоты (уд.вес. 1,84) и нагревали смесь на водяной бане при 70°C 10 мин. Образуется достаточное количество эфира и отмечается хорошая воспроизводимость результатов.

П р и м е р 4. К 5 мл 0,2% раствора молочной кислоты в этиловом спирте добавляли 0,5 мл концентрированной серной кислоты (уд.вес. 1,84) и этилирование проводили на водяной бане при температуре 60-69°C в течение 10 мин. В этом случае эфир образуется в недостаточном количестве.

П р и м е р 5. Молочную и серную кислоты смешали, как в примере 4, Этилирование проводили при температуре 70-75°C. В этом случае образуется наибольшее количество этилового эфира молочной кислоты.

П р и м е р 6. Смесь молочной и серной кислот, как в примере 4, этилировали при температуре 70-80°C. Отмечали значительные потери этилового эфира, что связано с кипением этилового спирта при температуре 78,4°C.

П р и м е р 7. Смесь молочной и серной кислот как в примере 4 этилировали при температуре 70-75°C в течение 2-5 мин. Эфир молочной кислоты образуется в недостаточном количестве.

П р и м е р 8. Молочную кислоту как в примере 5 этилировали при температуре 70-75°C в течение 10-15 мин. Образуется небольшое количество этилового эфира.

П р и м е р 9. Молочную кислоту, как в примере 5 этилировали при температуре 70-75°C в течение 20 мин. Отмечали потери этилового эфира.

Пример 10. Молочную кислоту в смеси с серной, как в примере 5, этилировали при температуре 70-75°C в течение 10-15 мин. Следующая стадия-извлечение этилового эфира.

Извлечение этилового эфира проводили при соотношении компонентов - спирта:водьхлороформа - 1:1,5:1. Отмечали недостаточно полный выход этилового эфира.

Пример 11- После обработки молочной кислоты, как в примере 10, этиловый эфир извлекли при соотношении компонентов спирт:вода:хлороформ - 1:2:1. Происходило наиболее полное извлечение эфира.

Пример 12. После обработки молочной кислоты, как в примере 10, этиловый эфир извлекали при соотношении компонентов - спирт:вода:хлороформ - 1:3:1. Этиловый эфир извлекался неполно.

Заявляемый способ определения молочной кислоты обладает высокой чувствительностью, более прост и дешевле, так как осуществим без использования специального оборудования, необходимого для работы с ядовитыми веществами. При применении данного способа сроки исследования сокращаются на 10-20%, а санитарно-гигиенические условия труда повышаются за счет применения этилового спирта вместо метилового.

Упорядник

Техред М.Моргентал

Коректор Н. Король

Замовлення 4081

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655. ГСП, Київ-53. Львівська пл., 8