



УКРАЇНА

(19) UA (11) 36008 (13) A

(51) 6 G01N33/02, G01N21/62

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ОЦТОВОЇ КИСЛОТИ В ХАРЧОВИХ ОБ'ЄКТАХ

(21) 99105587

(22) 13.10.1999

(24) 16.04.2001

(33) UA

(46) 16.04.2001, Бюл. № 3, 2001 р.

(72) Бельтюкова Світлана Вадимівна, Малінка
Олена Валентинівна, Бойченко Валентина Дмитрі-
вна, Єгорова Алла Володимирівна, Козак Галина
Олексіївна(73) Одеська державна академія харчових техно-
логій, фізико-хімічний інститут ім. О.В. Богатського
національної академії НАУК України(57) Спосіб визначення оцтової кислоти в харчових
об'єктах включає відбір проби, взаємодію її з хімі-
чним реагентом у розчині, який відрізняється
тим, що як реагент використовують розчин хлор-
ного заліза з наступним визначенням оптичної гу-
стини розчину при рН 2,7-2,9.

Винахід відноситься до аналізу харчових про-
дуктів на вміст в них консервантів, конкретно - оц-
тової кислоти.

Відомий спосіб визначення оцтової кислоти в
харчових продуктах передбачає виділення оцтової
кислоти з дослідного зразка за допомогою водяної
пари і наступне титрування дистилату лугом в
присутності фенол-фталейну (див. ГОСТ 8756.6-
70. Продукты пищевые консервированные. Метод
определения содержания уксусной кислоты. - С.
39-41).

Оцтову кислоту визначають таким чином. На-
важку продукту, що аналізується, приміщують в
перегінну колбу, додають дистильованої води до
50 мл і 1 мл 10 %-го розчину ортофосфорної кис-
лоти. Далі колбу підключають до пароутворювача і
відганяють оцтову кислоту разом з парою. Кислоту
збирають в спеціальну колбу. Об'єм рідини в пере-
гінній колбі повинно підтримувати на рівні 25 мл.
постійно підігрівуючи перегінну колбу. Відгонку ве-
дуть до тої пари, доки не буде зібрано 300 мл дис-
тиляту. Швидкість перегонки регулюють таким чи-
ном, щоб на перегонку 300 мл затратити 1,5 го-
дини.

Титрування охолодженого дистилату здійсню-
ють 0,1 N розчином їдкої луги з фенолфталейном,
який використовується як індикатор. Чутливість
визначення оцтової кислоти складає 1×10^{-2} мол/л,
або 0,6 мг/мл і визначається чутливістю титромет-
ричного способу аналізу.

Дане рішення обрано прототипом.

Прототип збігається з винаходом у тому, що
містить такі спільні ознаки:

- відбір проби;
- взаємодія проби з реагентом.

Але, спосіб за прототипом має досить високу
тривалість, що пов'язано з повною відгонкою оцто-

вої кислоти з продукту, що аналізується протягом
1,5 години. Крім того, оцтова кислота є слабкою
кислотою, а слабкі кислоти титрують в присутності
фенолфталейну, тому що у цьому випадку точка
еквівалентності настає тоді, коли розчин, що тит-
рується стає лужним. Тому визначення оцтової ки-
слоти методом нейтралізації є складним і трудомі-
стким. По-перше, фенолфталейн чутливий до дії
вугільної кислоти, яка утворюється при нейтралі-
зації карбонатів, які містяться у розчинах NaOH.
По-друге, титрування з фенолфталейном розчином
луги приводить до великих помилок (див. Креш-
пов А.П. Основы аналитической химии. - М.,
1973. - Т. 2. - С. 184-185). Щоб усунути шкідливий
вплив вугільної кислоти, необхідно вживати такі
запобіжні заходи:

1) усі розчини і дистильовану воду захищають
від дії атмосферного діоксиду вуглецю;

2) приготування стандартного розчину NaOH
проводять в умовах, які виключають потрапляння
до них діоксиду вуглецю. Розчин готують з хімічно
чистих луг і свіжеприготовленої дистильованої во-
ди;

3) перед визначенням необхідно встановити титр
стандартного розчину луги за допомогою щавлевої
кислоти в присутності фенолфталейну.

Усі ці операції ускладнюють виконання спосо-
бу за прототипом. В основу винаходу поставлено
задачу створити спосіб визначення оцтової кис-
лоти в харчових об'єктах, у якому за-рахунок заміни
хімічного реагенту забезпечується підвищення чу-
тливості та точності визначення, а також спрощу-
ється та скорочується час проведення аналізу.

Поставлену задачу вирішено у способі визна-
чення оцтової кислоти в харчових об'єктах, який
включає відбір проби, взаємодію її з хімічним реа-
гентом у розчині, тим, що як реагент використову-

(19) UA (11) 36008 (13) A

ють розчин хлорного заліза (III) з наступним визначенням оптичної густини розчину при рН 2,7-2,9.

Новим у винаході, є використання іншого хімічного реагенту FeCl_3 , завдяки якому у розчині створюється забарвлена комплексна сполука $\text{Fe}_3[(\text{OH})_2(\text{CH}_3\text{COO})_6]$, яка дає змогу фотометрирувати розчин у кислому середовищі.

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляється, і досягнутим результатом можна пояснити таким чином.

Іони Fe(III) разом з ацетат іонами створюють хімічну сполуку $\text{Fe}_3[(\text{OH})_3(\text{CH}_3\text{COO})_6]$, яка має максимум поглинання при $\lambda=440$ нм (фіг. 1). Такі сполуки створюються у слабкокислих розчинах (фіг. 2). Оптимальним обрано рН 2,8, при якому проводили іспити. Зменшення значення рН веде до зниження оптичної густини розчину, а при $\text{pH} > 3$ випадає осад Fe(OH)_3 .

За технологією в маринаді крім оцтової кислоти додають NaCl та цукор (див. Технологія консервування плодів, овочів, м'яса і риби. За ред. Б.Л. Флауменбаума. - Київ, "Вища школа", 1995. - С. 41-42, 110-112), тому був вивчений вплив цих речовин на оптичну густину ацетату заліза (III). Було знайдено, що цукор у кількості 10 мг/мл у 2,7 рази збільшує оптичну густину розчину. У присутності NaCl в кількості 7 мг/мл оптична густина збільшується в 3,5 рази (фіг. 3).

Отримані результати доводять, що визначення оцтової кислоти в харчових об'єктах треба проводити методом добавок.

Спосіб здійснюється таким чином.

У відібрану пробу розсолу додають дистильовану воду та FeCl_3 у розчині, далі вимірюють оптичну густину розчину при $\lambda=440$ нм. Визначення оцтової кислоти проводять за методом добавок.

Визначення оцтової кислоти проводили у маринадах консервованих огірків, кабачків, томатів та яблук.

Приклад.

У три стакани вміщують по 5 мл розчину, що аналізується (маринаду), у два з яких додають стандартний розчин оцтової кислоти, таким чином, щоб оптична густина збільшилася в 2 та 3-4 рази відповідно. Далі додають 2,5%-ий розчин NH_4OH до рН 7 (на універсальному іонометрі ЭВ-74), додають 0,5 мл 10%-го розчину FeCl_3 , в 0,1 N HCl , (кінцеве рН розчину повинно бути 2,8) та доводять об'єм до 30 мл дистильованою водою.

Оптичну густину розчину вимірюють на фотоелектрокалориметрі КФК-2 або на іншому фотоелектрокалориметрі при $\lambda=440$ нм у ковєті з товщиною поглинаючого шару 2,0 см.

Як розчин порівняння беруть дистильовану воду.

Оптову кислоту визначають за методом добавок: $C(\text{CH}_3\text{COOH}) = A_x \cdot C_{\text{СТ}} / (A_{x+\text{СТ}} - A_x)$, при A_x , $A_{x+\text{СТ}}$ - оптична густина проби та проби з добавкою відповідно: $C_{\text{СТ}}$ - вміст оцтової кислоти в добавці.

Результати наведені у табл. 1.

Для проб № 1-3 наведені результати визначення оцтової кислоти в різних зразках маринадів для огірків, проби № 4-6 – результати визначення CH_3COOH в різних маринадах кабачків.

Точність і достовірність визначення оцтової кислоти були також прораховані за методом добавок по стандарту.

Для цього у три пробірки, вміщують по 5 мл маринадів, додають 0,1%, 0,15%, 0,2% оцтової кислоти. Далі додають 2,5%-ий розчин NH_4OH до рН 7, потім додають 0,5 мл 10%-го розчину FeCl_3 в 0,1 N HCl (до рН 2,8) та доводять об'єм до 30 мл дистильованою водою. Вимірюють оптичну густину розчину. Визначені величини наведені у таблиці 2. Як видно з таблиці, і в пробах № 1-3 (маринади від томатів), і в пробах 4-6 (яблука) добавки оцтової кислоти знайдені з достатньою мірою точності. Величина відносного стандартного відхилення 0,03-0,07.

Таким чином, спосіб визначення оптової кислоти може бути реалізовано у лабораторіях харчової промисловості.

Таблиця 1

Визначення оцтової кислоти в маринадах консервованих огірків та кабачків

№ проби	Харчовий продукт	Кількість CH_3COOH , %	Знайдено	Sr
1	Огірки	0,1	0,12	0,07
2	Огірки	0,2	0,18	0,05
3	Огірки	0,5	0,53	0,04
4	Кабачки	0,15	0,13	0,06
5	Кабачки	0,20	0,22	0,05
6	Кабачки	0,30	0,31	0,08

Таблиця 2

Визначення оцтової кислоти в маринадах консервованих томатів та яблук за методом добавок

№ проби	Харчовий продукт	Кількість CH_3COOH , %	Добавки CH_3COOH , %	Кількість CH_3COOH , % з добавкою, %	Знайдено $\text{Sr CH}_3\text{COOH}$ у добавці, %
1	Томати	0,15	0,10	0,25	0,11 0,07
2	Томати	0,15	0,15	0,30	0,14 0,05
3	Томати	0,15	0,20	0,35	0,22 0,03
4	Яблука	0,10	0,10	0,20	0,09 0,06
5	Яблука	0,10	0,15	0,25	0,13 0,04
6	Яблука	0,10	0,20	0,30	0,21 0,03

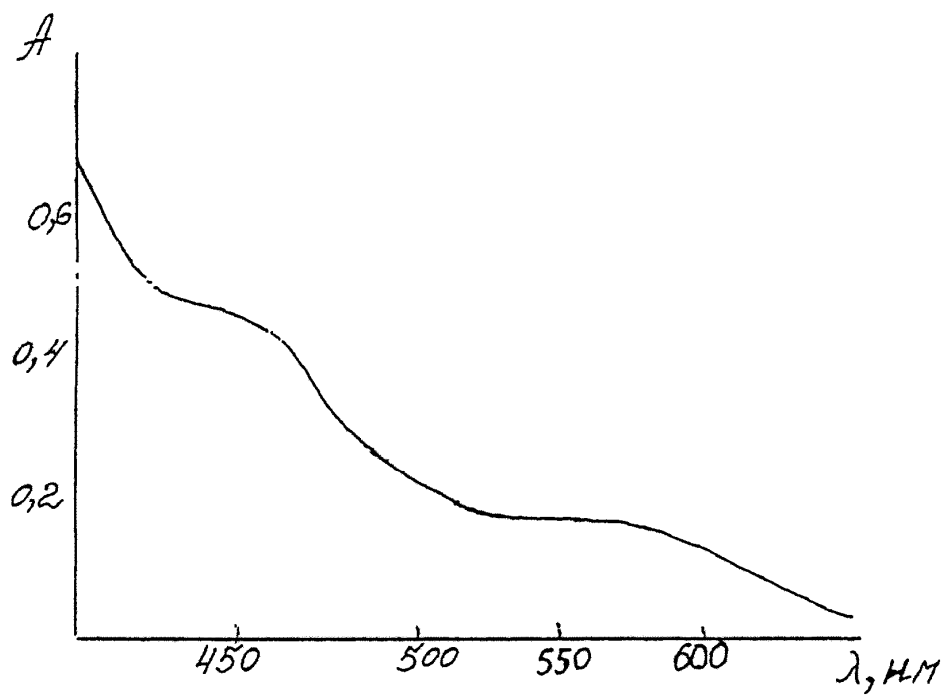


Fig. 1

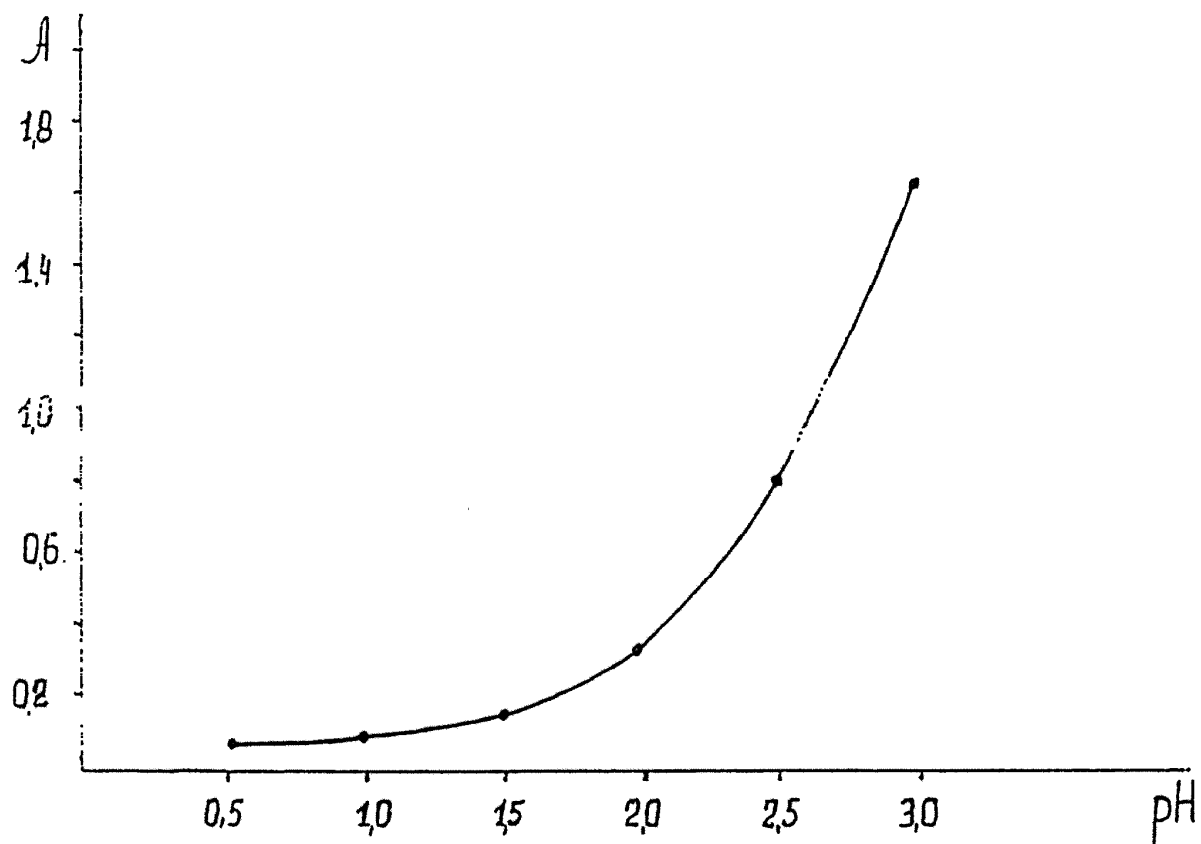
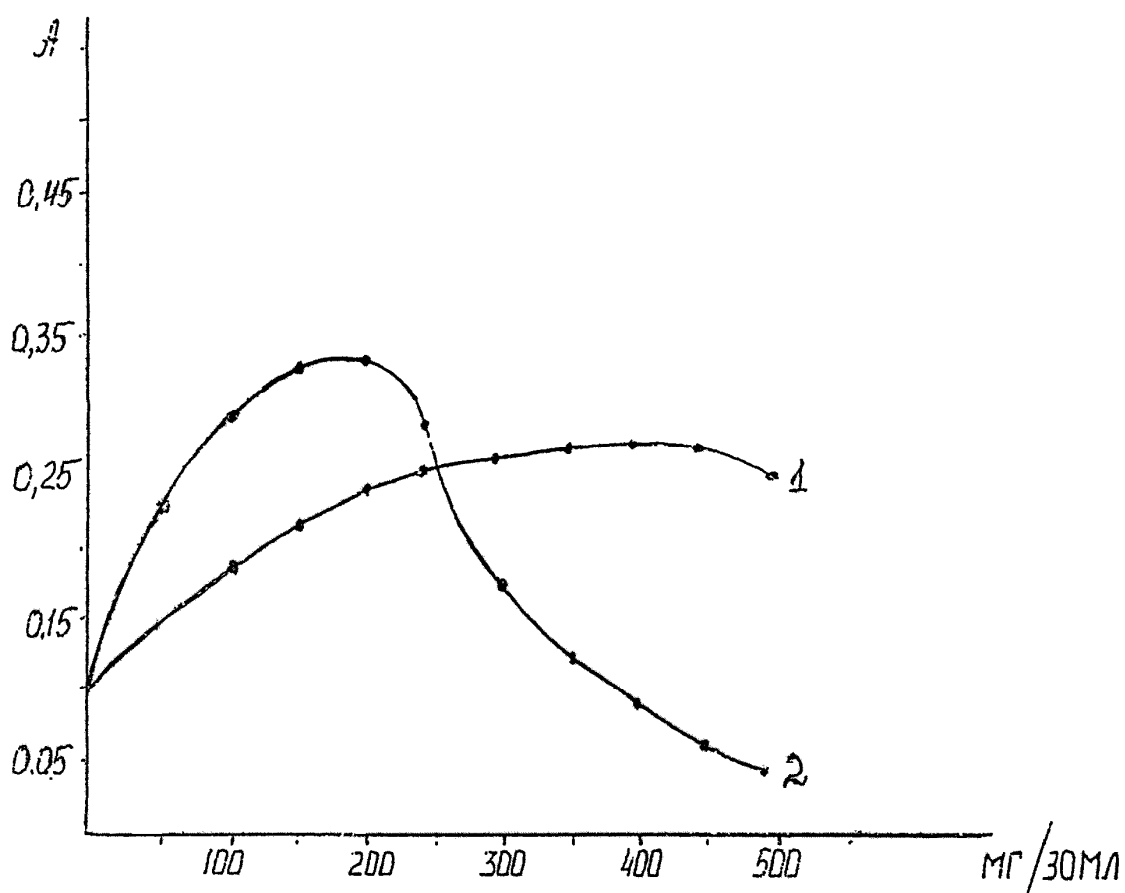


Fig. 2



Фіг. 3

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)
 Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26
 (044) 295-81-42, 295-61-97

Підписано до друку _____ 2001 р. Формат 60x84 1/8.
 Обсяг _____ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. _____

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.
 (044) 268-25-22
