



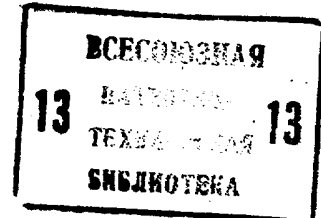
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1133552 A

4 (5D) G 01 N 33/14

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ И АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3213675/28-13

(22) 02.12.80

(46) 07.01.85. Бюл. № 1

(72) Н.И.Григоров и В.А.Липатова

(71) Всесоюзный научно-исследовательский институт маслодельной и сыродельной промышленности Научно-производственного объединения "Углич"

(53) 547.262(088.8)

(56) 1. Цветкова Н.П. Хроматографический метод определения этилового спирта и фенола в воздухе. Методы анализа и контроля производства в химической промышленности. М., НИИТЭХим, 1966, с.13-14.

2. Молоко, молочные продукты и консервы молочные. ГОСТ 3629-47, 1975, с. 277-280.

(54)(57) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭТИЛОВОГО СПИРТА В КУЛЬТУРАЛЬНЫХ СРЕДАХ МОЛОЧНОКИСЛЫХ БАКТЕРИЙ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ КАК ЗАКВАСКА ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ СЫРА, предусматривающий отгонку спирта из культуральной среды с водяным паром, отличающийся тем, что, с целью повышения точности и сокращения времени определения, после отгонки получают окрашенный раствор путем добавления к 1 мл отгона 10 мл 0,005%-ного раствора бихромата калия в 28%-ном растворе азотной кислоты, выдерживают окрашенный раствор 2 ч при 50°C, охлаждают и колориметрируют при длине волны 440 нм с последующим расчетом по калибровочной кривой.

(19) SU (11) 1133552 A

Изобретение относится к молочной промышленности и предназначено для контроля содержания этилового спирта.

Содержание этилового спирта в культуральных средах молочнокислых бактерий оказывает ингибирующее действие на рост молочной микрофлоры, влияет на вкус сыра, в частности на образование такого порока, как "фруктовый вкус", и может служить косвенной оценкой качества готового продукта. Это имеет важное значение в свете наметившейся в последнее время тенденции к переходу на инструментальные методы контроля в сыроделии.

Известен газохроматографический способ определения этилового спирта [1].

Однако он требует дорогостоящей аппаратуры и не может быть использован в заводских условиях в молочной промышленности.

Известен способ определения этилового спирта в культуральных средах молочнокислых бактерий, используемых как закваска при производстве сыра, предусматривающий отгонку спирта из культуральной среды с водяным паром, определение относительного веса отгона при помощи пикнометра [2].

Цель изобретения - повышение точности и сокращение времени определения.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу определения этилового спирта в культуральных средах молочнокислых бактерий, используемых как закваска при производстве сыра, предусматривающему отгонку спирта из культуральной среды с водяным паром, после отгонки получают окрашенный раствор путем добавления к 1 мл отгона 10 мл 0,005%-ного раствора бихромата калия в 28%-ном растворе азотной кислоты, выдерживают окрашенный раствор 2 ч при 50°C, охлаждают и калориметрируют при длине волны 440 нм с последующим расчетом по калибровочной кривой.

Предлагаемый способ включает следующие операции: подготовку реактивов (едкий натр, бихромат калия, азотная кислота); подготовку пробы исследуемого продукта (дозировка, установление pH), диэтилирование (проба разбавляется дистиллированной водой в соотношении 1:1 и проводится отгонка этилового спирта при 78,4°C

до объема 5 мл); получение окрашенного раствора (добавление к дистилляту раствора бихромата калия в азотной кислоте, термостатирование, охлаждение); измерение оптической плотности (окрашивание раствора для колориметрирования происходит за счет реакции между этиловым спиртом и бихроматом калия в присутствии азотной кислоты при 50±5°C), сравнение результатов измерения по калибровочной кривой и определение содержания этилового спирта по формуле

$$A = \frac{C_x \cdot V \cdot 100}{25},$$

где A - содержание этилового спирта в продукте, мг.%;

C_x - показатель, определяемый по калибровочному графику, характеризующий содержание этилового спирта в окрашенном растворе, мг/100 мл;

V - объем отгона, полученного из продукта, мл;

25 - навеска культуральной среды, взятой для исследования, г;

100 - показатель пересчета результатов, %.

Пример. 25 г культуральной среды *Leuconostoc paracitrovorus* 199/12 или *Streptococcus cremoris* Mn²⁺ 54 с точностью до 0,1 г отвешивали в колбу для перегонки, прибавляли в колбу по каплям однонормальный раствор едкого натра до слабощелочной реакции pH=8 (по лакмусовой бумажке), разбавляли дистиллированной водой в соотношении 1:1, помещали несколько стеклянных капилляров, соединяли с обратным холодильником и медленно проводили перегонку при умеренном нагревании при 78,4±2°C до объема 5 мл.

В случае получения не вполне чистого отгона его переносили количественно в чистую колбу для перегонки, в которой объем отгона доводили водой приблизительно до 100 мл и производили вторичную перегонку.

1 мл чистого отгона смешивали с 10 мл 0,005%-ного раствора бихромата калия в 28%-ном растворе азотной кислоты.

Полученную реакционную смесь, окрашенную в желтый цвет, термостатировали в течение 2 ч при 50°C, охлаждали и фотоколориметрировали на ФЭК-56М при длине волны 440 нм относительно

контроля в кюветах на 10 мл. Контролем служит дистиллированная вода.

Далее, пользуясь калибровочной кривой (чертеж) и расчетной формулой, определяли содержание этилового спирта в культуральных средах.

Содержание этилового спирта по фотометрическому и пикнометрическому методам представлено в таблице.

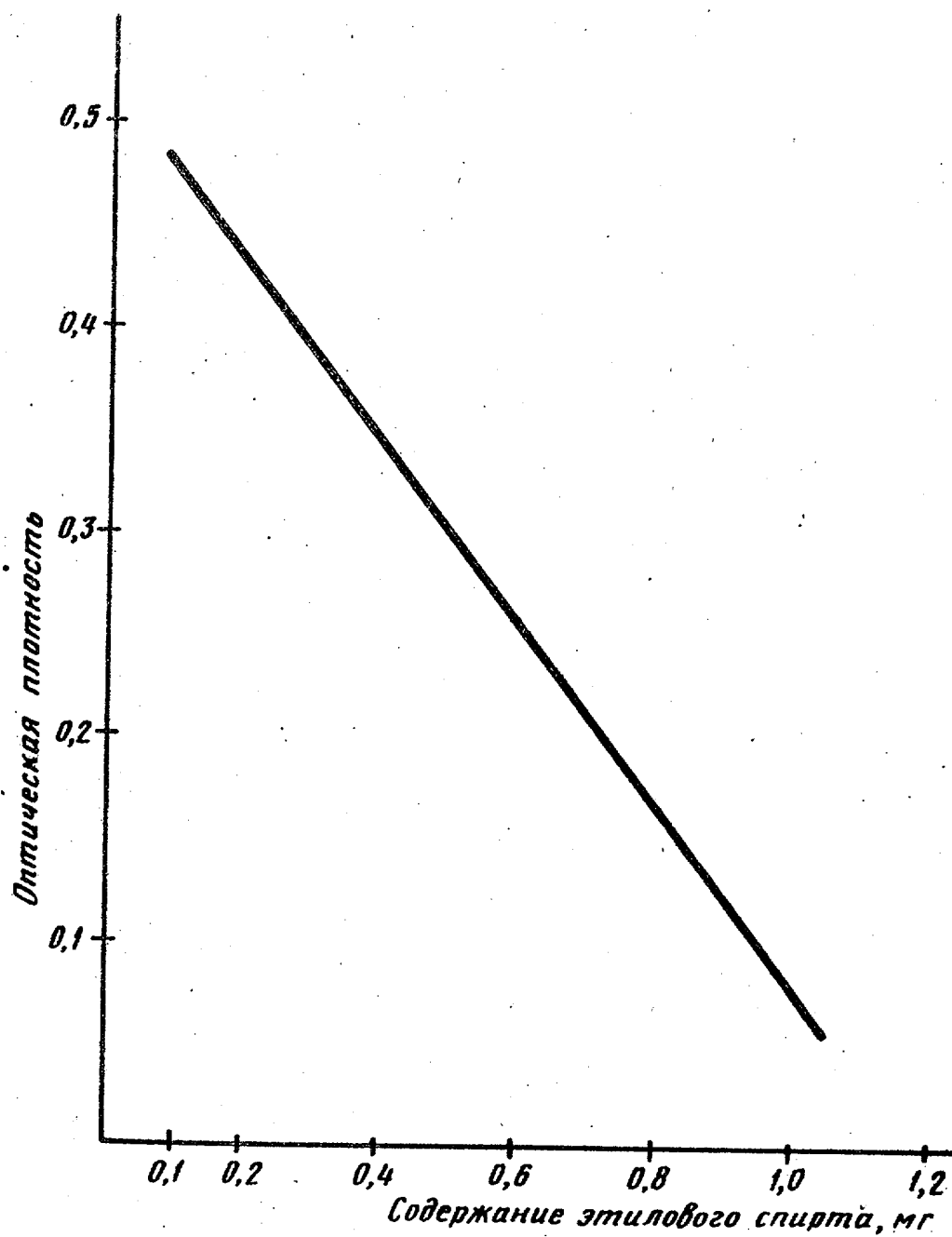
Данные таблицы показывают, что точность предлагаемого метода выше

стандартного на 20%. Предел чувствительности известного метода 50 мг%, предел чувствительности колориметрического 0,1 мг%.

Время анализа сокращается за счет исключения трудоемких операций взвешивания и увеличения числа одновременно обрабатываемых проб.

Таким образом, реализация способа обеспечивает повышение чувствительности точности способа и сокращение времени определения.

Показатели	Содержание этилового спирта в культуральных средах, мг%				Отклонение
	Lactobacterium paracitrovorus 199/12		Streptomyces cremoris Mn ²⁺ 54		
	Предлагаемый метод	Стандартный метод	Предлагаемый метод	Стандартный метод	
Средняя величина	55,33	55,20	5,41	5,40	2,0%
Среднее квадратичное отклонение	0,20	0,22	0,06	0,075	
Доверительный интервал	0,12	0,13	0,45	0,05	
Повторность определения	5	5	5	5	



Составитель Е.Воробьева

Редактор С.Патрушева Техред Л.Микеш

Корректор Н.Король

Заказ 9945/38

Тираж 898

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д.4/5

Филиал ППП "Патент", г.Ужгород, ул.Проектная, 4