JADWIGA CHMIELNICKA, KATARZYNA GRABSKA

OZNACZANIA KWASU MLEKOWEGO W KISZONEJ KAPUŚCIE

Z Zakładu Nauki o Środkach Spożywczych AM w Łodzi
Kierownik: doc. dr *H. Młodecki*

Opisano metodę oznaczania kwasu mlekowego w obecności innych kwasów organicznych.

W seryjnej analizie towaroznawczej w celu oznaczenia kwasu mlekowego w kiszonej kapuście stosuje się z reguły miareczkowanie alkacymetryczne i przeliczenie na kwas mlekowy (1 ml 1 n roztworu NaOH równoważy 90 mg kwasu mlekowego [1]. Wnioskowanie z ogólnej kwasowości produktu o zawartości kwasu mlekowego nie wydaje się słuszne. W surowej kapuście występują różne kwasy organiczne, a ponadto w kiszeniu — zwłaszcza w pierwszym okresie — biorą udział bakterie heterofermentatywne, wytwarzające m.in. kwas octowy. Z tych przyczyn obliczenie kwasu mlekowego na podstawie miareczkowania alkacymetrycznego zniekształca obraz właściwego poziomu kwasu mlekowego, powstającego w procesie kiszenia.

W celu dokładnego prześledzenia narastania tego kwasu posłużono się sposobem podanym przez *Kocha* i *Brethauera* [2] dla oznaczenia kwasu mlekowego w winach i moszczach, polegającym na utlenianiu go do aldehydu octowego, związaniu w połączenie siarczynowe i jodometrycznym oznaczeniu kwaśnego siarczynu, wydzielonego z tego połączenia. Według *Kocha* i *Bretthauera* dokładność metody wynosi ± 0,004%, przy czym wykazali oni, że obecność kwasów organicznych (jabłkowego, winowego, cytrynowego i octowego nie wpływa w sposób zasadniczy na wynik.

Dostosowano tę metodę do kiszonej kapusty i ustalono przepis, sprawdzony w doświadczeniach własnych, polegających na kontroli odtwarzalności wyników oznaczania kwasu mlekowego dodanego do kapusty.

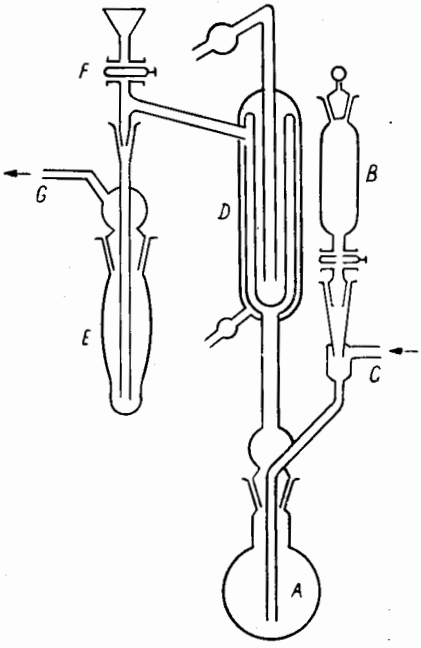
ODCZYNNIKI

1. 20%-owy roztwór siarczanu miedziowego;
2. 20%-owa zawiesina wodorotlenku wapniowego (trwałość 7 dni);
3. 1%-owy roztwór kwaśnego siarczynu sodowego;
4. 10%-owy roztwór kwasu solnego;
5. 0,005 n roztwór nadmanganianu potasowego;
6. 0,1 n roztwór jodu;
7. O,01 n roztwór jodu;
8. 0,01 n roztwór tiosiarczanu sodowego;
9. roztwór buforowy fosforanowy o pH 7 wg *Sörensena;*
10. roztwór kwasu fosforowego i siarczanu manganawego;

(Roztwór ten otrzymuje się przez rozpuszczenie 100 g krystalicznego siarczanu manganawego w 500 ml podgrzanej wody i dodanie 25 ml 85%-owego kwasu fosforowego. Po ochłodzeniu uzupełnia się mieszaninę wodą do objętości 1 litra.)

11. Kwaśny węglan sodowy.

Aparatura (ryc. 1) składa się z kolbki okrągłodennej z długą szyją (szlif) o poj. 250 ml (A) Do kolbki doprowadzony jest rozdzielacz (B), który zaopatrzony jest w rurkę (C) doprowadzającą do aparatury powietrze. Chłodnica zwrotna (D) dł. 15 cm ma podwójny płaszcz chłodzący. Do odbieralnika (E) o poj. 80 ml doprowadzony jest lejek (F). Przez rurkę (G) łączy się aparaturę z pompą wodną. Strzałki oznaczają kierunek powietrza przepływającego przez aparaturę.



Ryc. 1. Aparat do oznaczania kwasu mlekowego.

SPOSÓB WYKONANIA

Oznaczenia wykonywano na kiszonej kapuście (Brunszwickiej) poddanej samorzutnej fermentacji w temperaturze 16—20°.

Od 5—10 g próbki (wielkość odważki zależna jest od spodziewanej zawartości kwasu mlekowego) przenosi się do moździerza i uciera z oczyszczonym piaskiem i wodą podwójnie destylowaną. Roztartą papkę przenosi ilościowo do kolby miarowej o poj. 100 ml. W celu odcukrzenia mieszaniny dodaje się po 25 ml 20%-wego roztworu siarczanu miedziowego i 20%-owej zawiesiny wodorotlenku wapniowego i pozostawia na 30 minut. Następnie uzupełnia wodą do kreski, dodając taką objętość wody, jaką zajmuje piasek i odwirowuje; roztwór powinien być przezroczysty.

Pobiera się od 2—20 ml odcukszonego roztworu do kolbki destylacyjnej, dodaje się 10 ml roztworu kwasu fosforowego i siarczanu manganawego i podłącza chłodnicę. Do odbieralnika wprowadza się 5 ml wody podwójnie destylowanej, podłącza pompę wodną, stosując łagodne ssanie. Po 5 minutach od rozpoczęcia destylacji zmienia się odbieralnik i wprowadza do niego 5 ml 1 %-owego roztworu siarczynu sodowego i 10 ml buforowego roztworu fosforanowego. Podczas destylacji dodaje się z wkraplacza B po 1 kropli 0,005 n roztworu nadmanganianu potasowego. Zakończenie procesu utleniania, który trwa około 20 minut, poznaje się po brunatnym zabarwieniu mieszaniny reakcyjnej. Utlenienie odcukrzonego roztworu powinno przebiegać wolno; po odbarwieniu 1 kropli roztworu nadmanganianu potasowego dodaje się dopiero następną. Odbieralnik z destylatem powinien być chłodzony lodem. Destylację prowadzi się jeszcze przez 5 minut bez dodawania roztworu nadmanganianu potasowego. Do destylatu dodaje się 10 %-owy roztwór kwasu solnego do pH — 2—3. W celu usunięcia nadmiaru wolnego siarczynu stosuje się 0,1 n roztwór jodu wobec skrobi do wystąpienia niebieskiego zabarwienia. Nadmiar jodu usuwa się 0,01 n roztworem tiosiarczanu sodowego, a nadmiar tiosiarczanu 0,01 n roztworem jodu. Następnie dodaje się 0,5 g kwaśnego węglanu sodowego w celu uwolnienia kwaśnego siarczynu. Po odbarwieniu kwaśny siarczyn miareczkuje się 0,01 n roztworem jodu do zabarwienia, utrzymującego się co najmniej 30 sek. 1. ml 0,01 n roztworu jodu odpowiada 0,45 mg kwasu mlekowego. Z każdym zestawem odczynników wykonuje się ślepą próbę. Kwas mlekowy oblicza się w procentach wg wzoru:

$$X = \frac{(a - b) \cdot f \cdot 0{,}45 \cdot e \cdot 100}{c \cdot d}$$

a — liczba ml 0,01 n roztworu jodu zużyta na miareczkowanie uwolnionego kwaśnego siarczynu

b — liczba ml 0,01 n roztworu jodu zużyta na miareczkowanie przy ślepej próbie

c — odważka w gramach

d — liczba ml wyciągu pobranego do oznaczenia
e — liczba ml wyciągu całkowitego
f — współczynnik dla 0,01 n roztworu jodu.

Najdokładniejsze wyniki uzyskuje się, gdy zużycie 0.01 n roztworu jodu wynosi od 4 do 6 ml.

Uzyskane wyniki oznaczeń z naszych doświadczeń zebrano w tabeli I i porównano z wynikami otrzymanymi na podstawie oznaczeń metodą alkacymetryczną [1] i przeliczeniu na kwas mlekowy.

Tabela I

Dzień kiszenia	Zawartość kwasu mlekowego w %		pH soku
	metoda oksydymetryczna	metoda alkacymetryczna	
0	0,062	0,385	5,6
1	0,062	0,568	5,3
2	0,366	0,763	5,0
3	0,763	0,792	4,4
5	0,924	0,921	4,3
7	1,010	0,957	4,2
9	1,242	1,040	4,1
16	1,398	1,213	4,1
30	1,583	1,447	4,1

W pierwszych dniach procesu kiszenia wartości uzyskiwane dla kwasu mlekowego metodą alkacymetryczną są wyższe od wartości uzyskiwanych metodą proponowaną — w końcowym etapie natomiast są niższe. Jest to następstwem stosowania milirównoważnika kwasu mlekowego dla mieszaniny różnych kwasów organicznych. W metodzie proponowanej natomiast oznaczany jest wyłącznie kwas mlekowy.

Proponowany sposób oznaczania kwasu mlekowego w kiszonej kapuście może być stosowany w różnych okolicznościach; może on być wykorzystany w tych przypadkach, gdy analityk żywności spotyka się z mieszaniną kwasów organicznych tak złożoną, jak w kiszonej kapuście.

Я. Хмельницка, К. Грабска

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ В КВАШЕНОЙ КАПУСТЕ

Содержание

Применили метод по Коху и Бреттхауеру (Koch, Bretthauer) [2] для определения молочной кислоты в квашеной капусте, а также представлены возрастающие процентные количества ея в процессе кишения. Метод позволяет на определение молочной кислоты в присутствии других органических кислот.

J. Chmielnicka, K. Grabska

DETERMINATION OF LACTIC ACID CONTENT IN SAUER CRAUT

Summary

The method of Koch and Bretthauer (2) was adapted for determination of lactic acid content in sauer craut. The increasing amounts of lactic acid content, during the fermentation process was shown.

The method allows the determinations of lactic acid in the presence of other organic acids.

PIŚMIENNICTWO

1. *Pijanowski E.*: Zarys technologii produktów owocowo-warzywnych. str. 389, Warszawa 1956. — *Koch J., Bretthauer G.*: Z. Anal. Chem. 1951, 132, 346.

Łódź 24.II.1964 r.