

Федеральное агентство по образованию
Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
**САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫХ И ПИЩЕВЫХ ТЕХНОЛОГИЙ**



Кафедра технологии мясных, рыб-
и консервирования холодом

ных продуктов

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ И СУХИХ ВЕЩЕСТВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Методические указания
к лабораторным работам
для студентов специальностей
260301, 260302, 260504, 260601, 260602
всех форм обучения и бакалавров
направления 260100

Санкт-Петербург 2007

Мурашев С.В., Ишевский А.Л., Уварова Н.А. Определение содержания воды и сухих веществ в пищевых продуктах: Метод. указания к лабораторным работам для студентов спец. 260301, 260302, 260504, 260601, 260602 всех форм обучения и бакалавров направления 260100. – СПб.: СПбГУНиПТ, 2007. – 24 с.

Изложены теоретические положения и методы определения содержания воды и сухих веществ в пищевых продуктах различной консистенции.

Рецензент
Доктор техн. наук, проф. Л.В. Красникова

Рекомендованы к изданию редакционно-издательским советом уни-верситета

© Санкт-Петербургский государственный
университет низкотемпературных
и пищевых технологий, 2007

Кафедра технологии мясных, рыбных продуктов
и консервирования холодом

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ И СУХИХ
Веществ в пищевых продуктах**

Методические указания
к лабораторным работам
для студентов специальностей
260301, 260302, 260504, 260601, 260602
всех форм обучения
и бакалавров направления 260100

УДК 631.563

Мурашев С.В., Ишевский А.Л., Уварова Н.А. Определение содержания воды и сухих веществ в пищевых продуктах: Метод. указания к лабораторным работам для студентов спец. 260301, 260302, 260504, 260601, 260602 всех форм обучения и бакалавров направления 260100. – СПб.: СПбГУНиПТ, 2008. –26 с.

Изложены теоретические положения и методы определения содержания воды и сухих веществ в пищевых продуктах различной консистенции.

1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ ВОДА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Химический состав продуктов растительного и животного происхождения в значительной степени определяет их пищевую ценность и органолептические свойства. Основными составными элементами пищевых продуктов являются вода и различные органические и неорганические вещества, объединенные общим понятием – сухие вещества, или сухой остаток. В пищевых продуктах вода, являющаяся растворителем органических и неорганических веществ, существенно влияет на протекание различных биохимических и физико-химических процессов.

Вода – важнейшая составляющая всех пищевых продуктов. Воду нельзя рассматривать просто как инертный компонент или универсальный растворитель для пищевых веществ. Она является не только преобладающей частью большинства пищевых продуктов, но и оказывает предопределяющее действие на многие их качественные характеристики, особенно на сроки хранения.

Интенсивные исследования структуры воды пока еще не привели к созданию модели, которая объясняла бы все свойства воды, водных растворов и содержащих влагу твердых тел, в частности пищевых продуктов. Вода в пищевых продуктах может находиться в свободной и связанной форме.

Согласно классификации, в основу которой положена энергия связи, связь влаги с продуктом может быть:

1. Химической.
2. Физико-химической (адсорбционной, осмотической, структурной).
3. Механической (влаги в микро- и макрокапиллярах, средний радиус которых соответственно 10^{-7} м и более 10^{-7} м, а также влаги смачивания, находящаяся на поверхности).

Влага смачивания и влага макропор имеет весьма непрочную связь с продуктом и может быть удалена механическим способом (отжатием на прессах или под действием центробежной силы в центрифугах). Такая влага называется свободной. Эту влагу также можно удалить путем высушивания или вымораживания.

Свободная влага, являясь растворителем органических и неорганических соединений, участвует во всех биохимических процессах, протекающих при хранении и переработке мясного сырья.

Химически связанная вода – наиболее прочно связанная влага – представляет собой гидрат, связанный в виде гидроксильных ионов, и воду кристаллогидратов, связанную значительно слабее. Химическое связывание влаги в строго определенных молекулярных соотношениях происходит при химической реакции (гидратации). При этом вода является составной частью вещества. При кристаллизации вода из раствора входит в структуру кристалла целыми молекулами. Для нарушения этой связи сушка недостаточно эффективна, необходимо применять прокаливанию или химическое воздействие.

Связь влаги в продуктах часто зависит от межмолекулярных сил (ван-дер-ваальсовы силы). Эти силы взаимодействуют на расстоянии от 0,1 до 1,2 мкм, т. е. значительно большем самих молекул. Энергия ван-дер-ваальсова взаимодействия колеблется в пределах от 0,42 до 4,20 кДж/моль.

Формы физико-химической связи воды разнообразны. Адсорбционно связанная влага обусловлена взаимодействием молекул адсорбента и молекул воды и удерживается у поверхности раздела коллоидных частиц с окружающей средой. Обладая большой поверхностью, коллоидные частицы имеют высокую адсорбционную способность. Большую часть адсорбционно связанной влаги в животных тканях мясopодуктов составляет влага, которая образует сольватную оболочку молекул белковых веществ и гидрофильных коллоидов. Адсорбция влаги сопровождается выделением теплоты, которая называется теплотой гидратации.

Осмотически связанная влага является свободной, так как ей соответствует весьма малая энергия связи. Осмотически связанная влага в виде жидкости диффундирует внутри тела через стенки клеток благодаря разности концентрации между внутриклеточным и межклеточным пространством.

К капиллярно-связанной относится влага микрокапилляров. Эта часть воды находится в капиллярах (порах), средний радиус которых 10^{-7} м и менее. Капиллярная влага перемещается в теле как в виде жидкости, так и в виде пара. Различают два состояния капиллярной влаги: стыковое, когда влага разобщена в виде манжеток (защемленная вода), и канатное состояние, когда клинья жидкости соединены между собой, образуя непрерывную жидкую пленку, обволакивающую дисперсные частицы тела.

Связанная влага по своим свойствам значительно отличается от свободной: она не замерзает при низких температурах (вплоть до минус 40 °С), не растворяет электролиты, имеет плотность, вдвое превышающую плотность свободной воды, не всегда удаляется из продуктов при высушивании. Связанная вода в отличие от свободной недоступна микроорганизмам. Поэтому для подавления развития микрофлоры в пищевых продуктах свободную воду полностью удаляют или переводят в связанную, добавляя влагосвязывающие компоненты (соли, функциональные добавки, сахара).

Для характеристики состояния воды в продукте применяют показатель активности воды a_w , являющийся интегральной характеристикой. Активность воды влияет на жизнедеятельность микроорганизмов, на биохимические, физико-химические реакции и процессы, протекающие в продукте. От величины активности воды зависят сроки хранения мяса и мясопродуктов, стабильность мясных консервов, формирование цвета и запаха, а также потери в процессе термообработки и хранения. Из общего количества воды, содержащейся в пищевом продукте, бактерии, плесени, дрожжи могут использовать для своей жизнедеятельности лишь определенную «активную часть».

Активность воды определяется как отношение парциального давления водяного пара над поверхностью продукта к давлению насыщенного водяного пара при той же температуре

$$a_w = p/p_0 = \text{РОВ}/100, \quad (1)$$

где p – парциальное давление; p_0 – давление насыщенного водяного пара; РОВ – равновесная относительная влажность.

Активность воды – это характеристика самого продукта, обусловленная химическим составом и его гигроскопическими свойствами, РОВ – характеристика окружающей среды, находящейся в гигротермическом равновесии с продуктом. Активность воды служит качественной характеристикой связи влаги в продукте. Так, энергия связи влаги с материалом равна

$$E = -RT \ln (p/p_0) = -RT \ln a_w, \quad (2)$$

где R – газовая постоянная; T – температура, К.

Чем прочнее связана влага с материалом, тем меньше величина p , и, наоборот, для свободной воды p достигает значения p_0 и становится равным 1, а энергия связи E равна 0.

Зависимость влагосодержания продукта от относительной влажности при постоянной температуре носит название изотермы. При удалении влаги из продукта (десорбции) и получении влаги продуктом (адсорбции) изотермы совпадают только в начальных точках, т. е. имеет место сорбционный гистерезис.

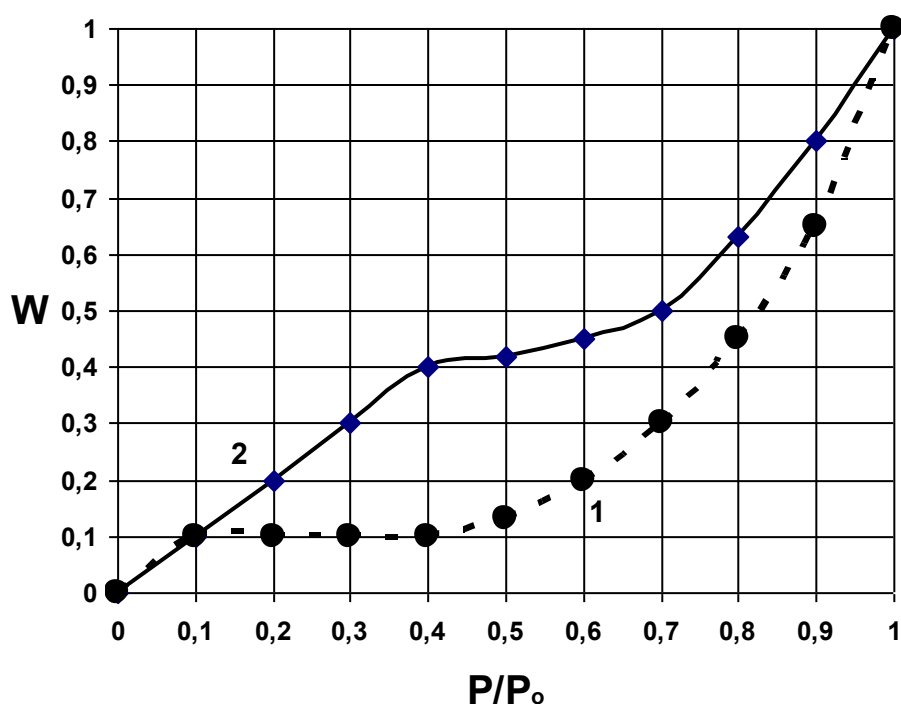


Рис. 1. Зависимость равновесной влажности продукта от относительной влажности воздуха:

1 – адсорбция (пунктир); 2 – десорбция (сплошная линия)

При изменении содержания воды происходят глубокие изменения в специфических свойствах пищевой системы, что отражается на ряде показателей. Для каждого вида микроорганизмов существует максимальное и минимальное значения активности воды.

Удаление активности воды от оптимального значения приводит к торможению жизненных процессов, присущих микроорганизмам. При достижении определенной максимальной или минимальной величины активности воды жизнедеятельность микроорганизмов прекращается, что не говорит о гибели клетки.

Значения активности воды для различных микроорганизмов приведены ниже:

Микроорганизмы	Активность воды a_w
Грамотрицательные палочки	1,00–0,96
Большинство кокков и лактобацилл	0,95–0,91
Большинство дрожжей	0,91–0,88
Большинство плесеней	0,88–0,80
Большинство галофильных бактерий	0,80–0,75
Ксерофильные плесени	0,75–0,65
Осмофильные дрожжи	0,65–0,60

За единицу принимается активность дистиллированной воды. Активность воды для свежего мяса равна 0,99. Активность воды имеет большое практическое значение. В табл. 1 приведены значения активности воды для некоторых мясопродуктов.

Таблица 1

Значения активности воды для мяса и мясопродуктов

Наименование продукта	Массовая доля воды, %	Активность воды
Мясо	70–74	0,96–0,99
Колбаса вареная	62–72	0,96–0,98
Колбаса полукопченая	40–55	0,94–0,97
Колбаса варено-копченая	40–43	0,90–0,93
Колбаса сырокопченая	24–30	0,78–0,85

Активность воды можно изменять, подбирая сырье и рецептуры с учетом используемого количества поваренной соли и жира. Создание оптимальных условий обезвоживания колбас в процессе созревания является еще одной возможностью регулирования активности воды. В созревших колбасах рост нежелательных микроорганизмов сдерживается сочетанием низкой активности воды, анаэробной среды, низкого значения рН, наличием хлорида и нитрита натрия и молочнокислой микрофлоры.

При использовании пищевых добавок степень их воздействия на активность воды уменьшается в следующем порядке: поваренная

соль, полифосфат, цитрат, аскорбиновая кислота, глюкозо-5-лактон, ацетат, тартрат, глицерин, лактоза, молочный белок, жир. При этом микромолекулы с большей степенью диссоциации приводят к большему снижению активности воды, чем макромолекулярные вещества.

Содержание воды, количественный и качественный состав сухого вещества, т. е. наличие углеводов, белков, жиров, азотистых и безазотистых экстрактивных веществ, минеральных солей определяют свойства продукта и устойчивость его при хранении. Содержание воды в продуктах колеблется в широких пределах: от 0–4 % (высушенное мясо, рыба, плоды, ягоды) до 99 %. Плоды и овощи содержат 80–89 %, огурец, арбуз до 97 % воды, в мясе и рыбе содержится от 72 до 80 %, в масле коровьем от 16 до 20 % воды.

Для определения сухого вещества и влаги служат физико-химические, химические и физические методы, причем прямые методы определения сухого остатка в то же время являются косвенными методами определения влаги, и наоборот.

Полное удаление влаги из пищевых продуктов без каких-либо химических изменений его составных частей не всегда достигается даже для химически чистых веществ. Тем большие затруднения встречаются при удалении влаги из пищевых продуктов со сложным составом, содержащих к тому же почти всегда вещества коллоидной природы. Кроме свободной влаги, в таких продуктах находится также связанная коллоидами вода, которая удаляется труднее. Степень удаления влаги зависит от ряда факторов: температуры, давления, времени высушивания, абсорбционных свойств продукта и др. Различают два основных метода определения сухих веществ и влаги, причем каждый из них применяется в различных модификациях: 1 – удаление влаги высушиванием продукта, 2 – удаление влаги отгонкой.

2. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУХИХ ВЕЩЕСТВ И ВОДЫ В ПРОДУКТАХ

2.1. Определение содержания сухих веществ или влаги методом высушивания

Этот наиболее распространенный метод основан на способности каждого вещества отдавать свою влагу, если его поместить в такие условия давления и температуры, при которых вода испаряется. Так, например, высушивание можно проводить как при атмосферном давлении и температуре 373–378 К, так и при пониженном давлении и соответственно более низкой температуре. Чаще всего содержание сухих веществ в продукте определяют путем его высушивания до постоянного веса при атмосферном давлении и температуре 373–378 К, причем высушивание продолжают до тех пор, пока при двух следующих одно за другим взвешиваниях после повторных высушиваний в течение часа не получится разность, составляющая 10^{-6} кг.

Потери сухих веществ при высушивании в большинстве случаев мало влияют на результат анализа, так как при высушивании происходит ряд химических и физико-химических процессов, искусственно увеличивающих количество сухих веществ и перекрывающих, таким образом, погрешности в результате потерь. Так, при сушке многие вещества, особенно имеющие неопределенные связи, будут окисляться. Кроме того, часть связанной воды настолько прочно удерживается гидрофильными биocolлоидами, что остается в сухом остатке, увеличивая его вес. Высушивание иногда осложняется тем, что на поверхности продукта, помещенного в нагретый шкаф с установившейся температурой, образуется корочка, препятствующая нормальному процессу удаления влаги. Большая точность результатов анализа достигается при сушке в вакуум-сушильных шкафах при более низких температурах (например, при давлении 6666,6 Па вода кипит при 311,3 К), при этом меньшее влияние оказывают процессы окисления вещества.

Для многих пищевых продуктов можно без снижения точности анализа значительно сократить время, необходимое для исследования. Вместо высушивания до постоянного, веса часто длящегося более 10 ч, можно установить условное время высушивания. Под условным временем высушивания подразумевается время, в течение

которого удаляется основная масса влаги вещества, и последующее высушивание дает совершенно незначительные изменения первоначального результата. Такое время, однако, должно быть установлено на основе многочисленных опытных анализов для отдельных видов сырья и готовой продукции, весьма близких между собой по химическому составу и физико-химическому состоянию. При определении содержания сухих веществ для увеличения поверхности испарения, а также во избежание образования корочки, препятствующей нормальной сушке навески, необходимо смешивать навеску исследуемого продукта с промытым и прокаленным кварцевым песком.

При определении сухих веществ анализ проводится в двух параллельных пробах. Результат анализа выводится как среднее из двух проб, причем разница не должна выходить за пределы ошибки опыта. Вычисления обычно проводят с погрешностью, не превышающей 0,01 %, а расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,5 %.

Этот способ широко применяется в консервной, овоще- и плодосушильной промышленности. Например, по содержанию воды в сырье определяют выход готовой продукции, время сушки, затраты топлива и т. д. В сочных растительных продуктах (овощи, фрукты) содержится 10–20 % сухих веществ. Большую часть сухого остатка (5–18 %) составляют растворимые в клеточном соке вещества (сахара, кислоты, крахмал, азотистые вещества, пектин и т. д.), а меньшую часть (2–5 %) – нерастворимые вещества.

2.2. Метод высушивания инфракрасными лучами

Для технологических и аналитических целей разработан метод сушки лучистой энергией, в частности, инфракрасными лучами при помощи специальных вольфрамовых ламп с пониженной светоотдачей. Основное преимущество этого метода заключается в значительном сокращении длительности процесса сушки: вследствие отсутствия термического сопротивления пограничного слоя лучистому потоку тепла вода быстро нагревается и испаряется. Тепловые лучи, проникая на некоторую глубину в продукт, ускоряют испарение влаги.

2.3. Прямые методы определения влаги путем отгонки

Когда в исследуемом продукте, кроме воды, содержится заметное количество других легколетучих веществ (эфирные масла, летучие кислоты, аммиак, углекислота и др.), при определении влаги высушиванием даже в самых точных модификациях (использование вакуума) наблюдаются отклонения от истинного ее содержания. В таких случаях целесообразно применять прямые методы определения влаги, по которым значительно быстрее можно получить результаты (около 30 мин).

Прямые методы рекомендуется применять для исследования продуктов, богатых жиром и легко карамелизующихся, например, сухофруктов.

Метод основан на использовании бинарной системы несмешивающихся жидкостей, обладающей свойством понижать точки кипения каждого компонента, так как каждая жидкость такой системы сохраняет свойственную ей при данной температуре упругость пара. Таким образом, упругость пара смеси равна сумме упругостей паров обоих компонентов. Кипение данной смеси наступит раньше, чем упругость пара одного из компонентов достигнет атмосферного давления, т. е. при температуре, более низкой, чем температура кипения каждой из жидкостей. Поскольку прибавленный органический растворитель не смешивается с водой, в дистилляте непосредственно отсчитывается объем отогнанной из продукта воды. В качестве органической жидкости применяются отдельно или в смеси вещества, которые легче и тяжелее воды. Наиболее часто используются следующие вещества, представленные в табл. 2.

Таблица 2

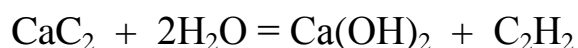
Температура кипения органических жидкостей

Органическая жидкость	Температура кипения, К
Бензин	368–393
Скипидар	426–453
Бензол	353
Толуол	324
Ксилол	413

Навеску анализируемого продукта смешивают с какой-либо достаточно высококипящей и несмешивающейся с водой жидкостью, которую затем отгоняют в мерный сосуд, в результате чего извлекается вода из анализируемого продукта.

2.4. Химический метод определения влаги

Этот метод основан на количественном определении продуктов взаимодействия воды с некоторыми химическими реагентами. Наиболее известным методом является карбидный метод. Реакция карбида кальция с водой протекает по уравнению



Количественному ходу реакции способствует нагревание, облегчающее выделение воды из продукта. Определив количество выделившегося ацетилена, можно рассчитать содержание воды в исследуемом продукте.

2.5. Физические методы определения влаги и сухого остатка

Эти методы представляют большой интерес благодаря своей скорости – результаты анализов можно получить в течение нескольких минут. Один из физических методов основан на прямой пропорциональности между электропроводностью вещества и содержанием в нем влаги. Влагомеры дают возможность в течение 5 мин и даже менее определить, к примеру, влажность зерна. Для продуктов, богатых влагой и электролитами, они непригодны.

Другой физический способ основан на зависимости диэлектрической постоянной от влажности вещества. Определение диэлектрической постоянной основано на зависимости между силой, с которой притягиваются две электрически заряженные металлические пластины, и природой вещества, заполняющего пространство между ними.

Из различных соединений, входящих в состав пищевых продуктов, вода имеет наибольшую диэлектрическую постоянную, значительно превышающую постоянную других составных частей исследуемых объектов. Так, диэлектрическая постоянная большинства

твердых или жидких тел колеблется в пределах от 1 до 10, в то время как диэлектрическая постоянная для воды равна 81. Поэтому в основу метода положено определение диэлектрической постоянной, изменение которой в различных материалах зависит, главным образом, от содержания в них влаги.

2.6. Определение содержания сухих веществ по плотности

Количество сухих веществ по плотности водных растворов (экстрактов) определяют, главным образом, в кондитерских изделиях, а также в повидле, джемах, начинках и некоторых других продуктах, получаемых при обработке фруктов сахаром. Наиболее точно можно определить плотность пикнометрами разных форм и размеров. Зная плотность, по специальным таблицам, соответствующим виду экстракта, находят количество сухих веществ в определенном объеме раствора, а затем и в самом продукте.

В продуктах, богатых жирами, белками или спиртом, определять влагу по плотности раствора нельзя.

Зная емкость пикнометра при 293 К, можно определить вес воды с температурой 277 К, для чего объем пикнометра умножают на 0,99892 и получают вес воды в граммах при 293 К. Затем взвешивают пикнометр с 20 %-м раствором исследуемого продукта, определяют вес раствора в объеме пикнометра при данной температуре и вычисляют плотность раствора, после чего по таблице находят процентное содержание влаги в продукте.

2.7. Рефрактометрический метод определения содержания сухих веществ

Количество сухих веществ в оптически прозрачных растворах достаточно быстро и точно можно определить рефрактометрическим методом.

Приборы, служащие для измерения величины показателя преломления различных веществ, называются рефрактометрами. Определение при помощи рефрактометра основано на измерении показателя преломления исследуемого раствора, с учетом того, что угол преломления поляризованного луча света меняется от концентрации раствора данного состава.

Показатель преломления однородного вещества является его физической константой, точно так же, как константами являются удельный вес, точка плавления и точка кипения. Следовательно, определив показатель преломления исследуемого вещества, можно судить о степени его однородности и чистоты.

Кроме того, величина показателя преломления находится в определенной зависимости от плотности вещества. Известно много формул, связывающих показатель преломления с изменением плотности вещества.

Луч света, проходя из одной среды в другую, если коэффициенты преломления их различны, отклоняется от своего прямого пути на больший или меньший угол, в зависимости от свойства вещества, через которое он проходит (рис. 2). Это отклонение луча измеряется углом преломления (рис. 2, а). Он определяется направлением отраженного луча OB и перпендикуляром OC , восстановленным в месте прохождения луча к плоскости, разделяющей среды.

Отношение синусов угла падения (AOC) и угла преломления (COB) – величина постоянная для каждого вещества и называется показателем, или коэффициентом преломления.

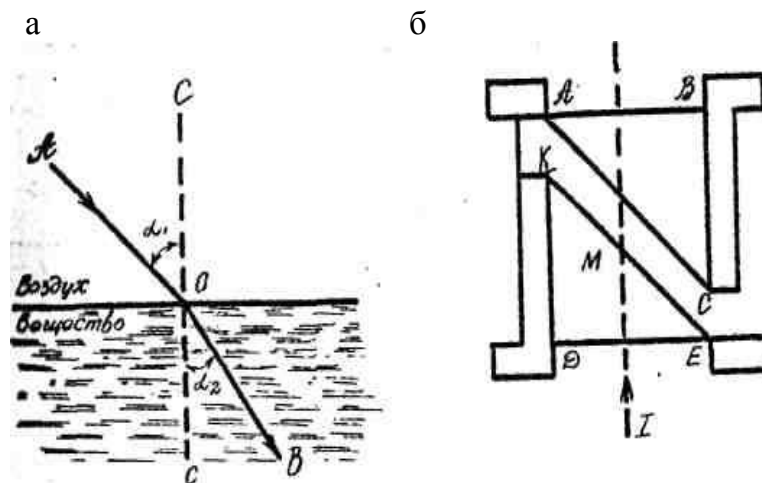


Рис. 2. Прохождение луча света из одной среды в другую:
 а – схема преломления луча; б – схема преломляющего устройства,
 состоящего из кварцевых призм

2.7.1. Принципиальная схема рефрактометра

Две прямоугольные кварцевые призмы ABC и DEK (рис. 2, б) помещены в металлические оправы, так что между сторонами AC и KE остается узкое плоскопараллельное пространство (0,15 мм), которое заполняется испытуемой жидкостью или жиром.

Кварцевые призмы расположены таким образом, что луч света (I), попадая в нижнюю призму через грань DE и проходя через нее, полностью отражается по линии M от воздушного слоя, и глаз, помещенный над верхней призмой, не увидит света.

Если же пространство между призмами наполнить испытуемым веществом, то благодаря преломлению, создаваемому этим веществом, часть лучей попадает в верхнюю призму, и глаз, остающийся в прежнем положении по линии O , начиная с определенной границы, увидит часть поля зрения освещенным, а часть – затемненным. Положение этой границы позволяет судить о величине показателя преломления исследуемого вещества. Эта величина фиксируется по шкале рефрактометра. Рефрактометры, имеющие две шкалы, из которых одна указывает показатели преломления, а вторая определяет содержание растворенного вещества, могут быть использованы для определения концентрации только того раствора, по которому производилась градуировка шкалы. Для определения концентрации других растворов требуются соответствующие эмпирические таблицы.

Общее количество сухих веществ, содержащихся в пищевых продуктах, обусловленное как растворенными веществами, так и взвешенными твердыми частицами, нельзя определять рефрактометром, так как количество взвешенных твердых частиц на его показаниях не отражается, поэтому применение рефрактометра для определения сухих веществ различных пюре, паст, повидла и других подобных продуктов носит условный характер (погрешность до 2 %).

3. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

Работа № 1. Определение содержания воды в пищевых продуктах методом высушивания

Приборы и материалы, необходимые для работы:

1. Бюксы, из расчета по 2 шт. на каждый вид продукта – 4–6 шт.
2. Песок кварцевый – 50 г.
3. Стеклянная палочка – 4 – 6 шт.
4. Технические весы – 1.
5. Сушильный шкаф или инфракрасная лампа – 1.
6. Эксикатор – 1.
7. Продукты (мясо, рыба, овощи, плоды и т. д.) – по 50 г.

Порядок выполнения работы

Чистые, высушенные до постоянного веса бюксы (металлические или стеклянные) с 5 г чистого кварцевого песка и стеклянной палочкой взвешивают на весах с точностью до 0,01 г. До начала работы бюксы должны находиться в эксикаторе. Перед анализом и отбором навески продукт тщательно измельчают ножами. Овощи на металлических терках, мясо, сочные плоды и ягоды измельчают в мясорубках или фарфоровых ступках. Две бюксы с кварцевым песком заполняют протертой массой, приблизительно 2–3 г, и тщательно перемешивают с песком, равномерно распределяя всю массу по дну бюксы. Бюксы с сырой навеской и стеклянной палочкой взвешивают и сразу помещают в сушильный шкаф с температурой 373–378 К, крышки в бюксы ставят на ребро. Продолжительность сушки 2–3 ч. По окончании высушивания бюксы с крышками охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием или серной кислотой (металлические бюксы в течение 15–20 мин, а стеклянные 25–30 мин) и взвешивают.

Запись экспериментальных данных сводится в протоколы наблюдений, форма которых представлена в табл. 3.

Содержание воды и сухого вещества в продукте вычисляют последовательно по формулам (3) и (4)

$$H_2O = (B-C) 100/B-A, \quad (3)$$

$$\text{сухое вещество} = (C-A) 100/B-A, \quad (4)$$

где А – масса пустой бюксы, г; В – масса бюксы с сырой навеской, г; С – масса бюксы с сухой навеской, г.

Протокол наблюдений

№ п/п	Наименование продукта	Масса пустой бюксы (А), г	Масса бюксы с сырой навеской (В), г	Масса бюксы с сухой навеской (С), г	Содержание воды, %	Содержание сухих веществ, %

Вычисления производят по каждой из двух бюкс отдельно, затем определяют среднее арифметическое из двух полученных результатов.

При высушивании инфракрасными лучами 3 г тщательно подготовленной средней пробы навески помещают в сухую алюминиевую бюксу диаметром 60 мм и высотой 12 мм, перемешивают с 3 г прокаленного песка и распределяют тонким слоем по поверхности дна бюксы стеклянной палочкой. Порядок взвешивания такой же, как и в предыдущей работе. Через 15–20 мин после включения лампы в электросеть открытую бюксу с навеской помещают на 5–10 мин под лампу точно в центр освещенного ядра при установившемся температурном режиме 441–443 К. Затем бюксу быстро снимают, закрывают крышкой и после 4–5 мин охлаждения взвешивают на весах с точностью до 0,01 г. Дальнейший расчет аналогичен расчету при выполнении работы в сушильном шкафу.

Оформление работы

Отчет по работе должен содержать:

1. Цель и краткое описание хода работы.
2. Протокол наблюдений.
3. Анализ результатов процентного содержания воды и сухих веществ в различных продуктах.
4. Выводы.

Работа № 2. Определение содержания сухих веществ рефрактометрическим методом

Приборы и материалы, необходимые для выполнения работы:

1. Рефрактометр – 1.
2. Термостат – 1.
3. Термометр – 1.
4. Пипетки – 8.
5. Набор растворов различной концентрации – 8.
6. Фильтровальная бумага.
7. Дистиллированная вода.

Порядок выполнения работы

Рефрактометр (рис. 3) представляет собой металлическую коробку *B*, укрепленную на колонке. К коробке прикреплена камера *H*, имеющая две стеклянные призмы – неподвижную измерительную *i* и верхнюю откидную осветительную *G*. Внутренние поверхности раскрытых призм лежат в одной плоскости. Когда призмы закрыты, то между ними остается узкая щель, которая заполняется испытуемым раствором. Источником света может служить как дневной свет, так и электрический. С помощью зеркала *S* пучок света направляется в четырехугольные прорезы *E* или *F*, расположенные сбоку камеры. Свет направляется в верхнее отверстие *F*, когда исследуются светлые растворы; в нижнее *E* – когда исследуются темные растворы (в этом случае верхнее отверстие закрывается).

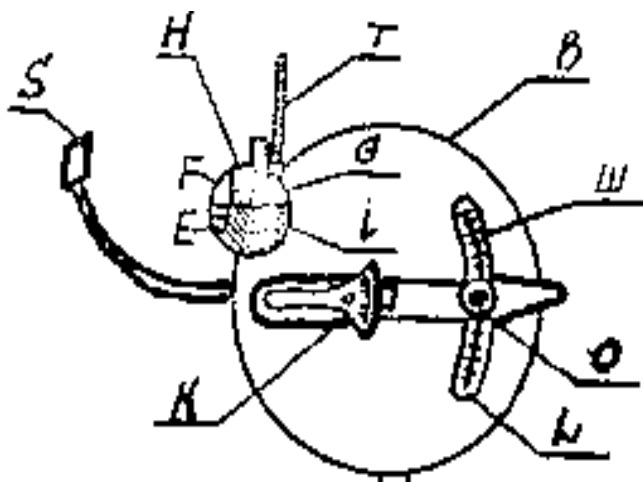


Рис. 3. Схема рефрактометра

Рефрактометр должен быть снабжен термометром Т, фиксирующим температуру, при которой происходит определение. Постоянство температуры достигается тем, что через полые оправы призмы пропускается вода строго определенной температуры. В том случае, когда поддержать необходимую температуру затруднительно, пользуются таблицей поправок (табл. 4). На стекле *L* по лицевой стороне коробки имеются две шкалы *III*: левая, показывающая коэффициент преломления, и правая, показывающая процентное содержание сухих веществ.

Таблица 4

**Поправки на содержание сухих веществ по температуре
испытуемого раствора**

Содержание сухих веществ, %										
Температура, К	5	10	15	20	30	40	50	60	70	75
<i>От процентного содержания сухих веществ</i>										
288	0,25	0,27	0,31	0,31	0,34	0,36	0,36	0,37	0,36	0,30
289	0,21	0,23	0,26	0,27	0,29	0,31	0,32	0,32	0,31	0,29
290	0,16	0,18	0,20	0,20	0,22	0,23	0,23	0,23	0,30	0,17
291	0,11	0,12	0,14	0,14	0,15	0,16	0,16	0,15	0,12	0,09
292	0,06	0,07	0,08	0,08	0,08	0,09	0,09	0,07	0,07	0,05
<i>К процентному содержанию сухих веществ</i>										
294	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
295	0,12	0,14	0,14	0,14	0,14	0,14	0,15	0,14	0,14	0,14
296	0,18	0,20	0,20	0,21	0,21	0,21	0,23	0,23	0,22	0,22
297	0,24	0,26	0,26	0,27	0,28	0,28	0,30	0,26	0,29	0,29
298	0,30	0,32	0,32	0,32	0,34	0,36	0,36	0,38	0,36	0,37
299	0,36	0,39	0,39	0,41	0,43	0,43	0,43	0,44	0,43	0,44
300	0,43	0,46	0,46	0,48	0,50	0,51	0,55	0,52	0,50	0,51
301	0,50	0,53	0,53	0,55	0,58	0,59	0,63	0,60	0,57	0,59
302	0,57	0,60	0,61	0,62	0,66	0,67	0,71	0,68	0,65	0,67
303	0,54	0,67	0,70	0,71	0,74	0,76	0,80	0,76	0,73	0,75

Перед началом работы производят юстировку рефрактометра. Для проверки показаний рефрактометра определяют заранее известный показатель преломления какой-либо жидкости, например, бензола, воды и т. д. Так, если нанести на призму каплю дистиллированной

воды, то граница светлого и темного полей должна находиться против значения 1,333, что на шкале процентов соответствует 0.

После установки рефрактометра и его юстировки приподнять верхнюю призму и с помощью стеклянной палочки или пипетки нанести на поверхность нижней призмы несколько капель испытуемой жидкости, при этом не касаясь пипеткой поверхности призмы, чтобы не повредить ее. Верхняя призма опускается на нижнюю, тогда исследуемый раствор располагается тонким слоем между призмами.

Для проведения отсчетов нужно, прежде всего, чтобы в окуляре O были отчетливо видны деления шкалы. Это достигается установкой окуляра на резкость приближением или удалением его от плоскости шкалы. Затем, наблюдая в окуляр, передвигают его из нижнего положения вверх, пока в поле зрения не покажется граница света и тени. Если эта граница выражена нерезко, то, передвигая секторный рычажок компенсатора K , добиваются резкого разделения темной и светлой частей наблюдаемого поля. Точно совмещают линию раздела с указателем в виде кружка или риски и отмечают показания прибора (по левой шкале отсчитывается коэффициент преломления, по правой – процент сухих веществ).

В случае исследования очень темных растворов, когда нижняя часть поля такая же темная, как и верхняя, следует вместо предельного угла преломления перейти к определению угла полного внутреннего отражения. Для этого пучок света направляют в боковое отверстие E под нижней призмой, а боковое отверстие F над верхней призмой закрывают ширмой. При таком освещении затемненный и светлый участки поля меняются местами. Соответствующей установкой компенсатора добиваются резкой линии раздела, отсчет показаний прибора производится, как описано выше. Так определяют содержание сухих веществ всех препаратов.

После каждого определения промывают призмы дистиллированной водой и вытирают насухо фильтровальной бумагой или ватой.

Полученные данные записываются в протокол наблюдений, представленный в табл. 5.

Протокол наблюдений

№ п/п	Наименование продукта	Температура раствора, К	Содержание сухих веществ по рефрактометру, %	Содержание сухих веществ по рефрактометру с учетом темпера- турной поправки, %

Оформление работы

Отчет по работе должен содержать:

1. Цель работы.
2. Краткое описание определения сухих веществ.
3. Протокол наблюдений.
4. Анализ полученных данных в процентном содержании сухих веществ в различных продуктах (препаратах).
5. Принципиальную схему прибора.
6. Выводы по работе.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Антипова Л.В., Глотова И.А., Рогов И.А.** Методы исследования мяса и мясных продуктов. – М.: Колос, 2001. – 376 с.
2. **Антипова Л.В.** Прикладная биотехнология. – СПб.: ГИОРД, 2001.
3. **Антипова Л.В.** Методы исследования мяса и мясных продуктов. – М.: Колос, 2004.
4. Вода в пищевых продуктах / Под ред. Р.Б.Дакуорда. – М.: Пищ. пром-сть, 1980. – 376 с.
5. **Гончарова Э.А.** Водный статус культурных растений и его диагностика. – СПб.: ВИР, 2005. – 112 с.
6. **Зуев Е.Т., Фомин Г.С.** Питьевая и минеральная вода. Требования мировых и европейских стандартов к качеству и безопасности. – М.: Протектор, 2003. – 319 с.
7. **Кох Г., Фукс М.** Производство и рецептуры мясных изделий. – СПб.: Профессия, 2005. – 656 с.
8. **Митчелл Дж., Смит Д.** Акваметрия. – М.: Химия, 1980. – 600 с.
9. **Поздняковский В.М.** Экспертиза мяса и мясопродуктов. – Новосибирск.: Изд-во Новосиб. ун-та, 2001. – 526 с.
10. **Терентьев В.Н.** Инженерные системы безопасного водоснабжения и водоотведения городов и населенных мест. – СПб.: Гуманистика, 2002. – 221 с.
11. **Чернявский М.В.** Анатомно-топографические технологии ветеринарно-санитарной гигиены и товароведческой оценки продуктов убоя животных: Справ. – М.: Колос, 2002. – 376 с.

СОДЕРЖАНИЕ

1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ПОЛОЖЕНИЯ. ВОДА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ.....	3
2. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУХИХ ВЕЩЕСТВ И ВОДЫ В ПРОДУКТАХ.....	12
2.1. Определение содержания сухих веществ или влаги методом высушивания	12
2.2. Метод высушивания инфракрасными лучами	13
2.3. Прямые методы определения влаги путем отгонки	14
2.4. Химический метод определения влаги	15
2.5. Физические методы определения влаги и сухого остатка	15
2.6. Определение содержания сухих веществ по плотности	16
2.7. Рефрактометрический метод определения содержания сухих веществ	16
3. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ	19
Работа № 1. Определение содержания воды в пищевых продуктах методом высушивания.....	19
Работа № 2. Определение содержания сухих веществ рефрактометрическим методом	21
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	25

Мурашев Сергей Викторович
Ишевский Александр Леонидович
Уварова Нина Аркадьевна

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ И СУХИХ ВЕЩЕСТВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Методические указания
к лабораторным работам
для студентов специальностей
260301, 260302, 260504, 260601, 260602
всех форм обучения и бакалавров
направления 260100

Редактор
Р.А. Сафарова

Корректор
Н.И. Михайлова

Компьютерная верстка
Н.В. Гуральник

Подписано в печать 27.12.2007. Формат 60×84 1/16
Усл. печ. л. 1,4. Печ. л. 1,5. Уч.-изд. л. 1,38
Тираж 150 экз. Заказ № С 179

СПбГУНиПТ. 191002, Санкт-Петербург, ул. Ломоносова, 9
ИИК СПбГУНиПТ. 191002, Санкт-Петербург, ул. Ломоносова, 9