

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ, МЕХАНИКИ И ОПТИКИ**

ИНСТИТУТ ХОЛОДА И БИОТЕХНОЛОГИЙ



М.М. Данина, Е.С. Сергачева, Е.В. Соболева

**МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ
СВОЙСТВ СЫРЬЯ, ПОЛУФАБРИКАТОВ,
ГОТОВЫХ ХЛЕБОБУЛОЧНЫХ
И КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЙ**

Лабораторные работы

Учебно-методическое пособие



Санкт-Петербург

2013

УДК 664.6/7

Данина М.М., Сергачева Е.С., Соболева Е.В. Методы исследования свойств сырья, полуфабрикатов, готовых хлебобулочных и кондитерских изделий. Лабораторные работы: Учеб.-метод. пособие. – СПб.: НИУ ИТМО; ИХиБТ, 2013. – 57 с.

Приведены методические указания к лабораторным работам № 1–8, в которых рассмотрены методы определения физико-химических показателей сырья, полуфабрикатов и готовой продукции хлебопекарной и кондитерской отраслей промышленности. Дано описание приборов, методик анализа; указана форма отчетов по выполненным лабораторным работам.

Предназначено для бакалавров очной и заочной форм обучения направления 260100 Продукты питания из растительного сырья.

Рецензент: доктор техн. наук, профессор Т.П. Арсеньева

**Рекомендовано к печати редакционно-издательским советом
Института холода и биотехнологий**



В 2009 году Университет стал победителем многоэтапного конкурса, в результате которого определены 12 ведущих университетов России, которым присвоена категория «Национальный исследовательский университет». Министерством образования и науки Российской Федерации была утверждена программа его развития на 2009–2018 годы. В 2011 году Университет получил наименование «Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных техно-логий, механики и оптики».

© Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, 2013

© Данина М.М., Сергачева Е.С., Соболева Е.В., 2013

ВВЕДЕНИЕ

Пищевые продукты исследуют органолептическими, физическими и химическими методами анализа. Пользуясь органолептическими методами, с помощью органов чувств определяют внешний вид, цвет, вкус, запах и консистенцию вещества.

Химические методы технохимического контроля основаны на химических реакциях анализируемого вещества с определенными реактивами. По результатам реакции составляют заключение о соответствующем показателе качества продукта. Например, химический метод определения сахара основан на реакции между редуцирующими сахарами и щелочным раствором окисного соединения меди. По количеству закиси меди, образовавшейся в результате реакции, определяют содержание сахара в продукте.

Физические методы анализа устанавливают значение определенных физических свойств вещества, связанных с тем или иным показателем его качества. Так, например, определив коэффициент преломления света в жидкости, узнают содержание в ней сухих веществ, которое пропорционально значению этого коэффициента.

При физико-химическом анализе продукта каждый качественный показатель определяют параллельно для двух образцов, взятых из одной средней пробы. Отклонения величины результатов параллельных определений не должны превышать допустимых пределов, указанных в стандартах или инструкциях. В противном случае анализ повторяют. По результатам параллельных определений вычисляют среднеарифметический результат и выражают его с точностью, предусмотренной стандартом. Результат округляют, увеличивая последний знак на единицу, если следующая за ним цифра более пяти, или отбрасывают, если последняя цифра меньше пяти.

ОБЩИЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ

1. Перед началом выполнения работ в лаборатории бакалавр изучает правила охраны труда, техники безопасности и противопожарной профилактики и в процессе работы безоговорочно их выполняет.

2. На занятии преподаватель дает бакалаврам задание на выполнение лабораторных работ.

3. При проведении занятий группа обучаемых разбивается на отдельные подгруппы.

4. Бакалавр должен знать не только последовательность проведения работы, но и ее практический смысл. Список рекомендуемой литературы приведен в конце учебно-методического пособия.

5. В лабораторных работах бакалавры должны использовать методы и приемы, соответствующие требованиям стандартов или нормам лабораторной практики. Следует помнить, что даже самые незначительные изменения в методике могут привести к резким искажениям конечных результатов определения.

6. Бакалавр обязан сам, исходя из описания работы, определить, какие приборы и материалы ему нужны.

7. Все необходимые расчеты и результаты опытов бакалавр записывает в рабочую тетрадь. Форма записи наблюдений приведена в конце каждой работы.

8. При выполнении опытов рабочее место нужно содержать в порядке и чистоте, а после окончания работы следует тщательно убрать его и вымыть использованную посуду.

9. Для анализа полученных экспериментальных данных следует проводить математическую обработку их общепринятыми методами.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Показатель влажности (массовой доли влаги) является важнейшим для оценки качества сырья, полуфабрикатов и готовых изделий. Содержание влаги характеризует энергетическую ценность продукта, так как чем больше воды в единице массы продукта, тем меньше сухих веществ (белков, жиров, углеводов и др.).

Влажность продукта предопределяет условия и сроки его хранения, поскольку избыток влаги способствует развитию микроорганизмов (в том числе вызывающих гниение и плесневение) и ускоряет ферментативные и химические реакции.

Количество влаги в сырье влияет на технико-экономические показатели работы предприятий. В частности, увеличение массовой доли влаги муки на 1 % понижает выход хлеба на 1,5 %, а повышение влажности мякиша хлеба на 1 % приводит к повышению его выхода на 2–3 %.

Массовую долю влаги определяют прямыми и косвенными методами. К *прямым* методам относятся отгонка (дистилляция) воды из навески с применением высококипящих органических жидкостей и последующим определением объема перегнанной воды, а также химические методы, основанные на взаимодействии воды с определенным реагентом. Эти методы довольно громоздки, сложны и недостаточно точны. В отличие от прямых методов, в *косвенных* определяется не сама влага в анализируемом объекте, а показатель, функционально связанный с массовой долей влаги материала. К косвенным относят термогравиметрические (методы высушивания), физические (определение массовой доли сухих веществ по величине относительной плотности или рефрактометрически) и электрометрические (определение влажности по электропроводности) методы.

Наиболее распространенным среди косвенных методов является метод определения массовой доли влаги по сухому остатку. В этом случае количество влаги устанавливают по разнице массы навески до и после высушивания. Существует два основных способа высушивания, отличающихся режимами и продолжительностью сушки:

- метод высушивания до постоянной массы;
- ускоренный метод высушивания.

О влажности трудновысушиваемых продуктов (патоки, карамели, меда, повидла, подварок и т. п.) судят по сухим веществам, определяемым рефрактометрически.

Цель работы: освоить методики определения массовой доли влаги в пищевых продуктах.

Лабораторная работа № 1 выполняется по четырем вариантам:

1-й вариант – определение массовой доли влаги муки;

2-й вариант – определение массовой доли влаги солода;

3-й вариант – определение массовой доли влаги дрожжей;

4-й вариант – определение массовой доли влаги готовых изделий (хлеба, кексов, печенья).

Метод высушивания до постоянной массы

Приборы и материалы: средний образец продукта; аналитические весы; бюксы; сушильный шкаф; тигельные щипцы; эксикатор.

Ход определения. Для анализа необходима бюкса, высушенная в сушильном шкафу при температуре 100–105 °С до постоянной массы. В предварительно взвешенную бюксу помещают навеску измельченного вещества массой 3–5 г, взятую с погрешностью $\pm 0,0002$ г и высушивают в сушильном шкафу при 100–105 °С до тех пор, пока не установится постоянная масса остатка, т. е. пока два последующих взвешивания навески не покажут практически одинаковую массу. Результаты взвешивания округляют до тысячных долей грамма. Разница в массе между двумя последующими взвешиваниями должна быть не более 0,001 г. Первое взвешивание навески обычно проводят спустя 3–4 ч от начала сушки, а каждое последующее – через 1–2 ч в зависимости от свойств высушиваемого продукта. В ответственных случаях продукт сушат дважды.

Расхождение между повторными определениями по этому методу должно лежать в пределах 1 % (относительного). Среднюю величину из двух повторных определений принимают за массовую долю влаги исследуемого объекта. При взвешивании бюксы с навеской крышка должна быть закрыта, высушивают объект при открытой крышке. Конец контактного термометра, который измеряет темпера-

туру в сушильном шкафу, должен находиться на уровне бюкс с навесками, его показания должны соответствовать заданной температуре.

Расчет массовой доли влаги и запись в лабораторном журнале даны в описании определения массовой доли влаги ускоренным методом высушивания.

Ускоренный метод высушивания

Приборы и материалы: средний образец продукта; аналитические весы; бюксы; сушильный шкаф; тигельные щипцы; эксикатор.

Ход определения

В две заранее высушенные и тарированные бюксы помещают навески исследуемого образца массой по 5 г, взвешивают с точностью до 0,01 г. Навески в открытых бюксах с подложенными под дно крышками помещают в сушильный шкаф с температурой 130 °С. Навески высушивают 50 мин, затем тигельными щипцами бюксы вынимают, закрывают крышками и охлаждают в эксикаторе не менее 20 мин и не более 2 ч. После охлаждения бюксы взвешивают с точностью до 0,01 г.

Обработка результатов

Массовую долю влаги рассчитывают по формуле

$$W = \frac{(m - m_1)100}{m}, \quad (1.1)$$

где m – масса продукта до высушивания, г; m_1 – масса продукта после высушивания, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустой бюксы (a).....	г
Масса бюксы с навеской до высушивания (b).....	г
Масса образца ($m = b - a$).....	г
Масса бюксы с навеской после высушивания (c).....	г
Масса высушенного образца ($m_1 = c - a$).....	г

Масса испарившейся влаги ($m - m_1$)..... г
 Массовая доля влаги (W) %
 Заключение

Экспрессный метод высушивания

Приборы и материалы: аппарат конструкции Чижовой (или аналоги ВЧМ, ПИВИ-1, Кварц-21М, АПС-1, Элекс-7); пакеты из фильтровальной (или газетной) бумаги; средний образец продукта; эксикатор; аналитические весы.

Ход определения

При экспрессном методе высушивания используется прибор ВНИИХП-ВЧ конструкции Чижовой (или аналоги).

Пакетики (конвертики) из фильтровальной (или газетной) бумаги размером 16×16 см предварительно высушивают в приборе при температуре 160 °С в течение 3 мин, охлаждают 1–2 мин в эксикаторе, взвешивают с точностью до 0,01 г. Навеску продукта массой 5 г равномерно распределяют по пакету и помещают в аппарат при температуре 160 °С. Длительность высушивания зависит от влажности и свойств материала (табл. 1.1).

Таблица 1.1

Наименование продукта	Продолжительность высушивания, мин
Мука	3
Солод	10
Дрожжи прессованные	7
Готовые изделия	3

Высушенные пакеты с продуктом охлаждают 3–5 мин в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах. Из-за гигроскопичности бумаги и навески взвешивать пакеты следует быстро.

По формуле (1.1) рассчитывают массовую долю влаги навески.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустой бюксы (a)..... г
 Масса пакета с навеской до высушивания (b)..... г
 Масса образца ($m = b - a$)..... г

Масса пакета с навеской после высушивания (c).....	г
Масса высушенного образца ($m_1 = c - a$).....	г
Масса испарившейся влаги ($m - m_1$).....	г
Массовая доля влаги (W)	%
Заключение	

Для каждого метода рассчитывают среднеарифметическую погрешность.

Контрольные вопросы

1. Значение показателя массовой доли влаги.
2. Принцип прямых и косвенных методов определения влаги.
3. В чем сущность экспрессного метода?
4. Преимущества и недостатки различных методов высушивания.
5. Как осуществляется процесс сушки по ускоренному методу?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ СУХИХ ВЕЩЕСТВ РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Принцип метода основан на изменении показателя преломления растворов в зависимости от количества растворенных в них сухих веществ. Коэффициент преломления зависит от природы вещества, длины волны падающего света и температуры окружающего воздуха. Чем больше концентрация раствора, тем выше значения коэффициента преломления. При отклонении температуры измерения от 20 °С вводят температурные поправки.

Для определения массовой доли сухих веществ применяют рефрактометр марки РПЛ-3, имеющий шкалу содержания сухих веществ по сахарозе в процентах, рефрактометр ИРФ-454 для измерения показателя преломления в интервале 1,2–1,7 и др. С помощью специальных таблиц по значениям показателя преломления определяют массовую долю сухих веществ в процентах.

На рефрактометре определяют не истинное, а видимое содержание сухих веществ, поэтому в зависимости от химического состава продукта вводят поправку, учитывающую отклонение определяемой на рефрактометре величины от истинного содержания сухих веществ.

Рефрактометр пищевой лабораторный РПЛ-3

Рефрактометр пищевой лабораторный РПЛ-3 состоит из двух призм (осветительной и измерительной), заключенных в пустотелую камеру. Верхняя осветительная призма, соединенная шарниром, откидывается в сторону и позволяет поместить несколько капель исследуемой жидкости на поверхность измерительной призмы. Нормальной для измерения считают температуру 20 °С. Концентрацию сухих веществ можно определять при температуре от 15 до 30 °С, вводя температурную поправку по соответствующим таблицам (прил., табл. 1).

На передней стенке корпуса имеется продолговатая прорезь, в которой укреплены две шкалы: слева – шкала показателей преломления, справа – шкала сухих веществ от 0 до 95 %, отградуированная по сахарозе. Для получения четкого изображения шкалы вдвигают или выдвигают окуляр. Для устранения дисперсии света и расплывчатой границы между светлым и темным полем зрения служит компенсатор, расположенный на одной оси с рычагом окуляра.

Техника определения на рефрактометре РПЛ-3

Перед началом работы рефрактометр проверяют по дистиллированной воде при температуре 20 °С, при этом пунктирная линия, нанесенная на окуляр, должна совместиться с границей света и тени на нулевой отметке шкалы.

Затем на призмы с помощью оплавленной стеклянной палочки наносят несколько капель исследуемой жидкости, при этом палочка не должна касаться поверхности призмы. Опускают верхнюю призму, плотно прижимая ее к нижней. Если раствор не мутный и не слишком окрашен, в окно верхней призмы направляют луч света от осветителя, добиваясь максимальной освещенности поля зрения, наблюдаемого в окуляр; окно нижней призмы закрывают щитком. В случае исследования темноокрашенных растворов окно верхней призмы закрыто, а свет направляют на нижнюю призму. После этого перемещают окуляр вдоль прорези, пока граница света и тени не совместится с пунктирной линией. На шкале прибора отмечают деление, через которое проходит граница светотени. Если линия раздела находится между двумя какими-либо делениями шкалы, то передвижением отсчетного барабана доводят линию раздела до ближайшего нижнего деления.

Затем отсчитывают число делений шкалы от нуля до деления, по которому проходит линия раздела, включительно. Показания, полученные по шкале отсчета, записывают как целые единицы, за десятые принимают число делений, находящихся на отсчетном барабане против указательной черты. При отсчете показаний прибора отмечают температуру определения. Если измерения проводили не при 20 °С, то вносят соответствующую поправку согласно специальной таблице (см. прил., табл. 1).

После определения поверхность призм вытирают фильтровальной бумагой, а затем промывают дистиллированной водой.

Рефрактометр пищевой лабораторный ИРФ-454

Основные сборочные единицы смонтированы в металлическом корпусе. В верхней части закреплен окуляр, который может перемещаться вдоль оптической оси для установления резкости.

С боковой стороны корпуса расположен маховик для перемещения изображения границы света и тени, а также маховик компенсатора с нониусом устранения окрашенности границы света и тени. С другой стороны для подсвечивания шкалы естественным светом укреплено поворотное зеркало в оправе.

На корпусе с помощью основания закреплен рефрактометрический блок, состоящий из измерительной и осветительной призм в оправе. Оправа с измерительной призмой и термометром закреплена неподвижно, а оправа с осветительной призмой отклоняется вбок. На оправе осветительной призмы закреплена заслонка. Для подсвечивания измерительной призмы со стороны нижней грани на ее оправе установлено откидное зеркало.

Со стороны окон оправ осветительной и измерительной призм на корпусе установлен осветитель, для его питания используется блок питания.

Измерения проводят при дневном свете или при включенном осветителе в проходящем через прозрачную исследуемую среду свете или в отраженном свете, когда исследуемая среда существенно поглощает или рассеивает свет.

Подготовка прибора к работе

Установка окуляра. Вывинтить окуляр до упора, затем вращать по часовой стрелке до тех пор, пока перекрестье в верхней части освещенного поля не будет видно резко.

Установка освещения. Источник питания включить в сеть переменного тока. Поле зрения должно быть равномерно освещено. Осветитель установить так, чтобы свет падал на входное окно осветительной призмы или на зеркало, которым направить свет во входное окно вдоль рабочей грани измерительной призмы.

Техника определения на рефрактометре ИРФ-454

Перед началом работы необходимо проверить правильность установки прибора на нуль по дистиллированной воде.

На чистую поверхность измерительной призмы стеклянной палочкой или пипеткой осторожно, не касаясь призмы, нанести две–три капли жидкости. Опустить осветительную призму и прижать ее застёжкой. Свет должен проходить через открытое окно осветительной призмы, при этом окно-зеркало осветительной призмы должно быть закрыто.

Наблюдая в окуляр границу светотени, маховиком вводят ее в поле зрения окуляра и наводят точно на перекрестие сетки. Если граница светотени окажется радужной, расплывчатой, то вращением рукоятки (маховика) компенсатора достигают четкости этой границы. По шкале показателей преломления снимают отсчет. Цена деления шкалы составляет $5 \cdot 10^{-4}$. Целые, десятые, сотые и тысячные доли оценивают на глаз.

При проверке нулевой точки прибора полученные значения показателя преломления с учетом температуры сравнивают с табличными (табл. 2.1).

Таблица 2.1

Температура, °С	Показатель преломления	Температура, °С	Показатель преломления
15	1,3334	21	1,3329
16	1,3333	22	1,3328
17	1,3332	23	1,3327
18	1,3332	24	1,3326
19	1,3331	25	1,3325
20	1,3330	26	1,3324

Определение показателя преломления исследуемой жидкости

Поверхности измерительной и осветительной призм протирают фильтровальной бумагой. Затем наносят на измерительную призму две–три капли исследуемого раствора и проводят измерение показателя преломления аналогично воде. Проводят не менее трех определений, принимая за окончательный результат среднее арифметическое значение. Поверхность призм необходимо чистить после каждого измерения, промывая их спиртом или дистиллированной водой и удаляя остатки жидкости фильтровальной бумагой.

Шкала показателей преломления рассчитана для температуры 20 °С, поэтому если измерения проводились при температуре, отличающейся от 20 °С, то следует ввести поправку по специальной таблице (прил., табл. 1).

Цель работы: ознакомиться с устройством различных рефрактометров и освоить методики рефрактометрического определения массовой доли сухих веществ в продуктах.

Лабораторная работа № 2 выполняется по следующим вариантам:

1-й вариант – определение массовой доли сухого вещества папки;

2-й вариант – определение массовой доли влаги карамели;

3-й вариант – определение массовой доли влаги помадной массы.

Приборы и материалы: рефрактометры марок РПЛ-3 и ИРФ-454; осветительный прибор; весы аналитические лабораторные; бюксы с крышками; стеклянные палочки; пипетки градуированные на 10 см³; водяная баня; термометр лабораторный (0–100 °С); фильтровальная бумага; дистиллированная вода; стеклянная палочка с оплавленным концом; проба продукта.

Ход определения

Массу навески и объем воды выбирают в зависимости от вида продукта (табл. 2.2).

Таблица 2.2

Продукт	Масса навески продукта, г	Объем дистиллированной воды для растворения, см ³
Патока	$(4 \div 6) m$	$2m + 2$
Карамель	5	5
Помадная масса	5	5

Примечание: m – фактическая масса навески патоки.

Взвешивают бюксу со стеклянной палочкой и крышкой, помещают в нее навеску продукта, взвешивают (с точностью до 0,01 г), приливают необходимое количество дистиллированной воды. Навеску растворяют в открытой бюксе на водяной бане при температуре 60–70 °С. Затем, закрыв бюксу крышкой, раствор охлаждают. Тщательно вытертую снаружи фильтровальной бумагой бюксу взвешивают (с раствором, палочкой и крышкой) с точностью до 0,01 г.

Определяют на рефрактометре показатель преломления и содержание сухих веществ полученного раствора (см. прил., табл. 2), рассчитывают истинное содержание сухих веществ и влажность продукта.

Поскольку декстрины патоки завышают рефрактометрический показатель содержания сухих веществ, показания прибора умножают на коэффициент пересчета (табл. 2.3).

Таблица 2.3

Содержание редуцирующих веществ в патоке, %	Коэффициент пересчета K
30–34	0,9608
35–44	0,9661
45–50	0,9720
51–55	0,9760
56–60	0,9798

При производстве помадной и карамельной массы используют патоку, сухие вещества которой завышают показатель сухих веществ в растворе исследуемого продукта по рефрактометру. Поэтому, определив видимое содержание сухих веществ, вносят поправку согласно табл. 2.4 и находят истинное содержание сухих веществ.

Таблица 2.4

Количество массовых частей патоки на 100 массовых частей сахара	Поправочный коэффициент Y	Количество массовых частей патоки на 100 массовых частей сахара	Поправочный коэффициент Y
50	- 0,85	25	- 0,46
45	- 0,78	20	- 0,37
40	- 0,71	15	- 0,27
35	- 0,62	10	- 0,16
30	- 0,55	5	- 0,07

Запись в лабораторном журнале: обработку результатов и запись в журнале производят в соответствии с табл. 2.5.

Таблица 2.5

Показатель	РПЛ-3	ИРФ-454
Масса бюксы, г Масса бюксы с продуктом, г Масса продукта m , г Масса бюксы с раствором продукта, г Масса раствора продукта M , г Разведение продукта M/m		
Показание рефрактометра при ___ °С (среднее из трех измерений): – содержание СВ, % (A) – показатель преломления, деление шкалы (a) Поправка на температуру: – содержание СВ, % (B) – показатель преломления, деление шкалы (b) Показатель рефрактометра при 20 °С: – содержание СВ, % ($A \pm B$) – показатель преломления, деление шкалы ($a \pm b$) Содержание СВ в растворе продукта C_p , % Видимое содержание СВ в продукте C_b , % $C_b = (M/m) C_p$ Коэффициент пересчета для патоки K Поправочный коэффициент Y Истинное содержание СВ в продукте C , % $C = C_b K$ (для патоки) $C = C_b - Y$ (для помадной массы, карамели) Влажность продукта $W = 100 - C$, % Заключение		

Контрольные вопросы

1. В каких случаях о влажности судят по сухим веществам?
2. Принцип рефрактометрического метода.
3. В каких единицах и с какой точностью отградуированы шкалы различных рефрактометров?
4. Каким образом определяется массовая доля влаги карамельной и помадной массы?
5. Как установить прибор на нуль?
6. В каких случаях вводят поправки на температуру?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ КРАХМАЛА ПОЛЯРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Поляриметрический метод основан на измерении угла поворота плоскости поляризации луча света, прошедшего через оптически активную среду. Поляризованный луч в отличие от естественного может колебаться только в одной плоскости. Плоскость, перпендикулярная плоскости колебания луча, называется плоскостью поляризации.

Оптической активностью обладают органические соединения, имеющие в молекулах асимметричные атомы углерода: аминокислоты, углеводы, органические кислоты и др. Оптически активные вещества в зависимости от направления производимого ими вращения называют правовращающими (сахароза, глюкоза, мальтоза) и левовращающими (фруктоза).

Угол вращения плоскости поляризации α пропорционален длине пути света в активной среде, а также концентрации оптически активного вещества.

Для каждого оптически активного вещества важной характеристикой является удельная вращательная способность. Удельное вращение $[\alpha]_D^{20}$ – это угол поворота плоскости поляризации при прохождении луча через слой раствора толщиной 1 дм при концентрации раствора, равной 100 г вещества в 100 см³. Зная удельное вращение исследуемого вещества, толщину слоя раствора L и определив угол

поворота плоскости поляризации α , можно найти концентрацию раствора (г/100 см³):

$$C = \frac{100\alpha}{L \cdot k \cdot D} \quad (3.1)$$

Приборы, с помощью которых измеряют величину угла вращения плоскости поляризации света, называются поляриметрами.

Поляриметр СМ-3

Конструктивно поляриметр состоит из следующих основных частей: корпуса; головки анализатора с линейным поляризатором; основания; крышки и прилагаемых кювет. На цилиндрическом зубчатом колесе закреплен лимб, имеющий 360-градусную круговую шкалу с ценой деления 0,5°. На корпусе закреплены нониусы отсчетных устройств, каждый нониус имеет 25 делений. Величина отсчета по нониусу 0,02°.

Трубки (кюветы) имеют длину 100 и 200 мм.

Поляриметр портативный П-160М

Прибор состоит из следующих основных сборочных единиц: головки анализатора; поляризационного устройства; соединительной трубки с зеркалом; трубки для растворов; кронштейна.

Свет (дневной или от матовой электрической лампочки мощностью не менее 40 Вт) направляется в узел поляризатора с помощью зеркала прибора. Осветительная лампа должна располагаться на расстоянии 10–15 см от прибора.

На шкале лимба вправо и влево от нуля нанесено 20 делений. Цена деления лимба 1°. В плоскости лимба на подвижной втулке имеется два нониуса – левый и правый. Каждый нониус разделен на 10 делений. Минимальное значение величины отсчета по нониусу 0,1°.

Трубка для растворов имеет длину 95,04 мм.

Принцип действия поляриметра

Основными частями любого поляриметра являются две последовательно расположенные призмы Николя. Первая призма (поляризатор) поляризует естественный свет, вторая (анализатор) – фиксирует отклонение плоскости поляризации, производимое оптически активным веществом, помещенным между ними.

В поляриметре применен принцип уравнивания яркости разделенного на части поля зрения. Разделение поля зрения на части осуществлено введением в оптическую систему поляриметра хроматической фазовой пластинки. Яркость полей сравнения уравнивают вблизи полного затемнения поля зрения.

Свет от лампы, пройдя через конденсатор и поляризатор, одной частью пучка проходит через хроматическую фазовую пластинку, защитное стекло, кювету и анализатор, а другой частью пучка – только через защитное стекло, кювету и анализатор.

Уравнивание яркости полей сравнения производят путем вращения анализатора.

Если между анализатором и поляризатором ввести кювету с оптически активным раствором, то равенство яркости полей сравнения нарушается. Оно может быть восстановлено поворотом анализатора на угол, равный углу поворота плоскости поляризации раствором.

Следовательно, разностью двух отсчетов, соответствующих равенству яркости полей сравнения с оптически активным раствором и без него, определяется угол вращения плоскости поляризации данным раствором.

При измерении на поляриметре угла вращения плоскости поляризации правовращающими оптически активными растворами отсчеты по шкале первого отсчетного устройства и лимбу будут составлять от 0 до 35 °; при измерении левовращающими оптически активными растворами – от 360 до 325 °. Величина угла вращения определяется по отсчету по шкале первого отсчетного устройства и лимбу минус 360 °.

Порядок работы на поляриметре

Чистка кювет и наполнение их исследуемым раствором

Перед началом измерений трубку (кювету) необходимо тщательно прочистить. С этой целью через трубку кюветы нужно протолкнуть пробку из фильтровальной бумаги, пропитанной спиртом. Покровные стекла протереть салфеткой, смоченной в спирте. Перед наполнением кюветы раствором на один конец трубки положить покровное стекло и резиновую прокладку, прижать втулкой и затянуть гайкой.

Наполнять кюветы раствором до тех пор, пока на верхнем конце кюветы не появится выпуклый мениск. Этот мениск сдвинуть в сторону при помощи покровного стекла. Затем на покровное стекло положить резиновую прокладку, прижать втулкой и затянуть гайкой. Гайку необходимо затягивать не слишком туго, чтобы не было натяжений в покровных стеклах, но так, чтобы кювета не подтекала.

После наполнения кюветы исследуемым раствором покровные стекла с наружной стороны тщательно протереть мягкой салфеткой.

В кювете не должно оставаться воздушных пузырьков.

Определение угла вращения плоскости поляризации оптически активным раствором

Определение нулевого отсчета производят с кюветой, наполненной дистиллированной водой. Вращением втулки наблюдательной трубки установить окуляр по глазу на резкое изображение линии раздела полей сравнения. После этого, вращая ручку, повернуть анализатор и добиться равенства яркости полей сравнения в чувствительном положении. Чувствительное положение анализатора характеризуется следующим:

во-первых, части поля уравнены при минимальной яркости;

во-вторых, незначительное вращение анализатора вызывает резкое нарушение равенства яркости различных частей поля.

Установку на равномерную яркость полей с равнения повторить пять раз со снятием отсчетов по шкале лимба и нониуса. Средняя величина из пяти отсчетов является нулевым отсчетом прибора.

Оптически активные растворы, подлежащие исследованию, должны быть прозрачными, не должны иметь взвешенных частиц.

Для определения угла вращения плоскости поляризации трубки (кювету) с исследуемым раствором поместить в кюветное отделение поляриметра и закрыть крышкой. Затем необходимо втулкой установить окуляр наблюдательной трубки по глазу на резкое изображение линии раздела полей сравнения, плавным и медленным поворотом анализатора установить равенство яркости полей сравнения и снять отсчет.

Снятие показаний

1. Отсчет на поляриметре СМ-3. Сначала необходимо определить, на сколько градусов повернута шкала лимба по отношению к шкале первого отсчетного устройства; затем по штрихам первого и второго отсчетных устройств, совпадающим со штрихами шкалы лимба, отсчитать доли градуса.

Величина отсчета по нониусу $0,02^\circ$.

Оцифровка отсчетного устройства «10» соответствует $0,10^\circ$; оцифровка «20» соответствует $0,20^\circ$ и т. д.

К числу градусов, взятых по шкале лимба первого отсчетного устройства, нужно прибавить средний арифметический отсчет по шкалам первого и второго отсчетных устройств. Делают пять таких наводок и определяют среднее арифметическое. Из полученного среднего арифметического отсчета вычитают нулевой отсчет.

2. Отсчет на поляриметре П-160М. Сначала нужно посмотреть, на сколько полных градусов повернут нуль нониуса по отношению к лимбу; подсчитать число делений от нуля нониуса до штриха нониуса, совпадающего с градусным штрихом лимба, и умножить полученное число делений на $0,1^\circ$. К числу градусов, взятых по лимбу, прибавляют отсчет по нониусу.

Пример. При определении нулевого положения с кюветой, наполненной дистиллированной водой, был получен результат $0,06^\circ$, а после ввода кюветы, наполненной исследуемым раствором, получен отсчет $3,56^\circ$. Разность в отсчетах между конечной и начальной установками угла вращения плоскости поляризации исследуемого раствора $3,56^\circ - 0,06^\circ = 3,50^\circ$.

Определение массовой доли крахмала

Основными видами крахмалсодержащего сырья являются картофель, зерно и продукты его переработки (крупа, мука). Содержание крахмала в зерне злаков составляет 40–80 % сухой массы.

Крахмал при кислотном гидролизе образует глюкозу, поэтому большинство методов количественного определения крахмала основывается на определении ее оптической активности.

Для определения содержания крахмала в растительном сырье этими методами необходимо предварительно перевести его в растворимое состояние и гидролизовать, что достигается обработкой исследуемого объекта соляной кислотой или хлоридом кальция. Для удаления сопутствующих веществ, мешающих определению (в основном белков), и для осветления полученного гидролизата раствор обрабатывают реактивом-осадителем: фосфорно-вольфрамовой или пикриновой кислотой, молибдатом аммония или реактивом Карреза (растворы солей гексацианоферрата (II) калия и сульфата цинка). Прозрачный раствор поляризуют.

Метод Эверса – основной, стандартный метод определения массовой доли крахмала при оценке качества зерна и продуктов его переработки.

Цель работы: приобретение навыков работы на поляриметре и освоение методики определения содержания крахмала.

В данной лабораторной работе массовая доля крахмала определяется в следующих образцах:

- 1-й вариант* – в пшеничной муке;
- 2-й вариант* – в ржаной муке;
- 3-й вариант* – в картофельном крахмале;
- 4-й вариант* – в измельченном зерне.

Аппаратура, материалы и реактивы: весы лабораторные 2-го и 3-го классов точности; поляриметр; секундомер (таймер); термометр; электроплитка; баня водяная; колба мерная на 100 см³; колба коническая; пипетка на 50 см³; бюретка на 25 см³; воронка; цилиндр мерный на 10 и 50 см³; 0,31 н. раствор соляной кислоты (1,124 %-й раствор); 25 %-й раствор соляной кислоты; 2,5 %-й раствор молибдата аммония; дистиллированная вода; фильтровальная бумага; проба продукта.

Техника определения

В сухую мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят из бюретки 25 см³ 0,31 н. раствора HCl и добавляют через воронку при постоянном перемешивании (взбалтывании) навеску исследуемого продукта (муки, измельченного зерна, крупы) массой 5 г, взвешенную с погрешностью $\pm 0,01$ г. Когда материал будет полностью суспендирован, промывают воронку и горлышко колбы новой порцией (25 см³) той же кислоты. Колбу при постоянном перемешивании опускают в кипящую водяную баню и взбалтывают в течение 3 мин (по секундомеру), нагрев на бане продолжают еще 12 мин. По истечении 15 мин с момента погружения колбы в баню ее вынимают, вливают цилиндром 40 см³ холодной дистиллированной воды и быстро охлаждают под краном до 20 °С.

Для осаждения белков и осветления раствора в колбу приливают цилиндром реактив-осадитель – 6 см³ раствора молибдата аммония. Через 5 мин содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки, взбалтывают и фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата (до 10 см³) не используют. Прозрачным фильтратом с температурой 20 °С наполняют поляризационную трубку и измеряют угол вращения плоскости поляризации на поляриметре. Это необходимо делать быстро, чтобы раствор не успел потемнеть.

Параллельно проводят контрольный опыт для внесения поправки на оптически активные водорастворимые вещества, не осаждаемые реактивами-осадителями и находящиеся в растворе (преимущественно углеводы).

Контрольный опыт

Отвешивают 5 г продукта, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют цилиндром 70 см³ воды и взбалтывают в течение 15 мин. Затем омывают горлышко колбы 10 см³ дистиллированной воды, осветляют реактивом-осадителем, используемым в основном опыте. Взбалтывают в течение 5 мин, доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют. Отбирают пипеткой 50 см³ фильтрата, переносят в мерную колбу на 100 см³, добавляют 2 см³ 25 %-го раствора HCl, выдерживают 15 мин на кипящей водяной бане, охлаждают до 20 °С и поляризуют.

Обработка результатов

Содержание крахмала рассчитывают по формуле

$$C = \frac{(\alpha_{\text{оп}} - \alpha_{\text{к}})100 \cdot 100 \cdot 100}{[\alpha_D^{20}] ml (100 - W)}, \quad (3.2)$$

где C – массовая доля крахмала, % на сухие вещества; $\alpha_{\text{оп}}$ – величина угла поворота плоскости поляризации, полученная оптически активными веществами в основном опыте, градус поляриметра; $\alpha_{\text{к}}$ – величина угла поворота плоскости поляризации, осуществляемая водорастворимыми оптически активными веществами (не крахмалом) в контрольном опыте, градус поляриметра; $(\alpha_{\text{оп}} - \alpha_{\text{к}})$ – величина угла поворота плоскости поляризации, полученная растворенным крахмалом навески, градус поляриметра; $[\alpha_D^{20}]$ – удельная вращательная способность крахмала исследуемого продукта, градус поляриметра; m – масса продукта, взятого для анализа, г; l – длина поляризационной трубки, мм; W – массовая доля влаги исследуемого продукта, %.

При взятой для анализа навеске массой $m = 5$ г и длине поляризационной трубки $l = 2$ дм формула приобретает вид

$$C = \frac{(\alpha_{\text{оп}} - \alpha_{\text{к}})F \cdot 100}{100 - W}, \quad (3.3)$$

где F – коэффициент Эверса, равный $1000/[\alpha_D^{20}]$.

Обычно при расчете массовой доли крахмала пользуются таблицей, в которой даны величины удельной вращательной способности $[\alpha_D^{20}]$ и коэффициента Эверса F для основных видов крахмала (табл. 3.1).

Таблица 3.1

Крахмал	$[\alpha_D^{20}]$	F
Рисовый	185,9	1,886
Пшеничный	182,7	1,898
Кукурузный	184,6	1,879
Картофельный	194,5	1,775

Окончание табл. 3.1

Крахмал	α_D^{20}	F
Ржаной	184,0	1,885
Ячменный	181,5	1,912
Овсяный	181,3	1,914

Запись в лабораторном журнале

Величина угла поворота плоскости поляризации в основном опыте..... °
Величина угла поворота плоскости поляризации, полученная в контрольном опыте..... °
Величина угла поворота плоскости поляризации, полученная растворенным крахмалом навески..... °
Коэффициент Эверса (F).....
Массовая доля влаги в исследуемом продукте (W)..... %
Заключение

Контрольные вопросы

1. В чем суть поляриметрического метода?
2. Что такое удельная вращательная способность?
3. Как снять показания с поляриметра?
4. Какой принцип определения содержания крахмала положен в основу поляриметрического метода?
5. Что называют коэффициентом Эверса?
6. Для чего необходимы реактивы-осадители?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ РАСТВОРИМЫХ БЕЛКОВ МЕТОДОМ ЛОУРИ

Массовую долю белка в пищевых продуктах определяют различными методами. Наиболее точным является метод Кьельдаля, который основан на сжигании органических веществ концентрирован-

ной серной кислотой при кипячении в присутствии катализатора. Содержание белка определяют по количеству азота. Этот метод длительный и трудоемкий, он требует высокой квалификации работника.

В связи с этим применяют физико-химические методы количественного определения белка, в том числе фотоколориметрические. Колориметрические методы анализа отличаются быстротой определения и высокой чувствительностью, поэтому очень удобны при выполнении массовых анализов и определении малых количеств белка в растворе.

Метод Лоури основан на образовании окрашенных продуктов при взаимодействии реактива Фолина с щелочными растворами белков. Интенсивность окрашивания в основном зависит от аминокислотного состава и массовой доли белка в исследуемом продукте, измеряется на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре.

Фотометр фотоэлектрический КФК-3-01

Принцип действия

Принцип действия фотометров основан на сравнении потока излучения Φ_0 , прошедшего через «холостую пробу» (растворитель или контрольный раствор, по отношению к которому производится измерение) и потока излучения Φ , прошедшего через исследуемый раствор.

Потоки излучения Φ_0 и Φ преобразуются фотоприемником в электрические сигналы, которые обрабатываются встроенной микроЭВМ и представляются на индикаторе в виде коэффициентов пропускания, оптической плотности, скорости изменения оптической плотности, концентрации.

Подготовка фотометра к работе

Клавиатура служит для выбора нужных режимов:

клавиша «D» – выбор режимов работы в «прямой» последовательности (τ – коэффициент пропускания, A – оптическая плотность, C_C – концентрация по 1-му стандартному раствору и т. д.);

клавиша «A» – перемещение курсора влево при работе режима ввода;

клавиша «#» – градуировка фотометра по «холостой пробе».

Фотометр с закрытой крышкой следует подсоединить к сети 220 В, 50 Гц, включить тумблер «Сеть». По истечении 10 мин фото-

метр выдает звуковой сигнал готовности к работе и на нижнем индикаторе отражается надпись «Готов к работе, введите режим».

Порядок работы при изменении оптической плотности:

1. Ручкой установки длин волн установить необходимую длину волны.

2. Установить в кюветное отделение кюветы с «холостой пробой» и исследуемым раствором. Кювету с «холостой пробой» необходимо поместить в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором – в ближнее гнездо. Ручку перемещения кювет установить в крайнее левое положение, при этом в световой пучок вводится кювета с «холостой пробой».

Закрывать крышку кюветного отделения.

3. Клавишей выбора режима «D» выбрать режим измерения «А – оптическая плотность», нажать клавишу «#». На нижнем индикаторе на верхней строке должно отобразиться «Градуировка», через 3–5 с данная надпись исчезает и вместо нее появляется надпись «Измерение», на нижней строке – « $A = 0,000 \pm 0,002$ ». Если значение «0,000» отобразилось с большим отклонением, надо повторно нажать клавишу «#».

4. Ручку перемещения кювет установить вправо до упора. При этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. На нижнем индикаторе отобразится значение оптической плотности исследуемого раствора.

5. Операции по п. 2–4 необходимо повторить три раза. Значение оптической плотности исследуемого раствора определяется как среднее арифметическое из полученных отсчетов.

Цель работы: приобретение навыков работы на спектрофотометре и фотоэлектроколориметре, а также освоение методики определения содержания растворимого белка.

В данной лабораторной работе массовая доля водорастворимого белка определяется в следующих образцах:

1-й вариант – в пшеничной муке высшего сорта;

2-й вариант – в пшеничной муке второго сорта;

3-й вариант – в ржаной обдирной муке.

Аппаратура, материалы и реактивы: фотометр фотоэлектрический КФК-3-01; кюветы; весы лабораторные; весы аналитические; механический встряхиватель; центрифуга лабораторная; пипетки на 1, 5, 10 и 100 см³; микропипетка; пробирки мерные на 10 см³; конические колбы вместимостью 250–300 см³, снабженные пробками; колбы мерные вместимостью 100 см³; дистиллированная вода; реактив Фолина, Na₂CO₃; 0,1 н. раствор гидроксида натрия; CuSO₄ · 5H₂O, 1 %-й раствор тартрата калия-натрия; фильтровальная бумага; навеска продукта (муки).

Приготовление реактивов

Стандартный реактив Фолина: 100 г вольфрамата натрия и 25 г молибдата натрия вносят в круглодонную колбу вместимостью 2 дм³ с шлифованным обратным холодильником; добавляют 700 см³ дистиллированной воды, 50 см³ 85 %-го раствора ортофосфорной кислоты плотностью 1,869 г/см³ и 100 см³ концентрированной соляной кислоты; смесь кипятят на слабом огне на асбестовой сетке в течение 10 ч (можно с перерывом), охлаждают, переносят в коническую колбу Эрленмейера; стенки колбы и холодильник ополаскивают 50 см³ воды, затем туда же добавляют 150 г сульфата лития и пять капель брома. Открытую колбу нагревают и кипятят под тягой на слабом огне 15–20 мин для удаления паров брома (раствор должен иметь желтую окраску). Если раствор зеленый, то обработку бромом повторяют. После охлаждения раствор доводят дистиллированной водой до 1 дм³ и фильтруют через трубку Аллина, заполненную стеклянной ватой. Концентрацию кислоты проверяют титрованием разбавленного в десять раз реактива Фолина 0,1 н. раствором NaOH по фенолфталеину. Приготовленный раствор хранят в склянке из темного стекла. Рабочий раствор Фолина готовят разведением основного раствора дистиллированной водой в два раза.

Смешанный реактив: 2 %-й раствор Na₂CO₃ в 0,1 н. растворе гидроксида натрия и 0,5 %-й раствор CuSO₄ · 5H₂O в 1 %-м растворе тартрата калия-натрия смешивают в соотношении объемов 50 : 1 в день проведения анализа (раствор годен в течение дня).

Подготовка пробы к анализу

Взвешивают навеску продукта (муки) массой 2 г (с погрешностью $\pm 0,01$ г) и помещают в коническую колбу вместимостью 250–300 см³, снабженную пробкой. В колбу добавляют пипеткой 100 см³ дистиллированной воды, смесь хорошо перемешивают и встряхивают на механическом встряхивателе в течение 60 мин. Затем суспензию центрифугируют в течение 7–10 мин при частоте вращения 4–5 тыс. мин⁻¹. Водный экстракт белков осторожно сливают с осадка в пробирку и используют для анализа.

Техника определения

В пробирку отмеривают пипетками 0,5 см³ белковой вытяжки, содержащей 50–500 мкг белка и 2,5 см³ смешанного реактива, перемешивают в течение 10 мин и добавляют к ней 0,25 см³ рабочего раствора Фолина. После 30 мин выдержки, необходимой для развития окраски, раствор переливают в кювету с толщиной слоя раствора 5 мм, определяют величину оптической плотности на фотоэлектродиметре при длине волны 580 нм (содержание белка 50–500 мкг в 1 см³) или на спектрофотометре при длине волны 750 нм (содержание белка 10–15 мкг в 1 см³). По величине оптической плотности белковой вытяжки определяют массовую долю белка с помощью калибровочной кривой. Результат выражают в процентах на сухие вещества.

Построение калибровочной кривой

Для построения калибровочной кривой применяют белок, близкий по своей природе к исследуемому белку, приготавливая несколько растворов с точно известной массовой долей белка. Для этого в 100 см³ дистиллированной воды растворяют 100 мг взвешенного с погрешностью $\pm 0,0001$ г чистого кристаллического альбумина. В 1 см³ раствора содержится 1 мг белка. В девять пробирок с меткой на 10 см³ отмеривают в возрастающих количествах приготовленный раствор белка: в первую – 1 см³, во вторую – 2 см³ и так далее до 9 см³. Объем в пробирках доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Оптическую плотность полученных растворов

белка определяют так же, как и в описанном выше методе Лоури. При построении калибровочной кривой на оси абсцисс откладывают содержание белка в растворе ($\text{мг}/\text{см}^3$), на оси ординат – величину оптической плотности.

Примерный калибровочный график изображен на рис. 1 в приложении.

Обработка результатов

Содержание белка в продукте рассчитывают по формуле

$$X = \frac{AV_{\text{общ}} \cdot 100 \cdot 100}{mV_{\text{ан}} (100 - W)}, \quad (4.1)$$

где X – массовая доля растворимого белка в пересчете на сухие вещества, %; A – концентрация белка по калибровочной кривой, $\text{мг}/\text{см}^3$; $V_{\text{общ}}$ – общий объем вытяжки, см^3 ; m – навеска продукта, г; $V_{\text{ан}}$ – объем вытяжки для анализа, см^3 ; W – массовая доля влаги в продукте, %.

Запись в лабораторном журнале

Масса продукта (муки) (m)..... г
 Значение оптической плотности (D).....
 Содержание белка по калибровочной кривой (A)..... $\text{мг}/\text{см}^3$
 Содержание белка в навеске продукта
 ($M_1 = A \cdot 100/1000$).....г
 Массовая доля белка в продукте ($M = M_1 \cdot 100/m$)..... %
 Массовая доля влаги в продукте (W)..... %
 Массовая доля белка (X) в пересчете на СВ %
 Заключение

Контрольные вопросы

1. Каков принцип определения белка методом Лоури?
2. Техника определения растворимого белка методом Лоури.
3. Каковы недостатки и преимущества метода Лоури по сравнению с другими ускоренными методами?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО САХАРА В ХЛЕБОБУЛОЧНЫХ И КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЯХ ЙОДОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Пищевые продукты содержат главным образом дисахариды (сахароза, мальтоза, лактоза) и моносахара (глюкоза, галактоза, фруктоза). Определить каждый сахар достаточно трудно, поэтому на практике определяют условные показатели «массовая доля общего сахара» и «массовая доля редуцирующих веществ».

Редуцирующие вещества (сахар до инверсии) – это все сахара, восстанавливающие щелочной раствор меди или других поливалентных металлов, т. е. они легко окисляются.

Все сахара, кроме сахарозы, содержат альдегидные или кетонные группы, которые легко окисляются в карбоксильные. Сахароза превращается в редуцирующие сахара после гидролиза (инверсии).

Общий сахар (сахар после инверсии) – сумма всех сахаров (редуцирующих и сахарозы), способных восстанавливать поливалентные металлы после проведения инверсии.

Для количественного определения содержания сахара в хлебобулочных и мучных кондитерских изделиях предусматриваются физико-химические (фотоэлектроколориметрический, поляриметрический) и химические (перманганатный, йодометрический, феррицианидный) методы.

Химические методы основаны на способности сахаров окисляться в щелочной среде, восстанавливая при этом другие химические вещества. Количество восстановленного вещества эквивалентно содержанию сахара в исследуемом растворе.

Во всех методах определение содержания общего сахара состоит из трех основных стадий:

- приготовления водной вытяжки, т. е. извлечения сахара из взятой навески водой и осаждения из раствора мешающих несугаров, которые искажают результат определения;
- гидролиза (инверсии) сахарозы в полученном растворе;
- количественного определения общего сахара по его редуцирующей способности, т. е. по восстанавливающей способности.

Цель гидролиза

В хлебобулочных изделиях, особенно в сдобных, содержится большое количество сахарозы, которая при брожении теста не успела гидролизоваться инвертазой дрожжей до редуцирующих веществ. Поскольку сахароза не обладает редуцирующей способностью, то ее необходимо превратить в инвертный сахар. Проводят гидролиз, нагревая вытяжку с определенным количеством соляной кислоты, катализирующей инверсию. После гидролиза кислоту нейтрализуют, так как определение сахаров возможно только в щелочной среде.

Йодометрический метод

Сущность йодометрического метода

Окислителем сахаров служит жидкость Фелинга, состоящая из двух реактивов, смешиваемых перед самым определением: Фелинг I – раствор сернокислой меди и Фелинг II – щелочной раствор сегнетовой соли (калий-натрий виннокислый). При кипячении точного количества жидкости Фелинга с исследуемым раствором редуцирующего сахара двухвалентная медь (Cu^{2+}) восстанавливается сахаром до оксида одновалентной меди (Cu^+). Дальнейший анализ сводится к точному определению восстановленной меди. Так как жидкость Фелинга берется в избытке, то часть меди окажется невосстановленной и останется в окисной форме (Cu^{2+}). Чтобы определить избыточное количество окисной меди, в охлажденную жидкость добавляют раствор йодистого калия (KI) и H_2SO_4 . Количество выделившегося свободного йода эквивалентно содержанию остатка двухвалентной меди. Йод титруют раствором тиосульфата натрия; количество израсходованного тиосульфата (V_1) эквивалентно содержанию остатка окисной меди (Cu^{2+}). Затем таким же образом проводят контрольный опыт, заменяя анализируемый раствор дистиллированной водой. При этом вся медь в растворе будет двухвалентной, свободного йода выделится значительно больше и соответственно на титрование затратится больше тиосульфата (V_2). Количество меди, восстановленной сахарами, выраженное в сантиметрах кубических 0,1 н. раствора тиосульфата, определяется по разности $V_2 - V_1$.

Цель работы: освоить методику химического (йодометрического) способа количественного определения общего сахара в мучных изделиях.

Массовая доля общего сахара определяется в следующих образцах:

1-й вариант – батон нарезной;

2-й вариант – сдобное изделие;

3-й вариант – мучное кондитерское печенье (кекс, сдобное печенье).

Оборудование, вспомогательные материалы, посуда и реактивы: весы лабораторные; водяная баня; электроплитка; секундомер; термометр; ступка; пестик; мерные колбы вместимостью 250 и 100 см³; круглые плоскодонные колбы вместимостью 100 см³; колбы конические вместимостью 50 и 250 см³; бюретки вместимостью 25–50 см³, пипетки на 1, 2, 5, 10 и 50 см³; микропипетки; воронки стеклянные; 15 %-й раствор сернокислого цинка; 0,1 н. раствор гидроксида натрия или калия; 20 %-й раствор соляной кислоты; 0,2 %-й спиртовой раствор метилового красного; 10 %-й раствор гидроксида натрия; 6,9 %-й раствор сернокислой меди; щелочной раствор сегнетовой соли (калия-натрия виннокислого); 30 %-й раствор йодистого калия; 1 %-й раствор крахмала; 0,1 М раствор тиосульфата натрия (натрия серноватистокислого); 25 %-й раствор серной кислоты; фильтровальная бумага; дистиллированная вода; навеска продукта.

Ход определения

1. Приготовление водной вытяжки материала. Сначала определяют подходящую для анализа массу навески исследуемого продукта, исходя из расчета, что концентрация сахара в водной вытяжке должна составлять примерно 0,5 %. Для удобства можно воспользоваться табл. 5.1.

**Соотношение между массой навески продукта
и предполагаемым содержанием сахара**

Предполагаемая массовая доля сахара на сухое вещество продукта, %	Масса навески на мерную колбу вместимостью 250 см ³ , г
2–5	30
6–10	15
11–15	10
16–20	7

Пробу продукта измельчают в ступке. Берут рассчитанную (указанную) навеску с погрешностью не более 0,05 г, с помощью воронки с широкой трубкой переносят ее в мерную колбу вместимостью 250 см³, заполняют колбу дистиллированной водой (температура 60–70 °С) примерно на 2/3 объема и оставляют при комнатной температуре на 5 мин, периодически взбалтывая. Затем осаждают несахара, добавляя 10 см³ 15 %-го раствора сернокислого цинка и 10 см³ 0,1 н. гидроксида натрия (или калия), тщательно перемешивают, доводят водой до метки, перемешивают и оставляют на 15 мин. Далее жидкость фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухую колбу. Фильтрат должен быть прозрачным.

2. Гидролиз сахарозы. В круглую плоскодонную колбу вместимостью 100 см³ помещают пипеткой 50 см³ фильтрата, добавляют 5 см³ 20 %-го раствора HCl, погружают колбу в водяную баню, предварительно нагретую до 70 °С, и выдерживают в ней 8 мин. После быстрого охлаждения до комнатной температуры вносят в колбу две капли раствора метилового красного и добавляют по каплям, постоянно (интенсивно) перемешивая содержимое, 10 %-й раствор NaOH до появления желтовато-розовой окраски (пипеткой на 1–2 см³). После нейтрализации содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу на 100 см³, водой доводят объем до метки и тщательно перемешивают. Полученный раствор используют для определения массовой доли сахара.

3. Количественное определение общего сахара йодометрическим методом. Берут две конические колбочки из термостойкого стекла вместимостью 50 см³, в одну из них наливают 3 см³ воды,

а в другую – 3 см³ гидролизованной водной вытяжки (или ее разведения, если концентрация сахара окажется слишком высокой). В обе колбочки приливают по 1 см³ 6,9 %-го раствора сернокислой меди и перемешивают. Затем в каждую колбу добавляют по 1 см³ раствора калия-натрия виннокислого, ставят колбочки на плитку, доводят до кипения и кипятят ровно 2 мин с момента закипания. После этого колбы помещают в ледяную баню для быстрого охлаждения до комнатной температуры. К охлажденным контрольному и опытному растворам прибавляют по 1 см³ 30 %-го раствора йодистого калия и по 1 см³ 25 %-й серной кислоты. Выделившейся при этом йод немедленно титруют из бюретки 0,1 н. раствором тиосульфата натрия до светло-желтой окраски, после чего прибавляют три – четыре капли 1 %-го раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски. Объем раствора, пошедшего на титрование опытной пробы, фиксируют и обозначают V_1 , а объем раствора, пошедшего на титрование контрольной пробы, – V_2 .

Обработка результатов

Массовую долю сахара M в анализируемом изделии в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$M = \frac{(CK \cdot 100)}{a} \frac{100}{100 - W}, \quad (5.1)$$

где $C = V_2 - V_1$, см³; K – коэффициент пересчета на определенный вид сахара (глюкоза – 3,3; фруктоза – 3,7; сахароза – 3,4; мальтоза – 5,4); a – масса вещества во взятой на определение вытяжке, мг; W – массовая доля влаги в исследуемом материале, %.

Для определения окончательного результата следует провести не менее двух анализов и рассчитать среднее арифметическое значений, полученных в параллельных опытах.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в контрольном опыте (V_2)..... см³
 Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в основном опыте (V_1)..... см³

Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, эквивалентное восстановленной сахаром одновалентной меди ($V_2 - V_1$).....	см^3
Количество продукта, взятое для определения в мерную колбу объемом $V \text{ см}^3$ (m).....	г
Количество продукта, соответствующего 50 см^3 вытяжки, взятой для гидролиза ($50m/V$).....	г
Количество продукта, которому соответствует 3 см^3 вытяжки ($3 \cdot 50m/100V$).....	г
Массовая доля влаги продукта.....	%
Коэффициент пересчета на определенный вид сахара (K).....	
Содержание сахара в пересчете на сухое вещество (M).....	%
Заключение.....	

Контрольные вопросы

1. Какими методами определяют содержание общего сахара?
2. Основные этапы процесса определения общего сахара.
3. В каких условиях и для какой цели проводят гидролиз сахарозы?
4. Для чего продукт обрабатывают раствором сернокислого цинка и гидроксида натрия?
5. Принцип йодометрического метода.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6

ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕДУЦИРУЮЩИХ САХАРОВ

В производстве карамели, помадных конфет, халвы, мармелада решающую роль играет регулирование содержания редуцирующих сахаров в полуфабрикатах (сиропа, карамельная, мармеладная и помадная массы). При недостатке редуцирующих веществ может произойти засахаривание (кристаллизация) массы, а их избыток снижает товарные качества продукции.

Феррицианидный (колориметрический) метод

Суть метода. Метод основан на окислении карбонильных групп редуцирующих сахаров щелочным раствором феррицианида (красной кровяной соли). Существует две разновидности этого метода – титрометрический и фотоэлектроколориметрический.

К определенному объему анализируемого раствора добавляют точно измеренный избыток щелочного раствора феррицианида и после реакции окисления редуцирующего сахара измеряют величину поглощения продуктов реакции. Практически измеряется поглощение излишка щелочного раствора феррицианида. Чем меньше в исследуемом растворе присутствует редуцирующих сахаров, тем больше останется непрореагировавшего феррицианида и тем больше значение оптической плотности.

Этим методом можно определять количество редуцирующих веществ (в присутствии сахарозы) и общего сахара (с проведением инверсии) во всех кондитерских изделиях и полуфабрикатах.

Для анализа содержания редуцирующих веществ в кондитерских изделиях и полуфабрикатах приготавливается раствор исследуемого изделия и осаждаются мешающие определению вещества (несахара).

Цель работы: освоить методику фотоэлектроколориметрического способа количественного определения редуцирующих веществ в сахаристых кондитерских изделиях.

Массовая доля редуцирующего сахара определяется в следующих образцах:

1-й вариант – леденцовая карамель;

2-й вариант – помадный корпус конфет;

3-й вариант – мармелад;

4-й вариант – зефир.

Оборудование, посуда, вспомогательные материалы и реактивы: баня водяная; весы лабораторные; плитка электрическая; эксикатор; термометр; таймер; бумага фильтровальная; фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, обеспечивающий возможность измерений в интервале длин волн 315–630 нм; бюретки вместимостью 25 и 50 см³; колбы конические вместимостью 100 и 250 см³; колбы

мерные вместимостью 100 и 250 см³; ступка; пестик; воронка; стаканы химические вместимостью 200 и 500 см³; цилиндры мерные вместимостью 100 см³; пипетки на 5, 10, 25 см³; щелочной раствор феррицианида (калия железосинеродистого, красной кровяной соли); 1 н. раствор гидроксида натрия или калия, 1 н. раствор сернокислого цинка; стандартный раствор глюкозы; дистиллированная вода; проба продукта.

Приготовление растворов

1. 1 н. раствор сернокислого цинка ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$): 145 г сернокислого цинка помещают в химический стакан, растворяют в 600–700 см³ воды, переливают раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объем водой до метки.

2. Щелочной раствор феррицианида: 8 г железосинеродистого калия растворяют в небольшом (100–200 см³) количестве воды, отдельно растворяют примерно в таком же количестве воды 28 г гидроксида калия или 20 г гидроксида натрия, оба раствора сливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки водой. После этого раствор сливают в склянку из темного стекла, где его можно хранить в течение двух месяцев. Применяют полученный раствор не ранее чем через сутки после приготовления.

3. Стандартный раствор глюкозы: взвешивают 0,8 г безводной глюкозы, которая перед этим либо была подсушена в сушильном шкафу при 100 °С, либо в течение 3 сут хранилась в эксикаторе над прокаленным хлоридом кальция, навеску помещают в стакан, растворяют в небольшом (150–200 см³) количестве воды, тщательно перемешивают до полного растворения, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят объем до метки водой. Концентрация глюкозы в растворе составляет 0,0016 г/см³.

Подготовка к анализу (построение калибровочного графика)

Берут шесть конических колб вместимостью 250 см³ и вносят во все колбы по 25 см³ щелочного раствора феррицианида, а затем разные количества стандартного раствора глюкозы: 7,0; 7,5; 8,0; 8,5; 9,0; и 9,5 см³. К содержимому колб добавляют, соответственно: 9,0; 8,5; 8,0; 7,5; 7,0 и 6,5 см³ воды. Общий объем раствора в каждой из колб составит при этом 41 см³. После этого нагревают растворы до кипения и кипятят ровно 1 мин, а затем охлаждают и измеряют

оптическую плотность при длине волны 440 нм. Для каждой пробы делается не менее трех измерений, из которых рассчитывают среднее арифметическое.

На основании полученных данных строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс – массу глюкозы (в миллиграммах) в исследуемых пробах, а по оси ординат – соответствующие ей величины оптической плотности. Примерный калибровочный график изображен на рис. 2 приложения.

Ход определения

Оптимальную массу навески изделия рассчитывают по формуле

$$m = \left(\frac{gV}{P} \right) 100, \quad (6.1)$$

где g – оптимальная концентрация редуцирующих веществ в растворе навески при определении данным методом, г/см³; V – объем мерной колбы, используемой для растворения навески, см³; P – предполагаемая массовая доля редуцирующих веществ в исследуемом изделии, % (табл. 6.1).

При расчете массы навески изделия необходимо учитывать, что удобный для растворения навески объем — 250 см³, оптимальная для данного метода концентрация редуцирующих веществ в растворе навески — 0,002 г. Таким образом, формула (6.1) приобретает следующий вид:

$$m = \left(\frac{0,002 \cdot 250}{P} \right) 100 = \frac{50}{P}, \quad (6.2)$$

Таблица 6.1

Предполагаемая массовая доля редуцирующих веществ в кондитерском изделии

Наименование изделий	Предполагаемая массовая доля РВ, %
Карамельная масса и леденцовая карамель	23
Желейно-фруктовые корпуса конфет	50
Помадная масса	12

Наименование изделий	Предполагаемая массовая доля РВ, %
Мармелад фруктово-ягодный формовой	32
Мармелад желейный	25
Пастила и зефир	14

Навеску измельченной пробы помещают в стакан, добавляют 100 см³ воды, нагретой до 60 °С, тщательно размешивают содержимое, помещают стакан в водяную баню, нагретую до той же температуры, и выдерживают в течение 15 мин.

После охлаждения раствора осаждают несахара. Для этого в стакан с растворенной навеской добавляют 10 см³ раствора сернокислого цинка и 10 см³ 1 н. раствора NaOH, тщательно перемешивают и переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, смывая нерастворившиеся частицы водой. Содержимое колбы взбалтывают, доводят объем раствора до метки водой и фильтруют через бумажный фильтр в сухую колбу.

10 см³ полученного фильтрата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 25 см³ щелочного раствора феррицианида и 6 см³ воды, перемешивают, нагревают содержимое колбы до кипения и кипятят ровно 1 мин. После охлаждения раствора до комнатной температуры измеряют его оптическую плотность в тех же условиях, что и при построении калибровочного графика (см. раздел «Подготовка к работе»).

Обработка результатов

Установив с помощью калибровочного графика содержание глюкозы (в миллиграммах) в исследуемой пробе, рассчитывают массовую долю редуцирующих веществ Z , выраженную в процентах:

$$Z = \frac{m_1VK \cdot 100}{mV_1 \cdot 1000} = \frac{m_1VK}{mV_1 \cdot 10}, \quad (6.3)$$

где m – масса навески, г; m_1 – масса глюкозы в пробе, установленная по калибровочному графику, мг; V – первоначальный объем исследуемого раствора навески (перед фильтрованием после осаждения несхаров), см³; V_1 – объем исследуемого раствора, взятый для реакции с феррицианидом, см³; 1000 – коэффициент пересчета содержания глюкозы из миллиграммов в граммы; K – поправочный коэффициент, определяемый по табл. 6.2.

Таблица 6.2

Значение поправочного коэффициента в зависимости от соотношения содержания редуцирующих веществ и общего сахара в изделии

Отношение содержания РВ и общего сахара, %	Поправочный коэффициент K
5–10	0,91
10–15	0,93
15–20	0,94
20–30	0,95
30–40	0,97
40–60	0,98

Результаты параллельных определений округляют до второго десятичного знака, окончательный результат – до первого десятичного знака. Среднее арифметическое значение двух параллельных определений принимают за окончательный результат анализа.

Запись в лабораторном журнале

- Масса навески продукта..... г
- Первоначальный объем раствора исследуемого изделия... см³
- Объем исследуемого раствора, взятый для реакции с феррицианидом..... см³
- Оптическая плотность.....
- Содержание глюкозы в растворе (по калибровочному графику)..... мг
- Поправочный коэффициент.....
- Массовая доля редуцирующих веществ..... %
- Заключение

Контрольные вопросы

1. Какие сахара относятся к редуцирующим? Значение этих сахаров.
2. Какими методами определяют содержание редуцирующих веществ?
3. Чем отличаются методы определения общего сахара и редуцирующих веществ?
4. На чем основан феррицианидный метод определения сахаров?
5. С какой целью строится калибровочный график?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7

ЭКСТРАКЦИОННО-ВЕСОВОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА В МУЧНЫХ КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЯХ, ОТДЕЛОЧНЫХ И ВЫПЕЧНЫХ ПОЛУФАБРИКАТАХ

Жиры входят в состав многих пищевых продуктов. Общим свойством жиров и жироподобных веществ является их нерастворимость в воде, но хорошая растворимость в органических растворителях: эфире, бензоле, бензине, ацетоне, хлороформе, метиловом и этиловом спиртах и т. д. На этом свойстве основаны почти все методы количественного определения жира.

Вещества, извлекаемые с помощью растворителя из навески продукта, условно называют «сырым жиром». Они представляют собой сложную химическую смесь, в которой помимо жиров содержатся жироподобные вещества: свободные жирные кислоты, воск, стерины, а также альдегиды, кетоны, алкоголь и др. Для получения более точных результатов растворитель перед использованием очищают от воды и спирта, а испытываемый материал обрабатывают холодной водой для удаления сахаров и затем высушивают.

Принцип метода. Метод основан на извлечении жира из предварительно гидролизованной навески изделия растворителем и определении количества жира взвешиванием после удаления растворителя из определенного объема полученного раствора.

Цель работы: ознакомиться с экстракционно-весовым методом определения массовой доли жира в кондитерских изделиях.

Количественное определение жира производится в следующих образцах:

1-й вариант – кекс;

2-й вариант – печенье сдобное;

3-й вариант – песочный полуфабрикат;

4-й вариант – масляный бисквит.

Аппаратура, материалы и реактивы: весы лабораторные 2-го и 3-го классов точности; шкаф сушильный электрический; часы; центрифуга лабораторная; электроплитка; эксикатор; баня водяная; вытяжной шкаф; встряхиватель; колбы конические вместимостью 100 и 250 см³; цилиндр вместимостью 100 см³; пипетки вместимостью 20 и 50 см³; холодильник обратный шариковый; холодильник с прямой трубкой; стаканы стеклянные вместимостью 25 и 50 см³; воронки стеклянные; пробка резиновая; вата медицинская гигроскопическая; бумага фильтровальная лабораторная; груша резиновая; 1,5 %-й раствор соляной кислоты (или 5 %-й раствор серной кислоты); хлороформ (трихлорметан) или этилен хлористый (дихлорэтан); аммиак водный; навеска продукта.

Ход определения

Навеску измельченного исследуемого продукта в количестве 10 г (при содержании жира в изделиях свыше 10 % навеска может быть уменьшена до 5 г) взвешивают с погрешностью не более 0,01 г; помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³; приливают 100 см³ 1,5 %-й соляной кислоты (или 100 см³ 5 %-й серной кислоты); кипятят в колбе с обратным холодильником на слабом огне 30 мин. Затем колбу охлаждают водой до комнатной температуры, вносят 50 см³ хлороформа, плотно закрывают хорошо пригнанной пробкой, энергично взбалтывают 15 мин, выливают содержимое в центрифужные пробирки и центрифугируют 2–3 мин (при частоте вращения 3000 об/мин). В пробирке образуется три слоя. Верхний водный слой удаляют. Пипеткой, снабженной резиновой грушей, отбирают хлороформный раствор жира и фильтруют его в сухую колбу через небольшой ватный тампон, вложенный в узкую часть ворон-

ки, причем кончик пипетки должен при этом касаться ваты. 20 см³ фильтрата помещают в предварительно доведенную до постоянной массы и взвешенную с погрешностью не более 0,001 г колбу вместимостью примерно 100 см³.

Фильтрация и отбор должны проводиться в течение 2 мин. Хлороформ из колбы отгоняют на горячей бане, пользуясь холодильником с прямой трубкой. Отгонку и фильтрацию растворителя проводят под вытяжкой. Оставшийся в колбе жир сушат до постоянной массы, обычно 1–1,5 ч, при температуре 100–105 °С, охлаждают в эксикаторе 20 мин и взвешивают колбу с погрешностью не более 0,001 г.

Обработка результатов

Массовую долю жира в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)50 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 20(100 - W)}, \quad (7.1)$$

где m_1 – масса колбы с высушенным жиром, г; m_2 – масса пустой колбы, г; 50 – объем хлороформа, взятого для растворения жира, см³; m – масса навески, г; 20 – объем хлороформного раствора жира, взятого для отгона, см³; W – массовая доля влаги в исследуемом изделии, %.

Результаты параллельных определений округляют до второго десятичного знака. Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %.

Запись в лабораторном журнале

Масса колбы с высушенным жиром.....	г
Масса пустой колбы (m_2).....	г

Масса продукта (m).....	г
Массовая доля влаги в продукте (W).....	%
Массовая доля жира (X).....	%
Заключение.....	

Контрольные вопросы

1. На чем основаны количественные методы определения жира?
2. Какие вещества применяют для экстрагирования жира из навески продукта?
3. Что входит в понятие «сырой жир»?
4. Какие методы применяются для определения «сырого жира»?
5. Как проводится определение содержания жира экстракционным методом?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8

РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА В ХЛЕБОБУЛОЧНЫХ И КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЯХ

Рефрактометрический метод применяется для контроля содержания жира в хлебобулочных и кондитерских изделиях.

Принцип метода. При растворении жира коэффициент преломления растворителя понижается пропорционально количеству присутствующего жира. По разности между коэффициентом преломления чистого растворителя и раствора жира определяют содержание последнего. Чем разность больше, тем точнее определение.

Используемые растворители должны иметь высокий коэффициент преломления, очень малую летучесть, хорошо растворять жир, не должны растворяться в воде. Чаще всего в качестве растворителя используют α -монобромнафталин ($C_{10}H_7Br$), коэффициент преломления которого при 20 °С равен 1,6582 (значения коэффициента преломления жиров колеблются в пределах 1,46–1,48); помимо

него применяют α -моноклорнафталин, трикрезилфосфат, дибутилфталат, диэтилфталат и др.

Цель работы: ознакомиться с методом определения массовой доли жира в хлебобулочных и кондитерских изделиях с помощью рефрактометра.

Количественное определение жира производится в следующих образцах:

1-й вариант – сдоба обыкновенная;

2-й вариант – сухари сдобные;

3-й вариант – кекс;

4-й вариант – печенье сдобное.

Оборудование, вспомогательные материалы, посуда и реактивы: рефрактометр; пикнометр; водяная баня; бумага фильтровальная; вата медицинская; палочка стеклянная; ступка (или чашка) фарфоровая с диаметром не более 7 см; пестик; стаканы стеклянные вместимостью 20 см³; пипетки на 2 см³ с ценой деления 0,02 см³ и на 5 см³ с ценой деления 0,05 см³; воронки стеклянные с диаметром не более 3 см; α -бромнафталин с коэффициентом преломления примерно 1,66 или α -хлорнафталин с коэффициентом преломления примерно 1,63; кислота уксусная концентрированная; натрий углекислый безводный Na₂CO₃.

Подготовка к анализу

1. Определение плотности растворителей.

Для определения величины ρ (г/см³) используют пикнометр. Измерения проводят при 20 °С, а плотность рассчитывают по формуле $\rho = m/Q$, где m – масса растворителя, г, а Q – водное число пикнометра, см³. Массу определяют с погрешностью не более 0,05 г.

2. Калибровка пипеток.

Пипетку до риски заполняют растворителем, затем сливают его в стаканчик и взвешивают. Измерения для одной и той же пипетки повторяют три раза, после чего определяют массу m как среднее арифметическое из результатов трех взвешиваний. Объем пипетки для растворителя рассчитывают по формуле $V = m/\rho$, где m – масса

растворителя, набранного в пипетку (среднее арифметическое на основании трех измерений), а ρ – плотность данного растворителя при температуре 20 °С, г/см³.

Ход определения

При анализе кондитерских и хлебобулочных изделий берут 2 г навески (с точностью до 0,05 г) и помещают ее в фарфоровую ступку. Приливают туда же, используя калибровочную пипетку, 4 см³ растворителя. Смесь в ступке энергично растирают в течение 3 мин, а затем переносят на бумажный складчатый фильтр, размещенный в маленькой воронке. Первые две–три капли фильтрата отбрасывают, а остальное собирают в стаканчик. Берут из него две–три капли, наносят на призму рефрактометра и определяют коэффициент преломления. Параллельно (в тех же условиях) определяют коэффициент преломления чистого растворителя.

Для бараночных и сухарных изделий также используют навеску массой 2 г. Ее растирают в фарфоровой чашке с 2 г сухого чистого песка и 2 см³ уксусной кислоты (примерно 2 мин), после чего чашку помещают на кипящую водяную баню на 3 мин. Для изделий с самой низкой влажностью, например сушек, допустимо смачивание навески 1 см³ воды перед началом растирания с песком и кислотой. К охлажденной массе приливают 4–6 см³ растворителя и снова растирают в течение 3 мин, затем добавляют 2 г Na₂CO₃, перемешивают и переносят на складчатый фильтр. Определение коэффициента преломления проводят так же, как и для булочных изделий.

Обработка результатов

Массовую долю жира (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_p \sigma_{ж} (P_p - P_{p.ж}) 100 \cdot 100}{m (P_p - P_{p.ж}) (100 - W)}, \quad (8.1)$$

где V_p – объем растворителя, взятого для извлечения жира, см³; $\sigma_{ж}$ – относительная плотность жира при 20 °С (определяется по табл. 8.1), г/см³; P_p – коэффициент преломления растворителя; $P_{p.ж}$ – коэффициент преломления раствора жира в растворителе;

$n_{ж}$ – коэффициент преломления жира (определяется по табл. 8.1);
 m – навеска изделия, г; W – влажность данного изделия, %.

Если изделие содержит неизвестный жир или сложную смесь жиров, то предварительно жир экстрагируют из 5–10 г изделия трехкратным количеством хлороформа, взбалтывая колбу в течение 15 мин, фильтруют, отгоняют растворитель, остаток подсушивают и определяют коэффициент преломления.

Для смеси жиров или неизвестного жира относительную плотность жира $\sigma_{ж}$ принимают примерно равной 0,925.

Таблица 8.1

Коэффициент преломления и плотность жиров при 20 °С

Наименование жира	Коэффициент преломления	Плотность
Подсолнечное масло	1,4736	0,924
Сливочное масло	1,4605	0,920
Маргарин	1,4690	0,928
Горчичное масло	1,4769	0,918
Кондитерский жир	1,4674	0,928
Соевое масло	1,4756	0,922
Концентраты фосфатидные	1,4746	0,922
Кулинарный жир	1,4724	0,926
Свиной топлёный жир	1,4712	0,917

Точность результатов, получаемых рефрактометрическим методом, во многом зависит от соблюдения температурного режима во время измерения. Если температура отличается от 20 °С, то необходимо ввести температурную поправку. В случае, когда рефракция раствора жира и растворителя определяется одновременно, т. е. при одной и той же температуре, нет необходимости при расчете содержания жира вводить температурную поправку.

Запись в лабораторном журнале

Показания рефрактометра при ___ °С:

– показатель преломления растворителя (n_p).....

– показатель преломления раствора жира ($n_{р.ж}$).....

Поправка на температуру:	
– показатель преломления (a).....	
Показатель рефрактометра при 20 °С:	
– показатель преломления растворителя ($\Pi_p \pm a$).....	
– показатель преломления раствора жира ($\Pi_{p.ж} \pm a$).....	
Коэффициент преломления жира по таблице ($\Pi_ж$).....	
Объем растворителя, взятого для извлечения жира (V_p).....	см ³
Относительная плотность жира при 20 °С	
по таблице ($\sigma_ж$).....	г/см ³
Навеска изделия (m).....	г
Влажность изделия (W).....	%
Массовая доля жира (X).....	%
Закключение	

Контрольные вопросы

1. На чем основаны количественные методы определения жира?
2. Какие растворители применяют в рефрактометрическом методе?
3. Требования к используемым растворителям.
4. В чем заключается принцип рефрактометрического определения жира?

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Изделия кондитерские. Методы испытаний. – М.: Изд-во стандартов, 1996. – 144 с.
2. **Лурье И.С.** Технохимический и микробиологический контроль в кондитерском производстве: Справ. – М.: Колос, 2003. – 413 с.
3. **Пучкова Л.И.** Лабораторный практикум по технологии хлебопекарного производства. – СПб.: ГИОРД, 2004. – 264 с.
4. **Скуратовская О.Д.** Контроль качества продукции физико-химическими методами. Ч. 1. Хлебобулочные изделия. – М.: ДеЛи принт, 2002. – 102 с.
5. **Скуратовская О.Д.** Контроль качества продукции физико-химическими методами. Ч. 2. Мучные кондитерские изделия. – М.: ДеЛи принт, 2003. – 128 с.
6. **Скуратовская О.Д.** Контроль качества продукции физико-химическими методами. Ч. 3. Сахар и сахарные изделия. – М.: ДеЛи принт, 2001. – 122 с.
7. Хлебобулочные изделия. Методы анализа. – М.: Изд-во стандартов, 1996. – 106 с.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица 1

Поправки к показателям рефрактометра, для которого установка нуля-пункта проводилась при температуре 20 °С

$t, ^\circ\text{C}$	Поправка к показаниям рефрактометра при значении массовой доли растворимых сухих веществ, %																
	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70	75	80
От показания рефрактометра следует вычитать																	
15	0,29	0,31	0,32	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,37	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,37
16	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31	0,30	0,30
17	0,18	0,19	0,20	0,20	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23
18	0,12	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
19	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
К показанию рефрактометра следует прибавить																	
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,15	0,15	0,15
23	0,20	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,23	0,23	0,23	0,23
24	0,27	0,28	0,29	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,32	0,31	0,31	0,31	0,30
25	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,39	0,39	0,39	0,38
26	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,46	0,47	0,47	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,47	0,47	0,46	0,46
27	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,55	0,55	0,54	0,53
28	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,64	0,64	0,65	0,65	0,64	0,64	0,64	0,63	0,62	0,61
29	0,66	0,67	0,68	0,69	0,70	0,71	0,72	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,72	0,72	0,71	0,70	0,69
30	0,74	0,75	0,77	0,78	0,79	0,80	0,81	0,81	0,81	0,82	0,81	0,81	0,81	0,80	0,79	0,78	0,77

**Интернациональная шкала показателей преломления
раствора сахарозы при 20 °С**

Массовая доля саха- розы, %	n_p^{20}	Массовая доля саха- розы, %	n_p^{20}	Массовая доля саха- розы, %	n_p^{20}
0	1,33299	3,0	1,33733	6,0	1,34176
0,1	1,33313	3,1	1,33748	6,1	1,34191
0,2	1,33328	3,2	1,33762	6,2	1,34206
0,3	1,33342	3,3	1,33777	6,3	1,34221
0,4	1,33357	3,4	1,33792	6,4	1,34236
0,5	1,33371	3,5	1,33807	6,5	1,34251
0,6	1,33385	3,6	1,33821	6,6	1,34266
0,7	1,33400	3,7	1,33836	6,7	1,428
0,8	1,33414	3,8	1,33851	6,8	1,34296
0,9	1,33429	3,9	1,33865	6,9	1,34311
1,0	1,33443	4,0	1,33880	7,0	1,34326
1,1	1,33457	4,1	1,33895	7,1	1,34341
1,2	1,33472	4,2	1,33909	7,2	1,34356
1,3	1,33487	4,3	1,33924	7,3	1,34371
1,4	1,33501	4,4	1,33939	7,4	1,34386
1,5	1,33515	4,5	1,33953	7,5	1,34401
1,6	1,33530	4,6	1,33968	7,6	1,34417
1,7	1,33545	4,7	1,33983	7,7	1,34432
1,8	1,33559	4,8	1,33998	7,8	1,34447
1,9	1,33573	4,9	1,34012	7,9	1,34462
2,0	1,33588	5,0	1,34027	8,0	1,34477
2,1	1,33603	5,1	1,34042	8,1	1,34492
2,2	1,33617	5,2	1,34057	8,2	1,34507
2,3	1,33631	5,3	1,34072	8,3	1,34523
2,4	1,33646	5,4	1,34087	8,4	1,34538
2,5	1,33661	5,5	1,34101	8,5	1,34553
2,6	1,33675	5,6	1,34116	8,6	1,34568
2,7	1,33689	5,7	1,34131	8,7	1,34583
2,8	1,3704	5,8	1,4146	8,8	1,34599
2,9	1,33719	5,9	1,34161	8,9	1,34614

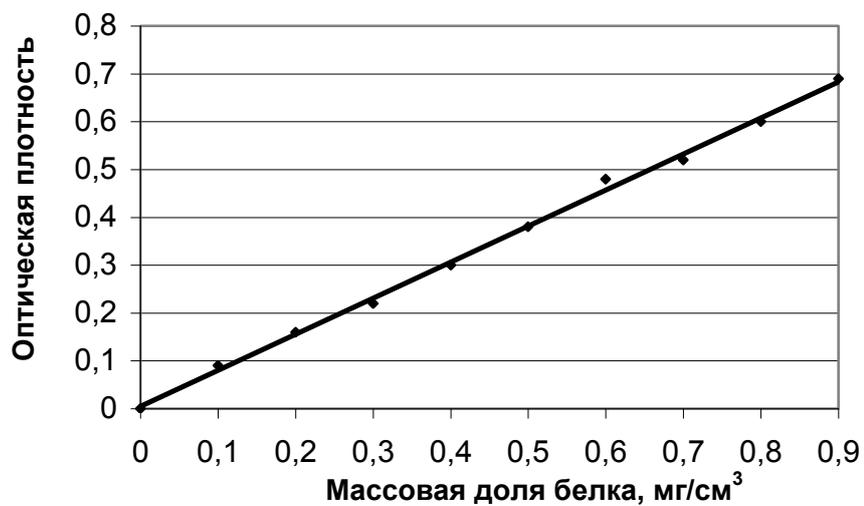


Рис. 1. Калибровочный график для определения массовой доли белка по методу Лоури

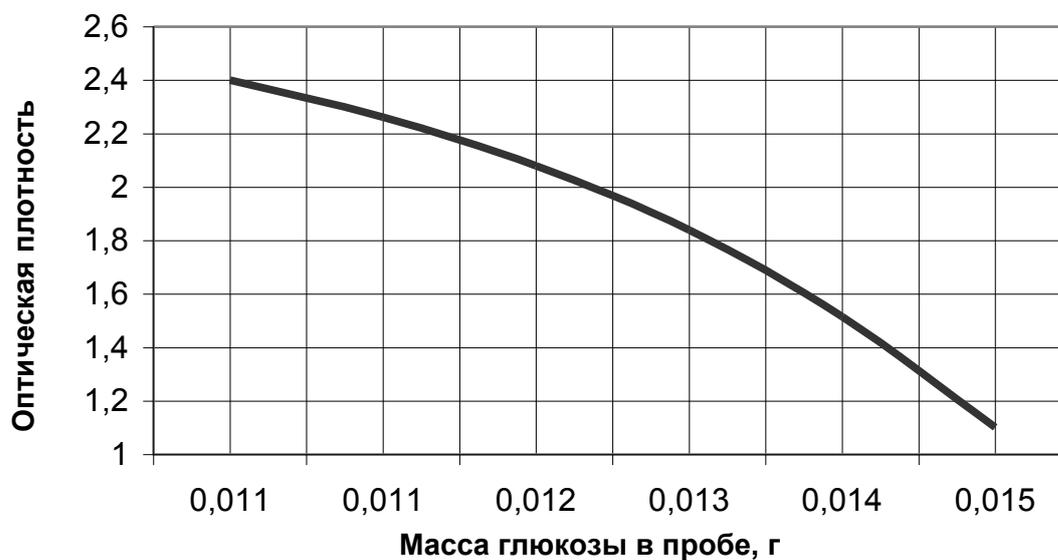


Рис. 2. Калибровочный график для определения количества глюкозы в растворе феррицианидным фотоэлектродиметрическим методом

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	3
ОБЩИЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ.....	4
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ.....	5
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ СУХИХ ВЕЩЕСТВ РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.....	9
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ КРАХМАЛА ПОЛЯРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.....	16
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ РАСТВОРИМЫХ БЕЛКОВ МЕТОДОМ ЛОУРИ.....	24
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО САХАРА В ХЛЕБОБУЛОЧНЫХ И КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЯХ ЙОДОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.....	30
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6 ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕДУЦИРУЮЩИХ САХАРОВ.....	35
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7 ЭКСТРАКЦИОННО-ВЕСОВОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССО- ВОЙ ДОЛИ ЖИРА В МУЧНЫХ КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЯХ, ОТДЕЛОЧНЫХ И ВЫПЕЧНЫХ ПОЛУФАБРИКАТАХ.....	41
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8 РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРА В ХЛЕБОБУЛОЧНЫХ И КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЯХ.....	44

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	49
ПРИЛОЖЕНИЕ.....	50

Данина Марина Максимовна
Сергачева Елена Сергеевна
Соболева Елена Викторовна

**МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ
СВОЙСТВ СЫРЬЯ, ПОЛУФАБРИКАТОВ
И ГОТОВЫХ ХЛЕБОБУЛОЧНЫХ
И КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЙ**

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

Учебно-методическое пособие

Ответственный редактор
Т.Г. Смирнова

Редактор
Л.Г. Лебедева

Корректор
Е.О. Трусова

Компьютерная верстка
И.В. Гришко

Дизайн обложки
Н.А. Потехина

Подписано в печать 25.04.2012. Формат 60×84 1/16
Усл. печ. л. 3,49 Печ. л. 3,75 Уч.-изд. л. 3,56
Тираж 50 экз. Заказ № С 37

НИУ ИТМО. 197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49
ИИК ИХиБТ. 191002, Санкт-Петербург, ул. Ломоносова, 9

Санкт-Петербургский национальный исследова-
тельский университет
информационных технологий,
механики и оптики
197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49
Институт холода и биотехнологий
191002, Санкт-Петербург, ул. Ломоносова, 9

