

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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

ИНСТИТУТ ХОЛОДА И БИОТЕХНОЛОГИЙ



И.В. Смотраева, П.Е. Баланов

ТЕХНОЛОГИЯ ПРОДУКТОВ ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ

Учебно-методическое пособие



Санкт-Петербург

2014

УДК 663

Смотраева И.В., Баланов П.Е. Технология продуктов из растительного сырья: Учеб.-метод. пособие. – СПб.: НИУ ИТМО; ИХиБТ, 2014. – 78 с.

Рассмотрены основные положения, связанные с комплексом лабораторных работ по анализу сырья и готовой продукции в области производства напитков. Приведены типы исследований, направленных на освоение теххимического контроля в индустрии бродильных производств, а также вопросы для самопроверки обучающихся и справочный материал для эффективного выполнения лабораторных работ.

Предназначено для бакалавров и магистрантов направления 260100 Технология продуктов питания из растительного сырья всех форм обучения.

Рецензент: доктор техн. наук, проф. 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 технологий, механики и оптики».

© Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, 2014

© Смотряева И.В., Баланов П.Е., 2014

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

Студенту необходимо заблаговременно подготовиться к выполнению работы, глубоко изучить соответствующий теоретический материал по лекциям или учебникам, а также по лабораторному практикуму, познакомиться с нормативно-технической документацией по теме.

При этом студент должен усвоить: состав и свойства изучаемого объекта, сущность биохимических и физико-химических превращений в ходе технологических процессов его переработки или получения; цель работы, важность определяемых в работе показателей и их влияние на качество перерабатываемого сырья, полуфабрикатов и готовой продукции; методику проведения работы и принципы, положенные в основу определения того или иного показателя; устройство прибора или установки.

Вопросы, возникающие при самостоятельной подготовке к работе, студент должен выяснить у преподавателя, ведущего лабораторный практикум.

В начале занятия преподаватель путем опроса выясняет подготовленность студентов к работе.

Студенты, допущенные к работе, приступают к ее выполнению в соответствии с методикой, изложенной в практикуме.

Работая в лаборатории, студенты обязаны неукоснительно соблюдать правила техники безопасности, правила личной и производственной гигиены. К работе приступают, надев санитарную одежду (халат). На всех рабочих местах должен быть порядок. По окончании лабораторного занятия посуду необходимо немедленно вымыть, приборы отключить, реактивы поставить на соответствующее место.

Все данные, получаемые в ходе работы (показания приборов, расчеты и др.), заносятся в рабочую тетрадь, обрабатываются и заносятся в сводную итоговую таблицу, после анализа которых делаются соответствующие выводы.

На следующем занятии студент сдает преподавателю оформленный отчет (в рабочей тетради) по выполненной работе.

В отчете должны быть указаны цель работы, краткое описание устройства приборов или установки, подробный расчет определяемых величин, анализ полученных данных и соответствующие выводы. Каждую выполненную и оформленную работу студент защищает у преподавателя и получает зачет.

Раздел 1. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА СЫРЬЯ

Лабораторная работа № 1

Определение массовой доли влаги в сырье ускоренным методом

Массовой долей влаги (влажностью) называют количество воды, удаляемой из солода при высушивании, выраженное в процентах к его массе. Основное значение массовой доли влаги заключается в том, что с ее изменением меняется содержание сухих веществ, а следовательно, и выход экстракта из единицы массы солода.

Для определения влажности разработаны различные методы, которые подразделяются на две группы – прямые и косвенные.

Как правило, для определения влажности солода используется *ускоренный метод* высушивания, когда навеску размолотого солода сушат в электрическом сушильном шкафу при температуре 130 °С в течение 40 мин. Воспроизводимость результатов определения массовой доли влаги этим методом зависит от крупности помола зерна и высоты его слоя при высушивании.

Для уменьшения ошибки солод небольшими порциями промалывают на специальных дисковых размельчителях, а постоянство высоты слоя размолотого солода достигается тем, что для анализа всегда берут навеску около 5 г и высушивают ее в металлических бюксах диаметром 48 мм.

Приборы и материалы, необходимые для проведения анализа: сушильный шкаф; мельница тонкого и грубого помола; металлические бюксы с крышками; тигельные щипцы; эксикатор; образец солода; технические весы; ложечка и банка с притертой крышкой.

Ход определения. Из образца солода берут около 30 г и размалывают на лабораторной мельнице тонкого помола. Размолотое зерно собирают в стеклянную банку с притертой пробкой. Перед взятием навески солод хорошо перемешивают и ложкой из разных мест берут порции для двух параллельных навесок в предварительно высушенные и взвешенные бюксы. Взвешивание 5 г производят на технических весах с точностью до 0,01 г.

В сушильный шкаф, нагретый до 130 °С, помещают бюксы, причем их ставят на снятые с них крышки. Через 10 мин, когда бюксы нагреются до 130 °С, отмечают время и ведут высушивание в течение 40 мин. Затем бюксы щипцами вынимают из шкафа, накрывают крышками и охлаждают в эксикаторе в течение 15–20 мин, после чего их взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г.

Массовую долю влаги (в процентах) рассчитывают по формуле

$$W = \frac{(a-b)}{(a-c)} \times 100 , \quad (1)$$

где a – масса бюксы с навеской до высушивания, г; b – масса бюксы с навеской после высушивания, г; c – масса пустой бюксы, г.

Пример. Масса бюксы с навеской до высушивания $a = 24,64$ г. Масса бюксы после высушивания $b = 24,38$ г. Масса пустой бюксы $c = 19,64$ г. Тогда

$$W = \frac{(24,64 - 24,38)}{(24,64 - 19,64)} 100 = 5,2 \% .$$

Нормативные значения массовой доли влаги для светлого солода составляют 4,5–6,0 %; для темного солода – 1,0–5,0 %. Предельное значение влажности для товарного солода обычно 5 %.

Контрольные вопросы:

1. Принципы определения массовой доли влаги прямым и косвенным методами.
2. Как осуществляется процесс сушки по ускоренному методу?
3. Как добиться воспроизводимости результатов при определении массовой доли влаги ускоренным методом?

Лабораторная работа № 2

Определение содержания крахмала в ячмене

Крахмал самая важная составная часть экстракта ячменя, определяющая его производственную и экономическую ценность. Хороший пивоваренный ячмень должен содержать 58–65 % крахмала. Обычно, чем больше в ячмене содержится крахмала, тем выше выход экстракта. Разница между содержанием крахмала в ячмене и его экстрактивностью находится в пределах 10–20 %.

Основным методом, применяемым для определения содержания крахмала, является поляриметрический метод Эверса, суть которого заключается в гидролизе крахмала до сахаров при кипячении в растворе соляной кислоты. Одновременно происходят образование декстринов и частичный переход в раствор оптически активных веществ, таких как пентозаны и белки. После осаждения белков с помощью молибдата аммония раствор сахаров поляризуют. Точность определения крахмала зависит от степени измельчения зерна.

Приборы: сахариметр; водяная баня; широкогорлая колба на 100 см³; пипетки на 1 и 25 см³; весы технические; лабораторная мельница.

Реактивы: 1,124 % –ный раствор соляной кислоты: 24,9 см³ соляной кислоты относительной плотности 1,19 разбавляют дистиллированной водой до 1 дм³; 14,5 %-ный раствор молибдата аммония.

Ход анализа. Навеску 5 г тонко измельченного зерна (помол должен проходить через сито с отверстиями 0,5 мм; на сите может оставаться лишь небольшое количество шелухи) помещают в широкогорлую мерную колбу емкостью 100 см³ с 25 см³ раствора 1,124 %-ной соляной кислоты. Перемешиванием достигают полного смачивания муки, комков допускать нельзя. Доливают еще 25 см³ того же раствора соляной кислоты, смывая им частицы муки со стенок горла колбы. Колбу помещают на кипящую водяную баню, причем первые 3 минуты содержимое колбы размешивают круговым движением. Колба должна быть погружена в баню до самого горлышка.

Через 20 минут нагревания из содержимого колбы берут пробу на анализ содержания крахмала (йодная проба). В случае положительного результата нагревание продолжают в течение 15 мин. После чего, вынув колбу из водяной бани, вливают в нее 35–40 см³ холодной дистиллированной воды и содержимое колбы охлаждают до 20 °С, затем добавляют 2 см³ 14,5 %-го раствора молибденово-кислого аммония, колбу доливают до метки водой, энергично взбалтывают и фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу, первые порции фильтрата перефильтровывают.

Поляризацию надо производить немедленно. Отсчет делают не менее трех раз, для вычислений берут среднее арифметическое.

Содержание крахмала (C , % на воздушно-сухое вещество) рассчитывают по формуле

$$C = \frac{V \times \alpha \times 100}{[\alpha]_D \times l \times S} , \quad (2)$$

где V – объем колбы, взятой для анализа (100 см³); α – угол вращения, град; $[\alpha]_D$ – удельное вращение испытуемого вещества (181,5 для ячменя); l – длина поляризационной трубки (0,94 дм); S – навеска ячменя, г.

При использовании поляриметра с линейной шкалой формула приобретает следующий вид:

$$C = \frac{V \times \alpha \times 100}{[\alpha]_D \times l \times S} \times 0,3468 , \quad (3)$$

где 0,3468 – коэффициент перехода от линейной шкалы поляриметра к круговой.

Содержание крахмала (C_1 , % на сухое вещество) рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{C \times 100}{100 - W} , \quad (4)$$

где C – содержание крахмала на воздушно-сухое вещество, %; W – влажность зерна, %.

Контрольные вопросы:

1. Крахмал. Его строение, состав и свойства.
2. Кислотный гидролиз крахмала. Недостатки метода.

3. Крахмалистость ячменя, значения этого показателя для производства солода и пива.
4. Принципы поляриметрического метода определения крахмалистости ячменя.

Лабораторная работа № 3

Определение пленчатости зерна

Пленчатостью называют количество мякинной оболочки, выраженное в процентах от общей массы зерна.

Толщина (количество) мякинной оболочки ячменя, кроме чисто химического влияния на состав полученного сусла и пива, оказывает влияние на рентабельность переработки того или другого сорта ячменя. Чем меньше оболочка, тем больше выхода экстракта можно ожидать от ячменя. Тонкокожие ячмени содержат 6–7 % мякинной оболочки, толстокожие – 10 % и выше. Кроме того, толстая пленка содержит больше дубильных и горьких веществ, понижающих качество пива.

Мякинная оболочка ячменя прочно приклеена к ядру пектиновыми веществами, чтобы снять их, нужно сначала растворить эти вещества. Для определения пленчатости пользуются методами Омарова (обработка горячей щелочью) и Люффа (обработка слабым раствором аммиака).

Метод Люффа

Приборы и реактивы: конические колбы на 100–150 см³; водяная баня; стеклянная или фарфоровая чашка; 5 %-й раствор аммиака.

Ход анализа. Взвешивают на аналитических весах 50 зерен ячменя, переносят их в толстостенную склянку емкостью 100–150 см³, снабженную хорошо притертой стеклянной или плотной резиновой пробкой, приливают 10 см³ 5 %-го раствора аммиака, завязывают пробку тонкой проволокой или шпагатом и помещают склянку в водяную баню, нагретую до 80 °С, так глубоко, чтобы вода снаружи склянки стояла несколько выше внутреннего уровня. Температуру 80 °С поддерживают 1 час, после чего сливают аммиачный раствор с зерен.

Зерна высыпают в стеклянную или фарфоровую чашку и осторожно сдирают с них оболочку, сначала прилегающую к зародышу спинную часть, а затем брюшную. Оболочку высушивают при 105 °С в течение 3 часов и взвешивают. При пересчете необходимо иметь в виду, что во время обработки аммиаком оболочка теряет в среднем 1/12 часть своего веса.

Расчет пленчатости (в процентах) на воздушно-сухое вещество ведут по формуле

$$X = \frac{100}{m} \left(a + \frac{a}{12} \right), \quad (5)$$

где a – масса сухих пленок, г; m – масса 50 зерен ячменя.

Расчет пленчатости (в процентах) на сухое вещество ведут по формуле

$$X = \frac{100}{m} \left(a + \frac{a}{12} \right) \times \frac{100}{100-w}, \quad (6)$$

где w – влажность ячменя, %.

Контрольные вопросы:

1. Строение зерна ячменя.
2. Оболочка зерна, ее состав.
3. Влияние пленчатости ячменя на качество солода и пива.

Лабораторная работа № 4

Определение содержания жира в зерновом сырье методом Проскуракова–Чиловой

Жиры и масла присутствуют в любом растительном сырье. В большинстве злаковых их массовая доля относительно невелика: 2–2,5 %. В технологических процессах бродильных производств жиры практически не изменяются и остаются в отходах производства. Однако в пивоварении повышенное содержание жиров в сырье неблагоприятно влияет на качество пива.

Жиры в воде не растворяются. Для количественного определения жиров используют их свойство легко экстрагироваться органическими растворителями. При экстракции извлекаются не только

собственно жиры, но и фосфолипиды, пигменты. Воски и ряд других веществ. Поэтому остаток после удаления растворителя называется сырым жиром.

Полнота извлечения жиров зависит от тонкости помола материала: она тем выше, чем тоньше измельчен материал. При анализе зерна его размалывают так, чтобы помол полностью проходил через сито с диаметром отверстий 1 мм.

Сущность метода Проскуракова и Чижовой состоит в том, что навеску анализируемого материала предварительно кипятят со слабым раствором соляной кислоты, при этом углеводы и белки, обволакивающие жиры, частично гидролизуются, а стенки клеток растений разрыхляются, в результате чего облегчается и ускоряется последующее извлечение жира растворителем. В качестве растворителя применяется хлороформ, имеющий большую плотность, чем вода.

Аппаратура и реактивы. Центрифуга, аппарат для механического встряхивания, водяная баня, плоскодонная колба на 100–150 мл с воздушным холодильником, конические колбы на 50 мл, цилиндры на 20 мл, пипетка на 10 мл, воронки, 1,5 %-я соляная кислота, хлороформ, мел в порошке.

Ход определения. На технических весах отвешивают 2 г тонкоизмельченного зерна, навеску переносят в плоскодонную колбу, смешивают ее с 20 мл 1,5 %-й кислоты, колбу закрывают крышкой с воздушным холодильником и погружают в кипящую водяную баню на 15 мин. Затем колбу вынимают из бани и ее содержимое сразу нейтрализуют 1 г мела. После прекращения выделения пузырьков диоксида углерода в колбу приливают 20 мл хлороформа, закрывают ее пробкой и устанавливают в аппарат для механического встряхивания на 15 мин. Для отделения хлороформенного раствора жира содержимое колбы переносят в центрифужную пробирку и несколько минут центрифугируют. Верхний водный слой по возможности полнее сливают, а нижний хлороформенный слой переносят на воронку с небольшим количеством ваты. Пипеткой отмеривают 10 мл фильтрата (соответствуют 1 г навески) в предварительно высушенную и взвешенную на аналитических весах коническую колбу на 50 мл. Колбу погружают на кипящую водяную баню для испарения хлороформа, а затем остающийся жир высушивают в сушильном шкафу при 100–105 °С в течение 1–1,5 ч; охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах.

Для вычисления массовой доли сырого жира (в процентах на воздушно-сухое вещество) массу остатка в колбе умножают на 100.

По сравнению с другими методами этот метод является наиболее простым, быстрым и позволяет правильно оценить качество сырья.

Запись в лабораторном журнале

Навеска зерна, г
Масса остатка в колбе, г
Массовая доля сырого жира, % на воздушно-сухое вещество ..

Контрольные вопросы:

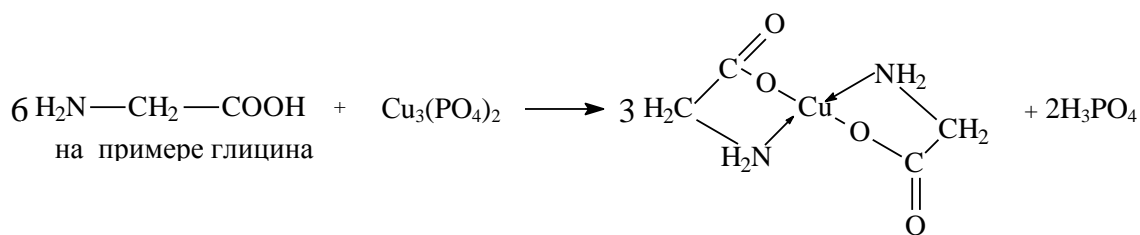
1. Какова массовая доля жиров в растительном сырье?
2. Как влияет повышенная массовая доля жиров в сырье бродильных производств на ход технологического процесса?
3. Сущность количественного определения жиров в сырье?

Лабораторная работа № 5

Определение аминного азота в мелассе

Аминный азот представлен в растительном сырье аминокислотами, пептидами и белками, которые являются источником азотного питания дрожжей, и содержание их в процессе брожения заметно снижается. В результате их превращений под действием дрожжей образуются высшие спирты. При термической обработке аминокислоты и пептиды, вступая во взаимодействие с сахарами, образуют меланоидины, альдегиды и другие продукты, оказывающие существенное влияние на качество конечной продукции.

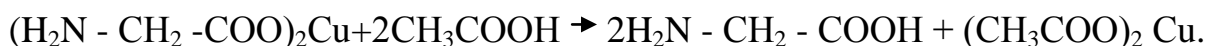
Химизм процесса при определении аминного азота медным способом сводится к следующему. При взаимодействии натриевой соли аминокислоты с суспензией фосфата меди образуется окрашенная в синий цвет хорошо растворимая комплексная медная соль аминокислоты:



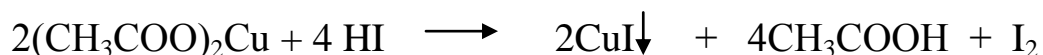
Фосфорная кислота связывается боратным буфером, и реакция идет до конца.

В фильтрате после отделения избытка фосфата меди оказываются лишь медные соли аминокислот (за исключением цистина, медная соль которого нерастворима), следовательно, по количеству меди, перешедшей в фильтрат, можно определить содержание аминокислот.

При добавлении к фильтрату концентрированной уксусной кислоты последняя вытесняет из медной соли более слабую аминокислоту:



Под действием йодоводородной кислоты, образовавшейся из йодида калия в кислой среде, ион меди со степенью окисления +2 восстанавливается, образуются нерастворимый йодид меди (I) и свободный йод:



Вследствие нерастворимости йодида меди (I) в слабокислой среде этот процесс также идет до конца. Таким образом, количество выделившегося свободного йода эквивалентно количеству медных солей аминокислот. Концентрацию свободного йода определяют титрованием выделившегося йода раствором гипосульфита:



гипосульфит

тетратионат натрия

По уравнению реакции 0,5 моль выделившегося йода соответствует 1 моль меди, который, в свою очередь, эквивалентен 28 г аминного азота. С другой стороны, 0,5 моль йода реагирует с одним грамм-эквивалентом гипосульфита. Следовательно, один грамм-эквивалент гипосульфита соответствует 28 г аминного азота. Отсюда

1 см³ 0,01н раствора гипосульфита отвечает 0,28 мг аминного азота. Умножением величины 0,28 мг на затраченный объем 0,01н раствора гипосульфита (минус контроль) получают количество миллиграммов аминного азота во взятом объеме (10 см³) испытуемого раствора. После этого делают пересчет на весь объем раствора в колбе и сравнивают найденное количество аминного азота с тем, что должно быть в 2 см³ исследуемого раствора мелассы:

$$C = \frac{0,28 \times V \times 12,5}{m}, \quad (7)$$

где V – объем гипосульфита, пошедший на титрование; 12,5 – коэффициент разбавления; m – масса мелассы на 100 г раствора.

Оборудование: фильтры бумажные, колбы мерные на 25 см³ (2 шт.), пипетки с меткой на 1, 2 и 10 см³, бюретки прямые с краном на 25 или 50 см³, воронки для фильтрования, колбы конические на 100 см³ (4 шт.), цилиндр мерный с носиком на 10 см³.

Реактивы: раствор хлорида меди (II): 27,3 г в 1 дм³ раствора; раствор фосфата натрия: 68,5 г Na₃PO₄ · 12H₂O в 1 дм³ раствора или 64,5 г Na₂HPO₄ · 12H₂O растворяют в 500 см³ дистиллированной воды, из которой кипячением удален CO₂, и добавляют 7,2 г NaOH с последующим доведением объема раствора до 1 дм³ дистиллированной водой; боратный буферный раствор; 28,6 г тетрабората натрия растворяют в 750 см³ воды, добавляют 50 см³ 1н раствора соляной кислоты и доводят водой до 1 дм³; рН=8,8; суспензия фосфата меди: смешивают один объем раствора хлорида меди (II) с двумя объемами раствора фосфата натрия и приливают два объема боратного буфера, суспензию готовят только перед работой в необходимом объеме; тимолфталейн: 0,25 %-ный в этиловом спирте (50 %-ом); 0,1н раствор Na₂S₂O₃ · 5H₂O (из этого раствора разбавлением готовится 0,01 н раствор, титр которого устанавливают по точному раствору 0,01 н йода калия); крахмал (1 %-й), йодид калия (10 %-й), уксусная кислота (конц.), гидроксид натрия (0,5 н), меласса (13 %-й раствор).

Ход анализа. В мерную колбу на 25 см³ берут 2 см³ исследуемого раствора мелассы, добавляют 2 капли тимолфталейна и по каплям 0,5н раствор гидроксида натрия до слабоголубого окрашивания (рН раствора 10,2). После этого добавляют 10 см³ суспензии фосфата меди, хорошо перемешивают. При исчезновении

осадка следует добавить еще 5 см³ суспензии. Раствор в колбе доводят до метки водой, тщательно перемешивают многократным переворачиванием колбы и отфильтровывают избыток фосфата меди через плотный фильтр. Фильтрат должен быть совершенно прозрачным. Этого добиваются многократным фильтрованием. Из фильтрата пипеткой берут две пробы по 10 см³ в конические колбы для титрования, подкисляют 0,4 см³ концентрированной уксусной кислоты, добавляют 6–8 см³ 10 %-го раствора йодида калия и выделившийся йод титруют 0,01 н раствором гипосульфита. Крахмал в количестве 1–2 см³ (20–40 капель) на 100 см³ раствора добавляют в тот момент, когда титруемый раствор примет соломенно-желтую окраску. Титрование продолжают до исчезновения появившейся после добавления раствора крахмала синей окраски.

Ставят контрольное определение, в котором вместо мелассы берут такой же объем воды. Количество гипосульфита, затрачиваемое на контрольный раствор, вычитают из такового в опыте.

Контрольные вопросы:

1. Белки. Их строение состав и свойства.
2. Роль аминного азота в метаболизме дрожжей.
3. Химизм процесса определения аминного азота медным способом.

Лабораторная работа № 6

Анализ крахмальной патоки

Цель работы: освоить методику определения таких показателей качества крахмальной патоки, как плотность и содержание редуцирующих веществ.

Карамельной или глюкозной патокой называют продукт, получаемый путем гидролиза картофельного или кукурузного крахмала разбавленными кислотами с последующей очисткой сиропа и увариванием его до определенной плотности. Патока представляет собой бесцветный или слабо-желтый очень вязкий продукт сладкого вкуса.

В состав патоки входят примерно 18–22 % воды и 82–78 % сухих веществ, которые состоят в основном из декстринов, мальтозы

и глюкозы. Кроме того, в патоке содержится небольшое количество азотистых (0,05–0,2 %) и минеральных (0,25–0,55 %) веществ.

Патока широко применяется в кондитерской, хлебопекарной и консервной промышленности в качестве антикристаллизатора и сахаристого продукта.

Вырабатываемая в России крахмальная патока в зависимости от применения и качества по ГОСТ Р52060-2003 делится на карамельную низкосахаренную (КН), карамельную высшего сорта (КВ), карамельную первого сорта (КІ) и глюкозную высокосахаренную (ГВ).

Все эти виды и сорта патоки в зависимости от глубины гидролиза крахмала различаются по содержанию редуцирующих веществ. В обычной карамельной патоке с общим количеством редуцирующих веществ (с условным расчетом на глюкозу) 38–44 % содержится 19–21 % глюкозы, 18–20 % мальтозы (соотношение примерно 1:1) и 55–60 % декстринов.

При производстве карамели декстрины патоки выполняют роль сильного антикристаллизатора. Обладая большой вязкостью, они тормозят кристаллизацию сахарозы (чем выше вязкость растворов, тем ниже скорость кристаллизации). Редуцирующие сахара патоки тоже в некоторой степени тормозят кристаллизацию сахарозы за счет повышения содержания сухих веществ в растворе. Но свойство антикристаллизатора сахарозы у них выражено значительно слабее, чем у декстринов. Кроме того, редуцирующие сахара (глюкоза и мальтоза) обладают гигроскопичностью. Следовательно, повышение содержания редуцирующих сахаров в патоке приводит к уменьшению ее антикристаллизационных свойств и способствует получению карамели с повышенной гигроскопичностью.

Исследования, проведенные Всесоюзным научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности, показали, что для приготовления карамели наиболее пригодна патока с содержанием редуцирующих веществ 30–34 %. Поэтому в последние годы стали вырабатывать низкосахаренную карамельную патоку, в которой содержится 11–12,5 % глюкозы, 19,5–21,5 % мальтозы и 66–69,5 % декстринов (на 10–11 % больше, чем в обычной карамельной патоке).

Для использования в качестве сахаристого продукта получают высокосахаренную глюкозную патоку, которая содержит обычно

65–70 % редуцирующих веществ, в том числе до 40–50 % глюкозы. Эта патока обладает более сладким вкусом, меньшей вязкостью и большей гигроскопичностью, чем карамельная патока. Вязкость высокоосахаренной патоки втрое ниже вязкости карамельной патоки, так как содержание декстринов в ней составляет всего 5–8 %. Благодаря этим качествам высокоосахаренная глюкозная патока (ГВ) находит широкое применение как заменитель сахара в производстве варенья, джемов, повидла, желе, пирожных, при консервировании плодов и ягод. Использование высокоосахаренной патоки в хлебопечении улучшает качество хлебобулочных изделий и способствует удлинению срока их хранения за счет повышения влагоудерживающей способности и замедления процесса черствения хлеба.

Согласно требованиям ГОСТ 5194–91, качество крахмальной патоки должно проверяться по следующим показателям: плотности патоки при 20 °С, содержанию редуцирующих веществ, содержанию золы, кислотности патоки, цветности патоки по эталону и температуре карамельной пробы. Патока представляет собой очень вязкий продукт, посредственный анализ которого по некоторым показателям качества практически невозможен. Поэтому для определения плотности, содержания редуцирующих сахаров и кислотности патоки готовят её 20 %-й раствор и называют его основным раствором патоки.

Приготовление основного раствора патоки. В предварительно взвешенном стаканчике на технических весах отвешивают 50 г патоки с точностью до 0,01 г. Навеску смывают горячей дистиллированной водой в мерную колбу на 250 мл. После охлаждения до 20 °С колбу доливают водой до метки и тщательно перемешивают. Приготовленный 20 %-й раствор называется основным раствором патоки, который используется при анализе патоки по различным показателям ее качества.

1. Определение плотности патоки

По показателю плотности косвенно судят о содержании в патоке сухих веществ и влаги. Чем меньше в патоке влаги, тем выше будет показатель ее плотности.

Стандартом на методы испытания предлагается определять плотность патоки путем определения относительной плотности ее основного раствора. Абсолютная плотность раствора представляет собой массу вещества в единице объема (г/см^3) или отношение абсолютной плотности данного раствора к плотности дистиллированной воды при $4\text{ }^\circ\text{C}$. Относительная плотность раствора (d_{20}^{20}) численно равна величине, показывающей, во сколько раз масса испытуемого раствора больше массы воды в том же объеме и при той же температуре ($20\text{ }^\circ\text{C}$).

Согласно стандарту, относительную плотность основного раствора патоки можно определить одним из трех способов:

- 1) с помощью пикнометра емкостью 50 мл, снабженного капиллярной трубкой и термометром;
- 2) в мерной колбе на 50 или 100 мл при $20\text{ }^\circ\text{C}$;
- 3) с помощью погружного рефрактометра.

Определение плотности патоки с помощью пикнометра или мерной колбы. Пикнометр или мерная колбочка предварительно должны быть прокалиброваны. Для этой цели их тщательно моют, просушивают и взвешивают на аналитических весах. Затем в пикнометр (или колбу) наливают дистиллированной воды и помещают в водяную баню с температурой воды $20\text{ }^\circ\text{C}$ (так, чтобы вода доходила до шейки пикнометра). Через 30 мин уровень воды доводят до метки по нижнему мениску, не вынимая пикнометр из бани. Затем пикнометр вынимают, тщательно вытирают, ставят около весов и минут через 15 взвешивают. Для определения плотности основного раствора пикнометр несколько раз ополаскивают исследуемым раствором и затем этим же раствором наполняют до метки, избегая образования воздушных пузырьков. Наполненный пикнометр помещают в водяную баню при $20\text{ }^\circ\text{C}$ на 30 мин. Далее поступают так же, как при калибровке пикнометра с водой.

Запись в лабораторном журнале

| | |
|--|-------------|
| Масса пикнометра с дистиллированной водой | г |
| Масса пикнометра сухого | г |
| Масса воды в пикнометре | г (M_w) |
| Масса пикнометра с основным раствором | г |
| Масса сухого пикнометра | г |
| Масса основного раствора патоки в пикнометре | г (M_p) |

Разделив массу исследуемого раствора на массу воды в том же пикнометре при 20 °С, находят относительную плотность раствора при 20 °С:

$$D_{20}^{20} = \frac{M_{\Pi}}{M_{\text{в}}} \quad (8)$$

По установленной относительной плотности раствора находят по табл. 1 искомую относительную плотность неразбавленной патоки и видимое содержание в ней сухих веществ.

Запись в лабораторном журнале

Плотность 20 %-го раствора патоки

Плотность патоки при 20 °С

Видимое содержание сухих веществ патоки

По ГОСТу плотность патоки должна быть не менее 1,41.

Таблица 1

Определение относительной кислотности и содержания сухих веществ патоки по относительной плотности основного раствора

| Плотность основного раствора D_{20}^{20} | Патока | | Плотность основного раствора D_{20}^{20} | Патока | |
|---|----------------------------|--|---|----------------------------|--|
| | плотность D_{20}^{20} | видимое содержание сухих веществ, % | | плотность D_{20}^{20} | видимое содержание сухих веществ, % |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1,0590 | 1,389 | 73,35 | 1,0624 | 1,412 | 79,27 |
| 2 | 1,391 | 55 | 5 | 1,422 | 35 |
| 5 | 1,392 | 80 | 6 | 1,423 | 50 |
| 6 | 1,393 | 90 | 7 | 1,424 | 70 |
| 7 | 1,394 | 95 | 8 | 1,425 | 82 |
| 8 | 1,395 | 76,05 | 9 | 1,426 | 95 |
| 9 | 1,396 | 25 | 1,0630 | 1,427 | 80,15 |

| Плотность основного раствора D_{20}^{20} | Патока | | Плотность основного раствора D_{20}^{20} | Патока | |
|---|----------------------------|--|---|----------------------------|--|
| | плотность D_{20}^{20} | видимое содержание сухих веществ, % | | плотность D_{20}^{20} | видимое содержание сухих веществ, % |
| 1,0600 | 1,397 | 50 | 1 | 1,428 | 30 |
| 1 | 1,398 | 58 | 2 | 1,429 | 37 |
| 2 | 1,399 | 65 | 3 | 1,430 | 45 |
| 3 | 1,400 | 75 | 4 | 1,431 | 60 |
| 4 | 1,401 | 82 | 5 | 1,432 | 75 |
| 5 | 1,402 | 90 | 6 | 1,433 | 95 |
| 6 | 1,403 | 77,10 | 7 | 1,434 | 81,02 |
| 1,0607 | 1,404 | 25 | 8 | 1,435 | 10 |
| 8 | 1,405 | 32 | 9 | 1,436 | 30 |
| 9 | 1,406 | 40 | 1,0640 | 1,437 | 45 |
| 1,0610 | 1,407 | 55 | 1 | 1,439 | 52 |
| 1 | 1,408. | 62 | 2 | 1,440 | 60 |
| 2 | 1,409 | 75 | 3 | 1,441 | 90 |
| 3 | 1,410 | 90 | 4 | 1,442 | 95 |
| 4 | 1,411 | 78,10 | 5 | 1,443 | 82,00 |
| 5 | 1,412 | 17 | 6 | 1,445 | 20 |
| 6 | 1,413 | 25 | 7 | 1,446 | 35 |
| 7 | 1,414 | 45 | 8 | 1,447 | 42 |
| 8 | 1,415 | 65 | 9 | 1,448 | 55 |
| 9 | 1,416 | 70 | 1,0650 | 1,449 | 70 |
| 1,0620 | 1,417 | 75 | 1 | 1,450 | 77 |
| 1 | 1,418 | 85 | 2 | 1,451 | 85 |
| 2 | 1,419 | 79,05 | 3 | 1,452 | 83,05 |
| 3 | 1,420 | 20 | 4 | 1,453 | 25 |

2. Определение кислотности

Под кислотностью патоки подразумевается количество миллилитров 0,1 н. раствора едкого натра (или кали), нужное для нейтрализации 100 г сухого вещества патоки при индикаторе фенолфталеине. Кислотность патоки обуславливается наличием в ней кислых фосфатов, перешедших в патоку из крахмала, возможным остатком минеральной кислоты, применявшейся при гидролизе

крахмала (в нестандартной патоке), и кислотами, могущими образоваться за счет бактериального закисания продукта при хранении. Кислотность патоки имеет известное технологическое значение в связи с тем, что она влияет на процесс гидролиза сахарозы, а следовательно, и на нарастание редуцирующих сахаров во время варки с патокой карамельной массы. Так как от большего или меньшего содержания редуцирующих сахаров (в первую очередь фруктозы) зависит гигроскопическое свойство карамели, то чем выше кислотность патоки, тем менее стойкой будет получаться карамель. При хранении карамель с повышенным содержанием редуцирующих сахаров будет поглощать из воздуха влагу и намокать. Отсюда способность патоки влиять на нарастание в карамели редуцирующих сахаров, которая называется инвертирующей способностью патоки.

Техника определения. Из основного раствора отбирают пипеткой в коническую колбу 100 мл патоки, прибавляют 3–5 капель фенолфталеина и титруют 0,1 н раствором щелочи до ясно заметной розовой окраски.

Результат пересчитывают на 100 г сухих веществ патоки.

Согласно ГОСТ 5194–50, кислотность картофельной патоки не должна превышать 25 для КН и КВ и 27° для К1; кислотность кукурузной патоки должна быть не более 12° для КН и КВ и 15° для КЛ. Для глюкозной высокосахаренной патоки стандарт не оговаривает максимально допустимого показателя кислотности.

Запись в лабораторном журнале

Содержание сухих веществ патоки ... %

На 100 мл 20 %-го раствора или на г сухого вещества

патоки пошло мл 0,1 н раствора щелочи

На 100 г сухого вещества патоки пошло мл 0,1 н раствора щелочи

Следовательно, кислотность патоки равна

3. Качественное определение свободных минеральных кислот

При неправильном ведении технологического процесса приготовления патоки возможны случаи неполной нейтрализации соляной и серной кислоты после их применения в качестве катализаторов для гидролиза крахмала. Присутствие свободных минеральных кислот в патоке ГОСТом не допускается.

Техника определения. 2–4 мл основного раствора патоки помещают в фарфоровую чашечку, куда затем добавляют 2–3 капли индикатора метилового оранжевого. Легким вращательным движением индикатор смешивают с раствором патоки. Переход оранжевой окраски смеси в розовую указывает на присутствие свободных минеральных кислот.

4. Определение редуцирующих веществ

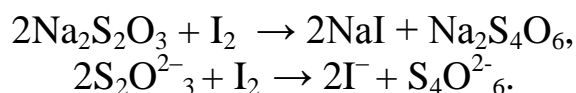
ГОСТ 5194–50 предусматривает два метода для определения редуцирующих веществ в патоке: поляриметрический и йодометрический.

Поляриметрический метод. Основной раствор поляризуют в трубке длиной 100 мм в сахариметре с сахарной шкалой. Полученное число градусов перечисляют на сухое вещество. Если показание сахариметра P_0 , а содержание сухих веществ A , то поляризация сухого вещества P будет равна

$$P = \frac{P_0 \times 100}{A}. \quad (9)$$

По величине P в табл. 2 находят содержание декстрозы в сухом веществе анализируемой патоки. Отсчет на шкале сахариметра проводят несколько раз и берут среднее арифметическое.

Йодометрический метод (Вильштеттера и Шудля). Метод основан на том, что йод в щелочном растворе количественно окисляет альдосахара в соответствующие одноосновные кислоты, но кетозы при этом не изменяются. Окислительное действие щелочного раствора йода происходит по схеме: $I_2 + 2e = 2I^-$. Избыток йода, не вошедшего в реакцию с сахарами, оттитровывается тиосульфатом натрия:



10 мл основного раствора патоки переносят в мерную колбу на 100 мл, доливают до черты дистиллированной водой и перемешивают, из полученного раствора берут пипеткой 10 мл в коническую колбу емкостью 250–400 мл. Туда же прибавляют пипеткой 25 мл н раствора йода и из бюретки медленно приливают 30 мл 0,1 н раствора едкого натра. Содержимое колбы хорошо перемешивают, закрывают пробкой или часовым стеклом и оставляют стоять 15–20 мин в темном месте.

Таблица 2

Определение редуцирующих веществ (%) по углу поляризации

| <i>P</i> на сухое вещество | Десятые доли градуса | | | | | | | | | |
|----------------------------------|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 70 | 57,42 | 57,32 | 57,21 | 57,11 | 57,01 | 56,91 | 56,80 | 56,70 | 56,60 | 56,49 |
| 71 | 56,39 | 56,29 | 56,18 | 56,08 | 55,98 | 55,87 | 55,77 | 55,67 | 55,56 | 55,46 |
| 71 | 55,36 | 55,25 | 55,15 | 55,05 | 54,95 | 54,84 | 54,74 | 54,54 | 54,63 | 54,43 |
| 73 | 54,33 | 54,22 | 54,12 | 54,02 | 53,91 | 53,81 | 53,72 | 53,61 | 53,50 | 53,40 |
| 74 | 53,30 | 53,19 | 53,09 | 52,99 | 52,88 | 52,78 | 52,68 | 52,58 | 52,47 | 52,37 |
| 75 | 52,27 | 52,16 | 52,05 | 51,96 | 51,85 | 51,75 | 51,65 | 51,55 | 51,44 | 51,34 |
| 76 | 51,23 | 51,13 | 51,03 | 50,93 | 50,83 | 50,72 | 50,62 | 50,52 | 50,41 | 50,31 |
| 77 | 50,20 | 50,10 | 50,00 | 49,89 | 49,79 | 49,69 | 49,58 | 49,48 | 49,38 | 49,27 |
| 78 | 49,17 | 49,07 | 48,97 | 48,86 | 48,76 | 48,66 | 48,55 | 48,45 | 48,35 | 48,24 |
| 79 | 48,14 | 48,04 | 47,94 | 47,83 | 47,73 | 47,63 | 47,52 | 47,42 | 47,32 | 47,21 |
| 80 | 47,11 | 47,01 | 46,91 | 46,80 | 46,70 | 46,60 | 46,49 | 46,39 | 46,29 | 46,18 |
| 81 | 46,08 | 45,98 | 45,88 | 45,77 | 45,67 | 45,57 | 45,46 | 45,36 | 45,26 | 45,151 |
| 82 | 45,05 | 44,95 | 44,85 | 44,74 | 44,64 | 44,54 | 44,43 | 44,33 | 44,23 | 44,12 |
| 83 | 44,02 | 43,92 | 43,82 | 43,71 | 43,61 | 43,51 | 43,40 | 43,30 | 43,20 | 43,09 |
| 84 | 42,99 | 41,89 | 42,79 | 42,68 | 42,48 | 42,58 | 42,37 | 42,27 | 42,17 | 42,06 |
| 85 | 41,96 | 41,96 | 41,76 | 41,65 | 41,55 | 41,45 | 41,34 | 41,24 | 41,13 | 41,03 |
| 86 | 40,92 | 40,82 | 40,72 | 40,61 | 40,51 | 40,41 | 40,30 | 40,20 | 40,10 | 39,99 |
| 87 | 39,89 | 39,79 | 39,69 | 39,58 | 39,48 | 39,37 | 39,26 | 39,16 | 39,06 | 38,96 |
| 88 | 38,86 | 38,75 | 38,65 | 38,54 | 38,44 | 38,34 | 38,23 | 38,13 | 38,03 | 37,93 |
| 89 | 37,83 | 37,73 | 37,62 | 37,52 | 37,42 | 37,31 | 37,21 | 37,11 | 37,00 | 36,90 |
| 90 | 36,80 | 36,70 | 36,60 | 36,49 | 36,39 | 36,29 | 36,18 | 36,08 | 35,98 | 35,87 |
| 91 | 35,77 | 35,67 | 35,57 | 35,46 | 35,36 | 35,26 | 35,15 | 35,05 | 34,95 | 34,84 |
| 92 | 34,74 | 34,64 | 34,54 | 34,43 | 34,33 | 34,23 | 34,12 | 34,02 | 33,92 | 33,81 |
| 93 | 33,71 | 33,61 | 33,51 | 33,40 | 33,30 | 33,20 | 33,10 | 33,00 | 31,89 | 32,79 |
| 94 | 32,68 | 32,58 | 32,48 | 32,37 | 32,27 | 32,17 | 32,06 | 31,96 | 31,86 | 31,75 |
| 95 | 31,65 | 31,55 | 31,45 | 31,34 | 31,24 | 31,14 | 31,03 | 30,93 | 30,82 | 30,74 |
| 96 | 30,61 | 30,51 | 30,41 | 30,30 | 30,20 | 30,10 | 30,00 | 29,89 | 29,79 | 29,69 |
| 97 | 29,58 | 29,49 | 29,38 | 29,27 | 29,17 | 29,07 | 28,96 | 28,86 | 28,76 | 28,65 |
| 98 | 28,55 | 28,45 | 28,35 | 28,24 | 28,14 | 28,04 | 27,93 | 27,83 | 27,73 | 27,62 |
| 99 | 27,52 | 27,42 | 27,32 | 27,21 | 27,11 | 27,00 | 26,90 | 26,80 | 26,70 | 26,59 |
| 100 | 26,49 | 26,38 | 26,28 | 26,17 | 26,07 | 25,97 | 25,86 | 25,76 | 25,66 | 25,55 |

Затем прибавляют 4,5–5 мл 1 н. раствора H_2SO_4 . Титруют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия до светло-желтого окрашивания, после чего добавляют 1 мл 1 %-го раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания. Параллельно ставят контрольную пробу. В коническую колбу пипеткой наливают 10 мл воды, 25 мл 0,1 н. раствора йода, из бюретки приливают 30 мл 0,1 н. раствора $NaOH$, оставляют на 15–20 мин, подкисляют 4,5 мл 1 н. раствора H_2SO_4 и титруют тиосульфатом натрия.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора $Na_2S_2O_3$ и идущего на титрование 25 мл 0,1 н. раствора йода V_2 мл
 Количество 0,1 н. раствора $Na_2S_2O_3$, идущее на титрование остатка йода после взаимодействия с редуцирующими веществами патоки..... V_1 мл
 Количество 0,1 н. раствора йода, вступившего в реакцию с редуцирующими веществами $(V_2 - V_1) K$ мл
 (где K – поправка к 0,1 н. раствору тиосульфатанатрия)
 Количество патоки, взятой для определения редуцирующих веществ (в 10 мл разбавленного раствора) мг
 Количество глюкозы в 1 мг патоки (1 мл 0,1 н. раствора йода или 0,1 н. раствора $Na_2S_2O_3$ соответствует 0,009 г глюкозы)
 Количество глюкозы в 100 г воздушно-сухой патоки, г
 Количество глюкозы в 100 г сухих веществ патоки, г

Контрольные вопросы:

1. Виды крахмальной патоки.
2. Что такое редуцирующие сахара?
3. Применение патоки в пищевой промышленности.

Лабораторная работа № 7

Анализ несоложенного сырья

Несоложенные зернопродукты – дробленый ячмень, ячменная мука, дробленый рис и сечка, обезжиренная кукурузная мука или крупка, обезжиренная соевая мука – используются как для обеспечения сортовых особенностей некоторых сортов пива, так и по экономическим соображениям.

Качество несоложенных зернопродуктов оценивается по органолептическим показателям (внешнему виду, цвету, запаху, вкусу), по их влажности и экстрактивности.

1. Органолептическая оценка

Вкус определяют разжевыванием небольшого количества продукта. Отмечают наличие горького, кислого вкуса или посторонних привкусов.

Запах определяют в пробе, взятой в ладонь и согретой дыханием. Более определенно о запахе можно судить, если продукт высыпать в стакан, залить кипящей водой, размешать, закрыть стакан стеклянной пластинкой и дать постоять 10 мин. Запах должен соответствовать культуре зерна и быть чистым, ни в коем случае не иметь посторонних оттенков (затхлости, плесени).

2. Определение влажности

Влажность зернопродуктов определяется ускоренным способом по методике, приведенной в лабораторной работе № 1.

Влажность не должна превышать 15–15,5 %, в противном случае невозможно гарантировать сохранность зерна.

3. Определение массовой доли экстракта

Экстрактивность определяют методом опытного затирания зернопродуктов с солодовой вытяжкой. В зависимости от культуры и качества зерна этот показатель может колебаться в пределах 70–90 %.

Приборы и посуда:

- мельница;
- технические весы;
- электрические плитки;
- термостатированная водяная баня;
- термометр;
- пикнометры;
- заторные стаканы;
- цилиндры на 25, 200 см³;
- конические колбы на 500 см³;
- солодовая вытяжка.

Приготовление солодовой вытяжки

При определении экстрактивности для перевода в раствор нерастворимых в воде сухих веществ ячменя проводят ферментативный гидролиз. В качестве источника ферментов используют солодовую вытяжку.

Для приготовления солодовой вытяжки берут светлый солод, тонко размалывают и смешивают с дистиллированной водой в соотношении 1:4 (из 100 г солода и 400 см³ воды получается около 250 см³ вытяжки).

Смесь солода с водой настаивают при комнатной температуре в течение двух часов при частом перемешивании, потом фильтруют через складчатый бумажный фильтр.

Ход определения. Несоложенные зернопродукты для анализа измельчают на мельнице до содержания 85 % муки.

В предварительно взвешенный на технических весах заторный стакан помещают 25 г измельченного продукта и вливают 25 см³ солодовой вытяжки и 200 см³ воды. Содержимое стакана постепенно при периодическом помешивании стеклянной палочкой доводят до кипения и кипятят 30 мин. Затем массу в стакане охлаждают до 45 °С и приливают в него еще 100 мл солодовой вытяжки. Стакан помещают в водяную баню, подогретую до 45°С. При 45 °С стакан с затором выдерживают 30 мин, после чего постепенно подогревают до 70 °С со скоростью 1 °С в минуту. В момент достижения 70 °С в стакан вливают 100 см³ нагретой до 70 °С воды. При этой температуре затор выдерживают 1 ч при периодическом помешивании. Спустя час содержимое стакана охлаждают до 20 °С. Затем стакан помещают на технические веса и доводят его содержимое дистиллированной водой до массы 450 г с точностью до 0,01 г. После размешивания затор фильтруют через двойной складчатый бумажный фильтр в сухую колбу (500 см³). Первые 100 мл фильтрата возвращают на фильтр.

В фильтрате определяют массовую долю экстрактивных веществ e и далее по формуле (10) рассчитывают экстрактивность несоложенных продуктов, %:

$$E_1 = \frac{e(1699,55+W_1)-500 \times k \times d + 45}{100 - e}, \quad (10)$$

где W_1 – влажность анализируемого продукта, %.

Массовая доля экстракта в пересчете на сухое вещество составит, %:

$$E_2 = \frac{E_1 \times 100}{100 - w_1} \cdot \quad (11)$$

Контрольные вопросы:

1. Что такое несоложенные зернопродукты и для чего они применяются в пивоварении?
2. Для чего применяют солодовую вытяжку?
3. От чего зависит экстрактивность зернопродуктов?

Лабораторная работа № 8

Оценка качества красящих солодов

В пивоварении для повышения интенсивности цвета пива применяют несколько типов красящих солодов: карамельный, меланоидиновый и др.

1. Органолептические свойства красящих солодов

Внешний вид. Зерна карамельного солода – округлые, несморщенные, цвет их равномерен – от светло-желтого до буроватого с глянцевым оттенком. Оболочка солода очень хрупка и при сдавливании легко лопается. В разрезе зерна – мучнистые, от светло-желтого до темно-рубинового цвета. Стекловидность эндосперма указывает на наличие несахаренного и неоклейстеризованного крахмала. Таких зерен должно быть наименьшее количество – не более 5 %; желтых зерен не должно быть.

Вкус и аромат. Чтобы определить вкус и аромат, смешивают 50 г тонкоразмолотого солода с 250 см³ дистиллированной воды в широкогорлой колбе. Затем смесь нагревают до кипения и снова определяют вкус и аромат в горячем состоянии. Вкус вытяжки из карамельного солода должен быть сладковатым, аромат – приятным (карамельный, без запаха пригорелого солода).

2. Определение влажности

Определение влажности состоит в ускоренном высушивании солода при $t = 130\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение одного часа, 30-минутном охлаждении в эксикаторе и взвешивании (см. лабораторную работу № 1).

Влажность красящих солодов не должна превышать 4 %.

3. Определение массовой доли экстракта

В связи с тем, что красящий солод в процессе приготовления подвергается воздействию высокой температуры и его ферменты инактивированы, при определении экстрактивности его затирают вместе со светлым солодом. Экстрактивность красящего солода колеблется в пределах 65–75 %.

Приборы и посуда:

- термостатированная водяная баня;
- весы технические;
- пикнометры;
- заторные стаканы;
- колбы на 200 и 500 см³;
- воронка диаметром 20 см.

Ход определения. 25 г тонко размолотого красящего солода и 25 г светлого солода такого же помола с высокой осаживающей способностью, известными экстрактивностью и влагосодержанием смешивают в стакане с 200 см³ дистиллированной воды, нагретой до 47 °С.

Стакан помещают в водяную баню, вода в которой негрета до 45 °С. При этой температуре смесь выдерживают 30 мин, периодически перемешивая ее. Затем температуру затора повышают до 70 °С с интенсивностью нагрева 1 °С в минуту. В момент достижения в заторе температуры 70 °С в стакан вливают 100 см³ дистиллированной воды, нагретой до 70 °С. При этой температуре солод осаживается при периодическом помешивании 1 ч. Затем его охлаждают до комнатной температуры. Небольшими порциями дистиллированной воды обмывают мешалку и термометр и содержимое стакана доводят этой водой на технических весах до 450 г. Затем затор перемешивают и фильтруют через двойной бумажный складчатый фильтр в сухую колбу. Фильтрацию продолжают до момента

образования трещин в осадке дробины на фильтре. В фильтрате определяют массовую долю экстрактивных веществ e в лабораторном сусле (см. лабораторную работу № 1). Затем рассчитывают массовую долю экстрактивных веществ товарного красящего солода, %:

$$E_1 = \frac{e(1600+W_1+W_2)}{100-e} - E, \quad (12)$$

где e – массовая доля экстрактивных веществ в фильтрате, %; W_1 – влажность светлого солода, %; W_2 – влажность красящего солода, %; E – массовая доля экстракта светлого солода (в процентах) к воздушно-сухому веществу.

Далее определяется массовая доля экстракта в красящем солоде, % к сухому веществу:

$$E_2 = \frac{E_1 \times 100}{100 - W_2}. \quad (13)$$

4. Определение цветности и концентрации меланоидинов

Цветность солода выражают в см^3 0,1н. раствора йода в 100 см^3 воды. Этот объем йода в 100 см^3 воды дает такую же окраску раствора, как 100 см^3 вытяжки, полученной из 100 г солода.

По показателю цветности различают следующие виды карамельного солода: светлый – до 2, средний 10–15, карамельной цветности 20–25, темный (портерный) 35–40 см^3 0,1 н. раствора йода в 100 см^3 воды.

Приборы и посуда:

- фотоколориметр;
- широкогорлая колба на 500 см^3 ;
- мерные колбы на 100, 200 и 500 см^3 .

Ход определения. При определении цветности сначала готовят вытяжку из карамельного солода. Для этого 5 г размолотого карамельного солода помещают в широкогорлую колбу и заливают 200 см^3 дистиллированной воды. Смесь кипятят 10 мин. После охлаждения смесь количественно переводят в мерную колбу на 500 см^3 , доводят водой до метки, хорошо перемешивают и фильтруют через

складчатый фильтр в сухую колбу. Таким образом, в 100 см³ вытяжки содержатся красящие вещества одного грамма солода.

Затем при использовании светофильтра № 3 и кюветы на 10 мм определяют относительную оптическую плотность D вытяжки и по табл. 3 находят цветность (см³ 0,1 н. раствора йода на 100 см³ воды) и концентрацию меланоидинов в 100 см³ вытяжки (мг на 100 см³).

Таблица 3

Соотношение между относительной оптической плотностью, цветностью и концентрацией меланоидинов в растворе

| Относительная оптическая плотность D | Концентрация меланоидинов, мг на 100 см ³ вытяжки | Цветность, см ³ 0,1 н. раствора йода в 100 см ³ воды | Относительная оптическая плотность D | Концентрация меланоидинов, мг на 100 см ³ вытяжки | Цветность, см ³ 0,1 н. раствора йода в 100 см ³ воды |
|--|--|--|--|--|--|
| 0,196 | 7 | 0,52 | 0,511 | 19 | 1,40 |
| 0,223 | 8 | 0,60 | 0,538 | 20 | 1,46 |
| 0,249 | 9 | 0,66 | 0,564 | 21 | 1,53 |
| 0,275 | 10 | 0,73 | 0,590 | 22 | 1,61 |
| 0,301 | 11 | 0,81 | 0,617 | 23 | 1,70 |
| 0,327 | 12 | 0,88 | 0,643 | 24 | 1,75 |
| 0,354 | 13 | 0,95 | 0,669 | 25 | 1,82 |
| 0,380 | 14 | 1,02 | 0,695 | 26 | 1,90 |
| 0,406 | 15 | 1,10 | 0,722 | 27 | 1,96 |
| 0,432 | 16 | 1,17 | 0,748 | 28 | 2,04 |
| 0,459 | 17 | 1,24 | 0,777 | 29 | 2,11 |
| 0,485 | 18 | 1,31 | 0,800 | 30 | 2,18 |

Эти показатели соответствуют 1 г карамельного солода, поэтому умножая полученные величины на сто получим цветность и массовую долю меланоидинов на 100 г солода (в миллиграммах). Если относительная оптическая плотность вытяжки превышает значение 0,8, то вытяжку разбавляют водой, а при расчете учитывают степень разведения.

Контрольные вопросы:

1. Что такое карамельный солод?
2. Что такое жженый солод?
3. Почему при определении экстрактивности красящего солода используют светлый солод?

Раздел 2. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ПИВА

Завершающим этапом технологического контроля производства пива является оценка качества готового продукта, которая осуществляется по органолептическим и физико-химическим показателям.

Главнейшими показателями качества пива как напитка являются прозрачность, цвет, вкус, аромат, хмелевая горечь, пенообразование. Все эти свойства пива определяются в процессе дегустации.

К физико-химическим показателям пива относят массовую долю сухих веществ в начальном сусле, массовую долю спирта и действительного экстракта, кислотность, цветность, массовую долю двуокиси углерода (для бутылочного пива), стойкость пива, время дображивания.

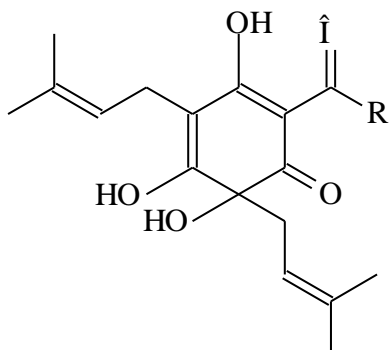
Лабораторная работа № 9

Определение горьких веществ в пиве

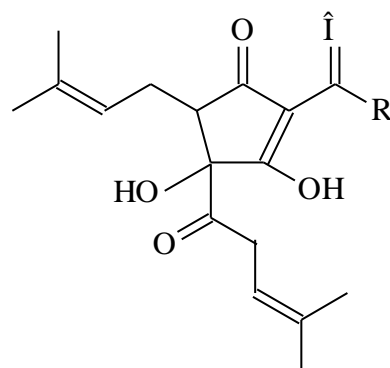
Вкус пива относят к органолептическим показателям. Горький вкус пива вызван в основном горькими веществами хмеля, а также дубильными веществами как хмеля, так и оболочки солода и несоложенных злаков. Горькие вещества хмеля представлены мягкими и твердыми смолами. Мягкие смолы – это α -кислота (гумулон), β -кислота (лупулон), мягкие α - и β -смолы, γ -кислота (гумулион), σ -кислота (гулупон), а также β -фракция (сумма β -кислот и мягких смол). Твердые смолы разделяют на γ - и σ -смолы.

Среди горьких веществ наибольшая доля приходится на α -кислоту. При сушке и хранении хмеля она окисляется и полимеризуется с образованием мягкой α -смолы, а при более глубоком окислении – твердой смолы. При кипячении сусла α -кислота превращается в изо- α -кислоту, обладающую большей горечью и растворимостью в воде.

В составе β -кислот преобладает лупулон, который при кипячении сусле остается в хмелевой дробине. При окислении превращается в β -смолы, растворимые в сусле и пиве.



α -кислоты



изо- α -кислота

R: изобутил (гумулон); изопропил (когумулон); втор-бутил (адгумулон)

Растворимость мягких смол в сусле выше, чем кислот, из которых они образованы.

Твердые смолы, образующиеся при окислении кислот, обладают незначительной горечью, только σ -твердая смола имеет грубую горечь и хорошо растворима в сусле и пиве.

В процессе получения пива часть горьких веществ теряется из-за их адсорбции на дрожжах и при всплытии на пузырьках CO_2 . Лишь 20–40 % исходных горьких веществ присутствует в пиве.

Растворителем горьких веществ в пиве также, как и в сусле, служит хлороформ, причем надо отметить, что из всего комплекса горьких веществ α -горькая кислота (гумулон) при pH пива обладает наибольшей растворимостью и во много раз превосходит в этом отношении β -горькую кислоту (лупулон).

Оборудование: колбы на 75, 100 и 1000 см³, делительные воронки на 100 и 1000 см³, центрифуга, пипетка, бумажный фильтр, эксикатор, сушильный шкаф.

Реактивы: раствор серной кислоты, хлороформ, безводный сернокислый натрий.

Ход анализа. Пиво предварительно освобождают от главной массы углекислоты взбалтыванием и фильтрованием. Для чего пиво в количестве 250–400 см³ наливают в колбу емкостью около 1 дм³ и при комнатной температуре взбалтывают его, закрыв горло сосуда ладонью и приоткрывая сосуд, время от времени, пока прекратится ощущение давления изнутри. Непрозрачное пиво следует отфильтровать.

400 см³ (V) пива помещают в колбу со стеклянной притертой пробкой емкостью 750 – 1000 см³, подкисляют их 5 см³ разведенной серной кислоты и добавляют 50 см³ хлороформа. Колбу устанавливают в «трясучку» и содержимое подвергают энергичному встряхиванию в течение 30 мин, после чего переливают его в делительную воронку емкостью 500–750 см³ и дают в течение нескольких часов отслоиться водной части от хлороформенной. Образовавшуюся хлороформенную эмульсию для разрушения подвергают центрифугированию в течение 10–15 мин при 2000–3000 об/мин. Водную часть в центрифужных пробирках тщательно декантируют, а прозрачный хлороформенный экстракт, отстоявшийся на дне пробирок, отсасывают пипеткой, просовывая копчик ее через слой светло-серой массы, скопившейся над хлороформом, и собирают его в делительную воронку на 80–100 см³.

После 5–10-минутного отстаивания хлороформенный слой собирают в колбочку емкостью 100–150 см³ с притертой стеклянной пробкой. В колбочку предварительно помещают около 15 г безводного сернокислого натра для сушки хлороформенного экстракта. Содержимое колбочки в течение 5–10 минут перемешивают, после чего хлороформенный экстракт фильтруют через небольшой бумажный фильтр.

30 см³ (V₁) фильтрата отбирают пипеткой в предварительно взвешенную круглодонную колбочку емкостью около 75 см³. Хлороформ отгоняют под вакуумом на кипящей водяной бане до полного его удаления. Колбочку с остатком выдерживают 1 ч в эксикаторе (лучше в вакуум-эксикаторе с водоотнимающим веществом) и взвешивают. Допускается отгонка хлороформа без вакуума на водяной бане при 65–70 °С, а остаток в круглодонной колбе можно подвергать сушке в сушильном шкафу при 70 °С в течение 1 ч. Содержание горьких веществ (X) в граммах в 1 дм³ пива находится по формуле

$$X = \frac{50 \times m}{V_1}, \quad (14)$$

где m – вес остатка в колбе после отгонки хлороформа, г; V – объем пива, взятого для анализа, см³; V_1 – объем фильтрата для анализа, см³.

Нормально в пиве содержится около 0,03–0,09 г горьких веществ в 1 дм³.

Контрольные вопросы:

1. Чем обусловлен горький вкус пива?
2. Горькие вещества хмеля и их превращения в процессе получения пива.
3. Перечислите свойства α -кислот.
4. Сущность метода определения содержания α -кислот.

Лабораторная работа № 10

Определение спирта, действительного экстракта и расчет сухих веществ в начальном сусле

Содержание массовой доли спирта и действительного экстракта находят дистиляционным или рефрактометрическим методами. Дистиляционный метод основан на отгонке спирта из навески пива и определении относительной плотности дистиллята и остатка пива после отгонки.

Оборудование: весы аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 г; баня водяная; шкаф сушильный; пикнометр, установка для атмосферной перегонки.

Освобождение пива от двуокиси углерода. 250–300 см³ пива наливают в колбу вместимостью 1000 см³, доводят температуру до 20 °С, затем встряхивают, закрыв колбу ладонью, периодически приоткрывая ее, до тех пор, пока прекратится ощущение давления изнутри. Встряхивание повторяют два-три раза с интервалом в 5 мин. Непрозрачное пиво фильтруют через бумажный фильтр.

1. Определение массовой доли спирта

В сухую круглодонную колбу взвешивают 100 г пива, предварительно освобожденного от двуокиси углерода. Добавляют 50 см³ дистиллированной воды.

Затем колбу соединяют с холодильником и отгоняют 70–80 см³ пива в предварительно взвешенную приемную колбу, установленную в сосуд с холодной водой. В приемную колбу предварительно наливают 5–10 см³ дистиллированной воды.

После отгонки к содержимому приемной колбы добавляют дистиллированной воды до массы жидкости 100 г (равной массе взятого пива) и перемешивают.

Определение относительной плотности. Пикнометр, тщательно вымытый хромовой смесью и дистиллированной водой и высушенный до постоянной массы, взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. Его наполняют бидистиллятом с температурой 19–21 °С немного выше метки, закрывают пробкой и погружают в водяную баню с температурой (20,0±0,2) °С так, чтобы уровень воды в бане был немного выше уровня воды в пикнометре. Через 20–30 мин, не вынимая пикнометр из бани, при температуре 20 °С устанавливают уровень воды в нем так, чтобы нижний край мениска находился на одном уровне с меткой. Избыток воды в пикнометре отбирают полоской фильтровальной бумаги. Внутреннюю поверхность горловины пикнометра выше метки тщательно вытирают фильтровальной бумагой.

Пикнометр закрывают пробкой, вынимают из бани, досуха вытирают сухим полотенцем и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

Наполнение пикнометра водой, установку уровня воды в нем и взвешивание проводят 3–4 раза, пока разница по массе будет не более 0,0030 г. Вычисляют среднее арифметическое значение массы пикнометра с водой.

Затем пикнометр освобождают от воды, ополаскивают 2–3 раза испытуемым раствором (раствор дистиллята) и заполняют им пикнометр чуть выше метки.

Термостатирование, установку уровня раствора и взвешивание пикнометра проводят описанным выше способом при температуре 20 °С. Проводят не менее двух параллельных определений.

Относительную плотность раствора дистиллята d вычисляют по формуле

$$d = \frac{m - m_1}{m_2 - m_1} , \quad (15)$$

где m – масса пикнометра с раствором дистиллята, г; m_1 – масса пикнометра, г; m_2 – масса пикнометра с дистиллированной водой, г.

Массовую долю спирта в процентах в зависимости от относительной плотности раствора дистиллята определяют по табл. П. 2.1 прил. 2.

Если масса дистиллята отличается от массы пробы пива, значение, найденное по табл. П. 2.1, умножают на поправочный коэффициент K , вычисленный по формуле

$$K = \frac{m_4}{m_5} , \quad (16)$$

где m_4 – масса дистиллята, г; m_5 – масса пива, г.

2. Определение массовой доли действительного экстракта

Остаток после отгонки спирта доводят в колбе дистиллированной водой до массы 100 г, перемешивают и определяют плотность пикнометром при температуре $(20,0 \pm 0,2)$ °С.

Относительную плотность раствора остатка после отгонки спирта (d_1) вычисляют по формуле

$$d_1 = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} , \quad (17)$$

где m_3 – масса пикнометра с раствором остатка после отгонки спирта, г.

Массовую долю действительного экстракта в процентах в зависимости от относительной плотности раствора остатка после отгонки спирта определяют по табл. П. 2.2 прил. 2.

Если масса разбавленного остатка отличается от первоначальной массы пробы пива, значение, найденное по табл. П. 2.2, умножают на поправочный коэффициент (K_1), вычисленный по формуле

$$K_1 = \frac{m_6}{m_5} , \quad (18)$$

где m_6 – масса разбавленного остатка после отгонки спирта, г.

Вычисление проводят до второго десятичного знака. Расхождение между результатами двух параллельных определений одной и той же пробы пива при доверительной вероятности $P = 0,95$ по абсолютной величине не должно превышать в процентах:

0,06 – для массовой доли спирта,

0,03 – для массовой доли действительного экстракта.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений и выражают целым числом с одним десятичным знаком.

3. Расчет сухих веществ в начальном сусле

Массовую долю сухих веществ в начальном сусле m_9 (в процентах) вычисляют по формуле

$$m_9 = \frac{(m_7 \times 2,0665 + m_8) \times 100}{100 + m_7 \times 1,0665}, \quad (19)$$

где m_7 – массовая доля спирта в пиве, %; m_8 – массовая доля действительного экстракта в пиве, %; 2,0665 – масса экстракта, расходуемая на получение 1 г спирта, г; 1,0665 – масса веществ, удаляющихся при брожении с получением 1 г спирта, г.

Вычисление проводят до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

Расхождение между результатами двух определений одной и той же пробы в разных лабораториях при доверительной вероятности $P = 0,95$ по абсолютной величине не должно превышать 0,3 %.

Контрольные вопросы:

1. По каким показателям оценивается качество пива?
2. Какие показатели качества пива определяются физико-химическими методами анализа?
3. Какие методы используются для определения содержания спирта и действительного экстракта?
4. На чем основан дистилляционный метод определения содержания спирта?

Раздел 3. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ВОДКИ

Оценка качества водки осуществляется по органолептическим и физико-химическим показателям.

Органолептический анализ включает оценку цвета, аромата и вкуса водки. К физико-химическим показателям относят крепость, щелочность, массовые концентрации альдегидов, сивушного масла, сложных эфиров и объемную долю метанола (прил. 3).

Лабораторная работа № 11

Определение физико-химических показателей водок

1. Определение крепости

Метод основан на измерении объемной доли этилового спирта ареометром для спирта в дистилляте, полученном после предварительной перегонки спирта из анализируемого изделия. Диапазон измерения объемной доли этилового спирта 0–100 %. Метод может быть использован для определения содержания спирта в пиве, вине, водке и ликероводочных изделиях.

Оборудование: установка для атмосферной перегонки, ареометр.

Проведение анализа. 250 см³ водки, отмеренной мерной колбой соответствующей вместимости при температуре 20 °С, помещают в перегонную колбу вместимостью 500 см³. Мерную колбу ополаскивают два-три раза дистиллированной водой, сливая ее содержимое в перегонную колбу с таким расчетом, чтобы объем дистиллированной воды не превышал 60–100 см³.

Приемником для сбора дистиллята используют ту же мерную колбу, которой отмеривали анализируемую водку. В приемник наливают 10–15 см³ дистиллированной воды и погружают узкий конец стеклянной трубки холодильника для получения водяного затвора. Затем приемную колбу помещают в баню с холодной водой или льдом и начинают перегонку.

После заполнения приемной колбы примерно наполовину ее опускают так, чтобы конец трубки холодильника не погружался в дистиллят. Конец трубки холодильника ополаскивают 5 см³ дистиллированной воды и продолжают перегонку без водяного затвора.

После заполнения приемной колбы дистиллятом на 4/5 объема перегонку прекращают. Колбу с дистиллятом доливают дистиллированной водой немного ниже метки и выдерживают в течение 20–30 мин при температуре 20 °С в водяной бане. Затем содержимое приемника доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Для измерения концентрации этилового спирта дистиллят наливают в стеклянный цилиндр осторожно по стенке цилиндра во избежание появления пузырьков воздуха. Цилиндр с дистиллятом

помещают в водяную баню температурой 20 °С, в цилиндр опускают термометр и ареометр и выдерживают в течение 10 мин, не допуская изменений температуры. При этом ареометр берут за верхний конец стержня, свободный от шкалы, опускают в дистиллят, погружая его до тех пор, пока до предполагаемой отметки ареометрической шкалы не останется 3–4 мм, затем оставляют ареометр в покое. По истечении 3 мин снимают отсчет показаний ареометра. Ареометр должен плавать в дистилляте, не касаясь стенок цилиндра.

Отсчет показаний ареометра проводят по нижнему краю мениска с точностью до 0,2 наименьшего деления.

Дистиллят не выливать! Он будет использован при выполнении анализа по п. 2–6.

2. Определение щелочности

Щелочность водки определяют химическим ацидиметрическим методом и титриметрическим методом с применением потенциометра.

Ацидиметрический метод основан на титровании определенного объема водки раствором соляной кислоты до получения нейтральной реакции, устанавливаемой по индикатору.

Реактивы: раствор соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³; индикатор.

Проведение анализа. Испытуемую водку в количестве 100 см³ помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и титруют ее в присутствии раствора метилового красного раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³ до перехода желтого оттенка раствора в розовый. По объему раствора соляной кислоты, пошедшего на титрование, судят о щелочности водки.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, которое округляют до первого десятичного знака.

3. Определение массовой концентрации альдегидов

Массовую концентрацию альдегидов в водке определяют с помощью типовых спиртовых растворов или фотоэлектроколориметрическим методом.

Фотоэлектроколориметрический метод основан на измерении оптической плотности испытуемого раствора после реакции присутствующих в анализируемой водке альдегидов с пирогаллолом А в сернокислой среде.

Реактивы: концентрированная серная кислота; 0,1 %-й раствор пирогаллола А.

Оборудование: фотоэлектроколориметр КФК-3.

Проведение анализа. Водки, содержащие сахар, и водку «Посольская» перед анализом предварительно подвергают перегонке по методике, изложенной в п. 1. Полученный дистиллят используют для определения массовой концентрации альдегидов.

В пробирку с пришлифованной пробкой вносят 2 см³ концентрированной серной кислоты, затем осторожно по стенке пробирки приливают 5 см³ анализируемой водки или ее дистиллята и 1,5 см³ 0,1 %-го раствора пирогаллола А, не допуская смешивания этих растворов. Пробирку закрывают пробкой, ее содержимое энергично перемешивают и выдерживают в кипящей водяной бане в течение 5 мин. Затем пробирку помещают в проточную холодную воду или в баню со льдом и охлаждают до комнатной температуры.

Образовавшуюся в результате проведенной реакции окраску раствора измеряют на фотоэлектроколориметре в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм при светофильтрах с длиной световой волны 440 нм по сравнению с дистиллированной водой.

Полученную величину оптической плотности используют для расчета количества альдегидов (мг/дм³ безводного спирта) по градуировочному графику, построенному по стандартным растворам ацетальдегида или по расчетному уравнению, выведенному на основании градуировочного графика (прил. 4).

Расчетное уравнение имеет вид

$$C_{ал} = A \times D - A_1 , \quad (20)$$

где $C_{ал}$ – массовая концентрация альдегидов, мг/дм³ безводного спирта; A и A_1 – расчетные коэффициенты, полученные экспериментально; D – оптическая плотность.

Расчетные коэффициенты в формуле необходимо определять для каждой марки фотоэлектроколориметра и партии используемого

пирогаллола А. Для этого следует построить градуировочный график зависимости оптической плотности от содержания альдегидов в водке.

Построение градуировочного графика. Для построения градуировочного графика используют типовые спиртовые растворы (стандартные образцы) с содержанием альдегидов (ацетальдегида) 2; 3; 4 и 10 мг в 1 дм³ безводного спирта.

Проводят колориметрическую реакцию этих растворов с раствором пирогаллола А по вышеописанной методике.

Полученные после колориметрирования значения оптических плотностей откладывают на оси ординат, а соответствующую этим значениям массовую концентрацию альдегидов – на оси абсцисс.

Оптическую плотность каждого раствора определяют не менее трех раз и из полученных значений находят среднее арифметическое.

Зависимость между оптической плотностью и количеством альдегидов в анализируемых растворах на градуировочном графике должна быть прямолинейной.

4. Определение массовой концентрации сивушного масла

Сивушное масло представляет собой смесь n-пропилового, изобутилового и амиловых спиртов. По внешнему виду оно представляет собой прозрачную жидкость без механических примесей от светло-желтого до красно-бурого цвета.

Массовую концентрацию сивушного масла в водке определяют визуально с помощью типовых спиртовых растворов (стандартных эталонов) или фотоэлектроколориметрическим методом, который основан на измерении оптической плотности анализируемого раствора, полученного после реакции присутствующих в водке высших спиртов (сивушного масла) с салициловым альдегидом в присутствии серной кислоты.

Реактивы: концентрированная серная кислота; 1,0 %-й раствор салицилового альдегида.

Оборудование: фотоэлектроколориметр КФК-3.

Проведение анализа. Концентрированную серную кислоту в объеме 10 см³ вносят в пробирку с пришлифованной пробкой, осторожно по стенке пробирки приливают 5 см³ испытуемой водки с таким расчетом, чтобы не произошло смешивания обеих жидкостей, а образовалось два слоя. Затем приливают 0,7 см³ 1 %-го

спиртового раствора салицилового альдегида, пробирку закрывают пробкой, содержимое энергично перемешивают и выдерживают в кипящей водяной бане в течение 10 мин, отмечая время по секундомеру. Затем пробирку погружают в проточную холодную воду или водяную баню со льдом для быстрого охлаждения реакционной смеси до комнатной температуры. Интенсивность образовавшейся в результате проведенной реакции желтой окраски измеряют не позднее чем через 5 мин на фотоэлектроколориметре любой марки при светофильтре с длиной световой волны 540 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм, а затем сравнивают с дистиллированной водой.

Обработка результатов. Для расчета массовой концентрации сивушного масла в водке следует внести поправку на присутствующие в нем альдегиды, также реагирующие с салициловым альдегидом. Для этого из полученного после колориметрирования значения оптической плотности следует вычесть значение расчетной оптической плотности, соответствующее тому количеству альдегидов, которое определено в анализируемой водке по графику или вычислено по уравнению (см. п. 3). Эти значения расчетных оптических плотностей приведены в табл. 4.

Таблица 4

Расчетные значения оптической плотности для определения поправки на содержание сивушного масла в водке

| Массовая концентрация альдегидов в водке в пересчете на уксусный, мг/дм ³ безводного спирта | Расчетные значения оптической плотности по фотоэлектроколориметрам КФК-2 и КФК-3 |
|--|--|
| 1,5 | 0,010 |
| 2,0 | 0,015 |
| 2,5 | 0,020 |
| 3,0 | 0,025 |
| 4,0 | 0,040 |
| 5,0 | 0,050 |
| 6,0 | 0,060 |
| 7,0 | 0,075 |
| 7,5 | 0,080 |
| 8,0 | 0,085 |
| 8,5 | 0,090 |
| 9,0 | 0,100 |
| 10,0 | 0,110 |

Величину оптической плотности, полученную после вычитания расчетной оптической плотности (поправка на альдегиды), используют для расчета количества сивушного масла (мг/дм³ безводного спирта) по градуировочному графику, построенному по стандартным растворам сивушного масла или по расчетному уравнению, выведенному на основании градуировочного графика.

Расчетное уравнение (21) имеет вид

$$C_{с.м.} = KD - K_1, \quad (21)$$

где $C_{с.м.}$ – массовая концентрация сивушного масла, мг/дм³ безводного спирта; K и K_1 – расчетные коэффициенты, полученные экспериментально; D – оптическая плотность.

Расчетные коэффициенты в формуле необходимо определять для каждой марки фотоэлектроколориметра, используемого в работе. Для этого следует построить градуировочный график зависимости оптической плотности от содержания сивушного масла.

Построение градуировочного графика. Для построения градуировочного графика используют стандартные растворы, содержащие сивушное масло (смесь изоамилового и изобутилового спиртов (3:1)) в пересчете на безводный спирт в следующем количестве: 2; 3; 4; 8; 10 и 15 мг в 1 дм³.

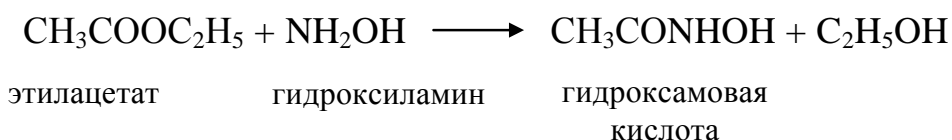
Проводят колориметрическую реакцию указанных стандартных растворов с 1%-м спиртовым раствором салицилового альдегида по методике, приведенной выше. По полученным после колориметрирования величинам оптических плотностей и массовой концентрации сивушного масла в анализируемых стандартных растворах строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую концентрацию сивушного масла, а на оси ординат – оптическую плотность, соответствующую каждому содержанию сивушного масла в анализируемом растворе.

Определение проводят не менее трех раз и из полученных значений находят среднее арифметическое.

Полученный градуировочный график используют для вычисления массовой концентрации сивушного масла в анализируемом растворе по величине оптической плотности.

5. Определение массовой концентрации сложных эфиров

Массовую концентрацию сложных эфиров в водке определяют фотоэлектроколориметрическим методом, который основан на измерении интенсивности окраски, полученной в процессе реакции хлорида железа с гидроксамовой кислотой, образующейся в результате взаимодействия сложных эфиров испытуемой водки с гидрохлоридом гидроксилamina:



Гидроксамовая кислота с железом образует комплексное соединение.

Реактивы: раствор гидрохлорида гидроксилamina концентрации 0,05 моль/дм³: навеску гидрохлорида гидроксилamina массой 69,6 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 500 см³, объем доводят до метки и перемешивают; раствор NaOH концентрацией 3,5 моль/дм³: навеску NaOH массой 70,01 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 500 см³, объем доводят до метки и перемешивают; раствор хлорида железа (III) концентрации 0,1 моль/дм³; раствор соляной кислоты концентрации 4 моль/дм³; раствор этилацетата в этиловом ректифицированном спирте: к навеске этилацетата массой 25,0 г, взвешенной в склянке с пришлифованной пробкой, приливают небольшое количество этилового ректифицированного спирта концентрацией 96,4 % об. сортов «Люкс» или «Экстра». Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу на 500 см³, куда предварительно наливают 50 см³ этилового спирта сортов «Люкс» или «Экстра». Объем склянки доводят спиртом до метки и перемешивают.

Оборудование: фотоэлектроколориметр КФК-3.

Подготовка к анализу. Перед определением массовой концентрации сложных эфиров в водках, содержащих сахара, имеющие свободные альдегидную или кетонную группу (глюкоза,

фруктоза, лактоза и др.), предварительно следует проводить перегонку, которую осуществляют по методике, изложенной в п. 1.

Приготовление раствора реакционной смеси. Перед проведением анализа готовят раствор реакционной смеси путем смешивания равных объемов раствора гидрохлорида гидроксиламина и раствора гидроксида натрия, учитывая, что на проведение анализа одного образца испытуемого спирта расходуется 12 см³ смеси. Полученную смесь перемешивают и используют для анализа не позднее чем через 6 ч с момента приготовления.

Проведение анализа. Для проведения анализа требуется приготовить испытуемые растворы А и Б.

В две конические колбы вместимостью 50 см³ вносят по 6 см³ реакционной смеси. Затем в первую колбу приливают 3 см³ раствора соляной кислоты и перемешивают в течение 1 мин. Содержимое этой колбы именуют раствором Б, а содержимое второй колбы – раствором А.

В обе колбы приливают по 18 см³ анализируемой водки и одновременно осторожно перемешивают круговыми движениями в течение 2 мин.

Во вторую колбу с раствором А приливают 3 см³ раствора соляной кислоты и также перемешивают в течение 1 мин.

В обе колбы добавляют по 3 см³ раствора хлорида железа и одновременно перемешивают их содержимое вышеописанным образом в течение 1 мин.

Интенсивность образовавшейся окраски анализируемого раствора А измеряют в сравнении с раствором Б в кюветах с шириной рабочей грани 50 мм при светофильтре с длиной световой волны 540 нм. Полученную величину оптической плотности используют для расчета содержания сложных эфиров ($C_{эф}$, в мг/дм³ безводного спирта) по градуировочному графику, построенному по стандартным растворам этилацетата или по расчетному уравнению, выведенному на основании градуировочного графика.

Расчетное уравнение имеет вид

$$C_{эф} = D \times 100 / 0,0256 \times C, \quad (22)$$

где D – оптическая плотность; 0,0256 – постоянный коэффициент, полученный экспериментально; C – объемная доля этилового спирта в испытуемом образце водки, %.

Построение градуировочного графика. В пять мерных колб вместимостью 200 см³ вносят соответственно 1; 2; 4; 6 и 8 см³ основного стандартного раствора этилацетата, объем доводят до метки этиловым спиртом сорта «Люкс» или «Экстра» и перемешивают. Получают рабочие стандартные растворы.

Полученные растворы используют для проведения реакции по вышеописанной методике. Оптическую плотность растворов измеряют в тех же условиях.

Одновременно проводят реакцию по приведенной методике с образцом этилового ректифицированного спирта (безэфирного), использованного для приготовления стандартных растворов этилацетата.

Из значений оптической плотности, полученных после колориметрирования рабочих стандартных растворов, вычитают оптическую плотность, полученную после колориметрирования безэфирного образца этилового спирта. В результате получают значения оптической плотности, соответствующие содержанию сложных эфиров 2,5; 5; 10; 15 и 20 мг/дм³.

На основании полученных данных строят градуировочную кривую, откладывая по оси абсцисс количество сложных эфиров в миллиграммах, а по оси ординат – соответствующую величину оптической плотности.

6. Определение объемной доли метилового спирта

Объемную долю метилового спирта в водке определяют визуально с помощью типовых спиртовых растворов или фотоэлектроколориметрическим методом, основанным на измерении интенсивности окраски в результате взаимодействия динатриевой соли хромотроповой кислоты (1,8-диокси-нафталин-3,6-дисульфокислота) с формальдегидом, образующимся в результате окисления метилового спирта, содержащегося в испытуемой водке, перманганатом калия.

Реактивы: раствор перманганата калия с массовой долей 1 %: навеску перманганата калия массой 5,0 г растворяют в 150 см³ дистиллированной воды в мерной колбе на 500 см³. Объем доводят

до метки и перемешивают. Полученный раствор выдерживают в темноте в течение 2 суток; раствор динатриевой соли хромотроповой кислоты с массовой долей 10 %: навеску динатриевой соли хромотроповой кислоты массой 25 г растворяют в 15 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 25 см³, объем доводят водой до метки и перемешивают; 20 %-й раствор сульфита натрия; концентрированная серная кислота.

Оборудование: фотоэлектроколориметр КФК-3.

Проведение анализа. В пробирку с пришлифованной пробкой вносят по 2 см³ раствора перманганата калия и испытуемой водки. Содержимое пробирки перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение 3 мин. Затем вносят 0,4 см³ 20 %-го раствора сульфита натрия для обесцвечивания реакционной смеси и 4 см³ концентрированной серной кислоты. Смесь тотчас же перемешивают и пробирку помещают в водяную баню с холодной водой. После охлаждения смеси до комнатной температуры (около 2 мин) в пробирку вносят по 0,1 см³ раствора динатриевой соли хромотроповой кислоты, содержимое перемешивают и пробирку помещают в кипящую водяную баню на 5 мин.

Далее пробирку охлаждают в бане до комнатной температуры и измеряют оптическую плотность раствора при светофильтрах с длиной световой волны 540 нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. По полученной оптической плотности с использованием градуировочного графика определяют объемную долю метанола.

Построение градуировочного графика. Для построения графика используют стандартные типовые растворы с известным содержанием метилового спирта: 0,03; 0,05 и 0,13 % в 1 дм³ безводного спирта. Фотоэлектрометрический анализ этих растворов проводят аналогично вышеописанному.

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс объемную долю метилового спирта (%), а по оси ординат – оптическую плотность.

Результаты исследований по п. 1–6 необходимо свести в таблицу и, используя прил. 3, сделать аргументированное заключение о качестве исследуемого образца водки.

Контрольные вопросы:

1. По каким показателям оценивается качество водок?
2. Дайте характеристику методам определения основных физико-химических показателей качества водок.

Раздел 4. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ВИНА И ВИНМАТЕРИАЛОВ

Технохимический контроль качества вина включает как органолептическую оценку его качества, так и определение нормируемых физико-химических показателей, к которым относят: концентрацию спирта, сахаров, титруемых кислот, летучих кислот, диоксида серы, тяжелых металлов, приведенный экстракт и т. д.

Технохимическому контролю подвергается вся винодельческая продукция на всех стадиях технологического процесса. Контроль состоит в определении компонентов, входящих в сусло и вино, и заключении об их влиянии на качество вина.

Лабораторная работа № 12

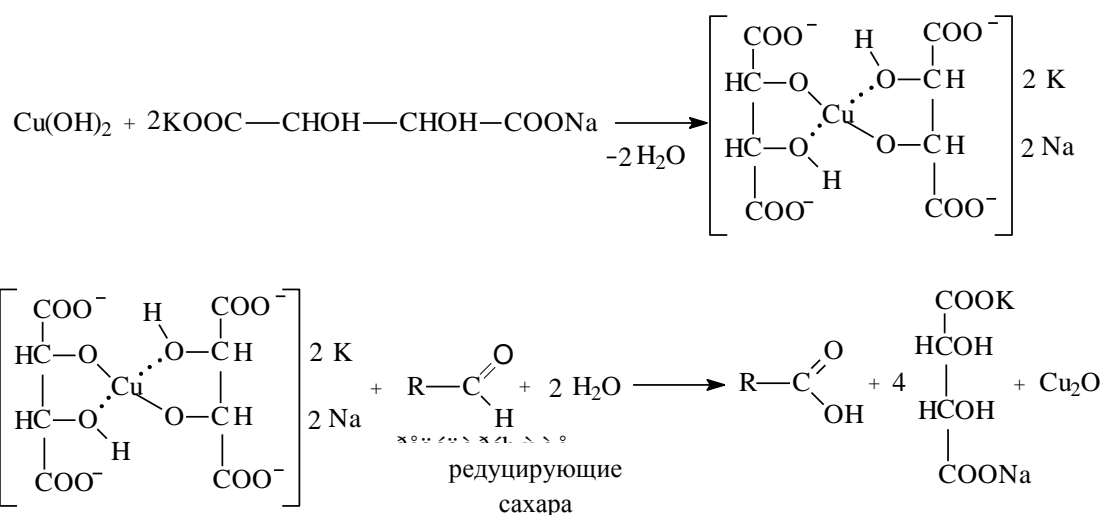
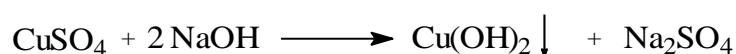
Определение массовой концентрации сахаров в вине и виноматериалах

Определение сахара в вине относится к числу основных, так как содержание сахара характеризует тип вина и его вкусовые особенности. Обычно в вине и винограде определяют содержание инвертного сахара. Иногда необходимо определять глюкозу и фруктозу в отдельности, а также сахарозу.

Глюкозу, фруктозу и их смесь относят к группе восстанавливающих (редуцирующих) сахаров, обладающих восстанавливающим действием в медно-щелочном растворе.

Массовую концентрацию редуцирующих сахаров определяют прямым методом. Метод основан на восстановлении инвертным сахаром, содержащимся в анализируемом изделии, оксида меди (II) до оксида меди (I). Определенный объем раствора Фелинга установленной концентрации титруют раствором анализируемого изделия, в котором предварительно проведена инверсия сахара, до полного восстановления оксида меди (II) в оксид меди (I). Диапазон измерения концентраций сахара 0–60,0 г/100 см³.

Реакции, лежащие в основе этого определения, можно выразить схемой



Оборудование: весы аналитические; секундомер; электроплитка; баня водяная; эксикатор; колбы мерные на 50, 100, 200, 250, 1000 см³; пипетки на 5, 10, 20, 25 см³; колбы конические; бюретки 25–50 см³ с делениями 0,1 см³; цилиндры.

Реактивы: медь (II) сернокислая 5-водная, калий-натрий виннокислый 4-водный, сахароза ч. д. а., кислота соляная, гидроокись натрия, фенолфталеин, метиленовая синь (индикатор), кальций хлористый обезвоженный чистый, сахар-рафинад, вода дистиллированная.

Приготовление раствора Фелинга I: взвешивают 69,39 г перекристаллизованной сернокислой меди, помещают в колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 500–700 см³ дистиллированной воды, перемешивают и фильтруют.

Приготовление раствора Фелинга (II): взвешивают 346 г виннокислого калия-натрия и переносят в колбу вместимостью 1000 см³. Затем растворяют при слабом нагревании в 400–500 см³ дистиллированной воды.

Приготовление раствора гидроокиси натрия: взвешивают 103,2 г гидроокиси натрия, растворяют в 200 см³ дистиллированной

воды. Полученный раствор переливают в колбу с виннокислым калием-натрием. Раствор в колбе вместимостью 1000 см³ доводят до метки дистиллированной водой и фильтруют.

Приготовление раствора метиленовой сини (индикатор) с массовой долей метиленовой сини 1 %: взвешивают 1,0 г метиленовой сини, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 50 см³ дистиллированной воды. Раствор доводят до метки дистиллированной водой.

Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 20 %: 200 г гидроксида натрия растворяют дистиллированной водой в мерной колбе на 1000 см³.

Приготовление раствора фенолфталеина с массовой долей 1 % в растворе с концентрацией спирта 70 %: 1,0 г фенолфталеина растворяют в 100 см³ ректификованного спирта с концентрацией 70 % по объему.

Подготовка к испытанию. Титр смеси растворов Фелинга I и II устанавливают следующим образом: сахарозу ч.д.а. или сахар рафинад, измельченный в пудру, выдерживают 2–3 дня в эксикаторе над хлористым кальцием. Навеску сахарозы или сахарной пудры 2–2,5 г тщательно смывают через воронку в мерную колбу вместимостью 250 см³ дистиллированной водой в объеме 50 см³. После растворения сахарозы в колбу добавляют 3 см³ соляной кислоты (плотность 1,19 г/см³), проводят инверсию сахарозы в течении 5 мин при температуре 67–70 °С. С инвертированным раствором проводят реакцию с Фелинговой жидкостью. Реакцию проводят три раза и берут среднее значение результатов, по которому вычисляют титр (Т) Фелинговой жидкости по формуле

$$T = V \times m_3 / 250, \quad (23)$$

где V – объем раствора инвертного сахара, пошедший на титрование, см³; m_3 – масса навески сахарозы или сахарной пудры в г; 250 – объем колбы, см³.

Ход анализа

Проведение инверсии. Испытуемое изделие разбавляют дистиллированной водой в соответствии с табл. 5.

Таблица 5

Разведение вина в зависимости от содержания в нем сахара

| Массовая концентрация сахара, г/100 см ³ | Объем испытуемого изделия, см ³ | Вместимость колбы, см ³ |
|---|--|------------------------------------|
| До 5 | – | – |
| 16–12 | 20 | 50 |
| 13–24 | 20 | 100 |
| 25–30 | 25 | 200 |
| 31–50 | 10 | 100 |
| 51–60 | 20 | 250 |

25 см³ разбавленного вина отмеривают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³. К раствору прибавляют 25 см³ дистиллированной воды, приливают 3 см³ соляной кислоты и содержимое колбы при частом перемешивании нагревают на водяной бане в течение 5 мин при температуре 67–70 °С. После этого раствор быстро охлаждают и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с массовой долей 20 % в присутствии фенолфталеина. После проведения инверсии и нейтрализации содержимое колбы при температуре 20 °С доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Проведение испытаний. В коническую колбу 150–200 см³ отмеривают по 10 см³ растворов Фелинга I и II и нагревают до кипения (отмерять пипетками с резиновыми грушами!). Затем из бюретки с шлифованным краном осторожно и постепенно приливают инвертированный раствор до тех пор, пока синий цвет кипящей смеси не исчезнет почти полностью. После этого к смеси добавляют 2–5 капель раствора метиленовой сини с массовой долей 1 % и, не прекращая кипения, продолжают приливать испытуемый раствор по каплям пока цвет кипящей смеси не перейдет в красный или оранжевый.

Продолжительность кипения не должна превышать в течение всего титрования 3 минут, после чего отмечают количество израсходованного на титрование сахарного раствора, которое

считают ориентировочным. Затем проводят повторное титрование, но к смеси растворов Фелинга I и II в колбу нагревания добавляют на 0,5–1,0 см³ испытуемого раствора меньше, чем пошло на первое титрование.

Смесь в колбе кипятят 2 мин и, не прекращая кипячение, добавляют 3–5 капель раствора метиленовой сини. Затем приливают из бюретки по 2–3 капли испытуемого раствора, давая смеси после каждого прибавления кипеть 2–3 сек до тех пор, пока синяя окраска в колбе не исчезнет и смесь не примет красную или оранжевую окраску. После этого отмечают количество израсходованного на титрование раствора.

Массовую концентрацию сахара (C_3) в пересчете на сахарозу в г/100 см³ испытуемого раствора вычисляют по формуле

$$C_3 = T \times 100 \times n / V_1, \quad (24)$$

где T – титр раствора Фелинга I и II; n – коэффициент разведения; V_1 – общий объем испытуемого раствора, пошедший на титрование и добавленный в реакционную смесь, см³.

Массовую концентрацию сахара (C'_3) в пересчете на инвертный сахар в г/100 см³ испытуемого раствора вычисляют по формуле

$$C'_3 = T \times 100 \times n \times 1,05 / V_1, \quad (25)$$

где 1,05 – коэффициент перевода сахарозы в инвертный сахар.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 2,5 %.

Контрольные вопросы:

1. Какие углеводы относят к редуцирующим сахарам?
2. Дайте характеристику состава и свойств редуцирующих сахаров.
3. Методы качественного и количественного определения представителей редуцирующих сахаров.

4. На чем основан прямой метод определения массовой концентрации сахаров?
5. Будет ли положительной реакция с растворами Фелинга для крахмала, сахарозы и мальтозы?

Лабораторная работа № 13

Определение объемной доли этилового спирта в вине (химический метод)

Этиловый спирт является основным продуктом виноделия. Это характерный для вина компонент, влияющий на его аромат и вкус. Этиловый спирт образуется в результате спиртового брожения виноградного сусла из сахаров. Из 1 г сахаров образуется 0,59–0,64 % об. спирта. Для расчетов принят выход спирта 0,6 %. Выход спирта зависит от исходного содержания сахаров в сусле, длительности брожения, расы дрожжей. В столовых винах этиловый спирт является фактором микробиальной стабильности.

Содержание этилового спирта в вине несколько снижается при его выдержке вследствие реакций окисления и этерификации, а также при технологических обработках. Для обеспечения требуемой крепости и формирования типа проводят спиртование этиловым спиртом крепленых и столовых (типа хереса) вин.

Объемная доля – это количество этилового спирта (см^3), содержащегося в 100 см^3 вина. Эта величина измеряется при температуре $20 \text{ }^\circ\text{C}$ и обозначается в процентах. Объемная доля спирта в винах различных типов варьирует от 9 до 20 % об.

Принцип метода. Метод основан на окислении спирта дихроматом калия в присутствии азотной кислоты до уксусной кислоты. Избыток дихромата калия оттитровывают после добавления йодида калия раствором тиосульфата натрия.

Оборудование: установка для атмосферной перегонки; мерная коническая колба на 300 см^3 с широким горлом (приемник); круглодонная колба на 100 см^3 ; мерный цилиндр объемом 25 см^3 ; бюретка объемом 50 см^3 с ценой деления $0,1 \text{ см}^3$.

Реактивы. Раствор хромата калия: $67,445 \text{ г K}_2\text{CrO}_4$ растворяют в воде и доводят объем до 1 дм^3 ; азотная кислота концентрированная;

раствор йодида калия: 300 г KI растворяют в воде, добавляют 100 см³ 0,1 М раствора NaOH, доводят объем до 1 дм³; раствор тиосульфата натрия: 86,194 г Na₂S₂O₃ · 5H₂O растворяют в воде, добавляют 100 см³ 0,1 М раствора NaOH и доводят до 1 дм³; раствор крахмала: 10 г растворенного в небольшом количестве воды крахмала вводят порциями в 500 см³ воды и кипятят, пока раствор не станет прозрачным, после охлаждения добавляют 500 см³ воды, в которой предварительно растворили 20 г KI и 10 см³ 0,1 М раствора NaOH.

Ход анализа. Собирают установку для атмосферной перегонки. В коническую колбу-приемник помещают 10 см³ раствора хромата калия и 25 см³ концентрированной HNO₃ (в кислой среде хромат калия количественно переходит в дихромат). В перегонную колбу наливают 12 см³ воды, 1 см³ исследуемого вина и бросают 1–2 кусочка пемзы или пористого стекла для равномерного кипения. При содержании спирта в пробе больше 14 % об. вместо 1 см³ вина берут 0,5 см³. Для определения небольших количеств спирта (меньше 1,2 % об.) вместо 1 см³ берут 10 см³ исследуемой жидкости и добавляют вместо 12 только 3 см³ воды.

При введении исследуемой жидкости в перегонную колбу пипетка должна быть погружена в воду. Конец аллонжа погружают в приемную жидкость. Жидкость в перегонной колбе должна через 30 с закипеть, а еще через 30 с должны появиться капли дистиллята. Через 3–4 мин вынимают аллонж из дистиллята, промывают его водой и дистиллят разбавляют водой (приблизительно 300 см³). К дистилляту добавляют 10 см³ раствора KI и титруют раствором тиосульфата натрия до изменения окраски от коричневой до желтоватой. Добавляют 10 см³ крахмала и титруют до появления светло-голубой окраски.

Расчет. Объемную долю спирта (C, % об.) определяют по уравнению

$$C = 15,21 - 0,507 \times V, \quad (26)$$

где 15,21 – максимально определяемое количество спирта, соответствующее 0 см³ раствора Na₂S₂O₃, % об.; 0,507 – изменение концентрации спирта, соответствующее 1 см³ раствора Na₂S₂O₃, % об.; V – количество раствора Na₂S₂O₃ · 5H₂O, пошедшее на титрование, см³.

Если для анализа вместо 1 см³ образца брали 0,5 см³, то результаты определения умножают на 2. Соответственно, если объем пробы увеличивали в 10 раз или меньше, результат делят на кратность увеличения. Рекомендуется работать в области концентраций спирта от 0 до 14% об., когда на титрование расходуется от 30 до 2,4 см³ Na₂S₂O₃.

Контрольные вопросы:

1. Методы определения объемной доли этанола в спиртных напитках.
2. Спиртовое брожение виноградного сусла. Факторы, влияющие на выход спирта.
3. На чем основано определение объемной доли спирта в вине химическим методом?
4. Причины снижения содержания спирта при выдержке вина.

Лабораторная работа № 14

Определение массовой концентрации летучих кислот в вине

Летучие кислоты являются показателем качества вина, обусловленным содержанием в нем алифатических одноосновных кислот с числом углеродных атомов от 1 до 9. Основным представителем летучих кислот вина является уксусная, составляющая 90 % от их общего содержания. Она образуется как вторичный продукт спиртового брожения сусла. Содержание летучих кислот лимитируется, так как они придают винам неприятный вкус и запах, и в высоких концентрациях свидетельствуют о микробиальных заболеваниях. Вина с повышенным содержанием летучих кислот могут быть исправлены путем сбраживания на мезге и обработки осадочными дрожжами.

Концентрация летучих кислот не должна превышать в белых винах 1,2 г/дм³, в красных – 1,5 г/дм³.

Принцип метода заключается в отгонке летучих кислот паром и определении их содержания в дистилляте титрованием гидроксидом натрия в присутствии фенолфталеина.

Оборудование. Установка для дистилляции паром, состоящая из парообразователя, перегонной колбы, холодильника и приемника.

Можно использовать аппараты разных конструкций, удовлетворяющие следующим требованиям: из пара или воды, поступающих в перегонную колбу, должна быть удалена углекислота в такой степени, чтобы при добавлении к 250 см³ конденсата 0,1 см³ 0,1 М раствора NaOH в присутствии 2 капель 1 % раствора фенолфталеина появлялась розовая окраска, не исчезающая в течение 10 с; при перегонке водного раствора уксусной кислоты в дистиллят должно переходить ее не менее 99,5 %. При перегонке 1 М раствора молочной кислоты в дистилляте не должно обнаруживаться более 0,5 % этой кислоты.

Реактивы. Гидроксид натрия или калия 0,1 М раствор; фенолфталеин, 1 % в 60–80 % этиловом спирте; йод 0,005 М (0,01 н) раствор; крахмал, 1 % раствор; тетраборат натрия (бура), насыщенный раствор; кислота винная; кислота соляная; баритовая или известковая вода.

Ход анализа. Из анализируемого вина удаляют углекислоту путем перемешивания в течение 2–3 мин в колбе, подключенной к водоструйному насосу. Парообразователь заполняют на 3/4 объема прозрачной баритовой или известковой водой. В перегонную колбу отмеряют пипеткой 10 см³ вина, добавляют около 0,25 г винной кислоты, закрывают колбу переходником, в который вмонтирована отводная трубка, соединяющая перегонную колбу с холодильником, включают нагревательный прибор и ведут перегонку до тех пор, пока в приемной колбе не соберется 100 см³ отгона. По окончании перегонки к дистилляту добавляют несколько капель фенолфталеина и титруют 0,1 М раствором щелочи.

Расчет. 1 см³ 0,1 М раствора щелочи нейтрализует 0,006 г уксусной кислоты. Концентрация летучих кислот (C , г/дм³) определяется по формуле

$$C = \frac{0,06 \times V \times 1000}{10} = 0,6 \times V, \quad (27)$$

где V – количество щелочи, пошедшее на титрование, см³.

Для вин с содержанием сернистой кислоты выше 50 мг/дм³ в результат определения вносят поправку на перешедшую в дистиллят сернистую кислоту, свободную и связанную. Для этого по

окончании ацидиметрического титрования производят йодометрическое определение содержания SO_2 в дистилляте. Оттитрованный раствор подкисляют каплей концентрированной соляной кислоты, прибавляют 5 см^3 1 % раствора крахмала и около 0,3 г йодида калия (на кончике шпателя) и титруют 0,005 М раствором йода до появления синей окраски (свободная сернистая кислота).

Для разрушения альдегидсернистого соединения в оттитрованный раствор прибавляют 20 см^3 насыщенного раствора буры $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$. Если в течение 5 мин синяя окраска исчезает, то вносят 2–3 капли HCl и вновь титруют 0,005 М раствором йода до ее повторного появления (связанная сернистая кислота).

Полный расчет содержания летучих кислот (C , г/дм³) в винах с учетом сернистой кислоты (в пересчете на уксусную кислоту) проводят по формуле

$$C = \frac{0,006 \times [V - (V_1 + 0,5 \times V_2) \times 0,1] \times 1000}{10} = 0,6 \times [V - (V_1 + 0,5 \times V_2) \times 0,1], \quad (28)$$

где 0,006 – количество уксусной кислоты, соответствующее 1 см^3 0,1 М раствора NaOH , г; V – количество 0,1 М раствора NaOH , израсходованное на титрование дистиллята, см^3 ; V_1 – количество 0,005 М раствора йода, израсходованное на титрование свободной сернистой кислоты, см^3 ; V_2 – количество 0,005 М раствора йода, израсходованное на титрование связанной сернистой кислоты, см^3 ; 0,1 – коэффициент перевода 0,005 М раствора йода в 0,05 М раствор; 1000 – коэффициент пересчета на 1 дм³; 10 – количество вина, взятое для анализа, см^3 .

Контрольные вопросы:

1. Состав летучих кислот вина. Перечислите источники их образования;
2. Нормируемое содержание летучих кислот в белых и красных винах;
3. На чем основан метод определения содержания летучих кислот в вине?
4. В каких случаях и почему необходимо делать поправку на содержание сернистой кислоты?

Лабораторная работа № 15

Весовой метод определения содержания винной кислоты в вине и виноматериалах

Винная кислота является двухосновной органической кислотой с двумя асимметрическими атомами углерода в молекуле, ее формула $\text{HOOC}-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}(\text{OH})-\text{COOH}$. Винная кислота – кристаллы, хорошо растворимые в воде и спирте, плохо растворимые в эфире.

Известны четыре изомера винной кислоты; D-винная (виннокаменная) кислота, L-винная, D- и L-винные кислоты (виноградная) и оптически недействительная мезовинная кислота.

Наибольшее значение имеет D-винная кислота, в основном содержащаяся в виноградной лозе. Это единственный источник получения винной кислоты в промышленном масштабе. В виноградных ягодах D-винная кислота накапливается в результате неполного окисления сахаров и составляет 0,2–1,0 %.

Винная кислота и ее соли (кислый виннокислый калий, виннокислый кальций, виннокислый калий и др.) являются главными компонентами сусла и вина. Содержание винной кислоты в сусле 2,0–7 г/дм³, в вине – 2–5 г/дм³. В процессе приготовления и хранения вина ее содержание уменьшается вследствие выпадения в осадок в виде кислого виннокислого калия.

В сочетании с сахаром винная кислота и ее кислая калийная соль создают определенную вкусовую гармонию вина. Винная кислота и ее соли препятствуют развитию микроорганизмов. В то же время винная кислота и ее соли являются питательным субстратом для развития различных микроорганизмов, которые в процессе жизнедеятельности ее разлагают. Винная кислота образует комплексную железовинную соль, являющуюся катализатором окислительных процессов, необходимых при созревании вин. Содержание винной кислоты определялось до последнего времени колориметрическим методом, основанным на реакции винной кислоты с метаванадиевокислым аммонием.

В современной практике винная кислота определяется весовым методом при осаждении ее в виде рацемата кальция. Это определение может быть дополнено сравнительным объемным определением. Условия осаждения: pH, общий объем взятой пробы,

концентрация ионов осадителя таковы, что осаждение рацемата кальция будет полным, тогда как D(–) тартрат кальция остается в растворе.

Если в вино была добавлена метавинная кислота, которая делает осаждение рацемата кальция неполным, необходимо подвергать ее предварительному гидролизу.

Метавинная кислота – смесь продуктов превращения D-винной кислоты при нагревании ее до температуры 170 °С при пониженном давлении, среди которых преобладают моно- и диэфиры D-винной кислоты. Представляет собой твердый стекловидный продукт от бледно-желтого до темно-желтого цвета. В измельченном состоянии это белый или желтый кристаллический порошок. Очень гигроскопична, хорошо растворима в воде и этаноле. Используется для стабилизации вина от кристаллических помутнений, вызываемых калиевыми и кальциевыми солями винной кислоты.

Реактивы:

– раствор ацетата кальция, содержащий 10 г/дм³ Са: углекислый кальций СаСО₃ (25 г), уксусная кислота (40 см³) (ρ₂₀ = 1,05 г/см³) и вода (до 1 дм³);

– рацемат кальция (СаС₄Н₄О₆ · 4 Н₂О): в цилиндрический стакан на 400 см³ вводят 20 см³ раствора L(+) винной кислоты (5 г/л), 20 см³ раствора D (–) виннокислого аммония (6,126 г/ дм³) и 6 см³ раствора ацетата кальция, содержащего 10 г/ дм³ Са. Оставляют для осаждения на 2 ч. Собирают осадок на стеклянном фильтре N 4, промывают в три приема приблизительно 30 см³ дистиллированной воды. Высушивают в шкафу при 70 °С до постоянного веса. Получают приблизительно 240 мг кристаллического рацемата кальция. Хранят в закрытой стеклянной емкости;

– раствор для осаждения (рН=4,75) : растворяют 150 мг D(–) виннокислого аммония в 900 см³ воды, добавляют 8,8 см³ раствора ацетата кальция, 5 мг рацемата кальция и доводят объем до 1 дм³. Взбалтывают в течение 12 ч. И затем отфильтровывают.

Примечание. Жидкость для осаждения может быть приготовлена также с помощью D(–) винной кислоты: кислота D(–) винная (122 мг), раствор гидроокиси аммония (ρ₂₀ = 0,97 г/см³), (25 г/100 см³) – 0,3 см³.

Растворяют D(-) винную кислоту, добавляют гидроксид аммония, доводят объем приблизительно до 900 см³. Вводят 8,8 см³ раствора ацетата кальция, перемешивают, доводя рН до 4,75 добавлением уксусной кислоты, 5 мг рацемата кальция и доводят объем до 1 дм³. Взбалтывают в течение 12 ч и фильтруют.

Оборудование: стеклянный стакан на 600 см³, сушильный шкаф, стеклянный фильтр № 4, коническая колба на 50 см³.

Ход анализа

В винах без метавинной кислоты. В цилиндрический стакан вместимостью 600 см³ вносят 500 см³ раствора для осаждения и 10 см³ вина. Перемешивают, очищают стенки стакана концом стеклянной палочки. Оставляют на 12 ч для осаждения (на ночь). Фильтруют через предварительно взвешенный стеклянный фильтр № 4, собирая осадок. Ополаскивают фильтратом стакан, где проводили осаждение, и извлекают последние частички осадка.

Высушивают в шкафу при 70 °С до постоянного веса, взвешивают; обозначают вес рацемата кальция CaC₄H₄O₆, кристаллизованного с четырьмя молекулами воды, – р.

В винах с метавинной кислотой. Для вина с добавленной метавинной кислотой или при подозрении на ее добавление проводят гидролиз этой кислоты. В коническую колбу вместимостью 50 см³ помещают 10 см³ вина и 0,4 см³ чистой уксусной кислоты. Закрывают колбу пробкой с отводной трубкой и кипятят в течение 30 мин. После охлаждения переливают жидкость из конической колбы в цилиндрический стакан, ополаскивают колбу два раза водой по 5 см³ и продолжают определение по прописи, описанной выше. Расчет содержания метавинной кислоты производят так же, как и винной.

Одна молекула рацемата кальция соответствует половине молекулы L(+)-винной кислоты вина.

Количество винной кислоты на литр вина, выраженное в миллиграмм-эквивалентах, в граммах на литр и в граммах на литр кислого виннокислого калия, составляет соответственно **384,5 р**, **28,84 р** и **36,15 р** с точностью до одного десятичного знака.

Контрольные вопросы:

1. Дайте характеристику строения и свойств изомеров винной кислоты.
2. Роль винной кислоты и ее солей в виноделии.
3. На чем основан весовой метод определения содержания винной кислоты?
4. Почему для осаждения винной кислоты необходимо предварительно гидролизовать метавинную кислоту?

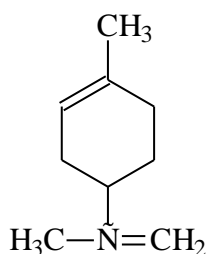
Раздел 5. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА БЕЗАЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКОВ

Лабораторная работа № 16

Определение количества цитрусовых эфирных масел в безалкогольных напитках

В качестве ароматических веществ, вносимых в безалкогольные напитки, используют эссенции, настои, а также спиртовые растворы эфирных масел и душистых веществ.

Эфирные масла – это масло лавра благородного, а также розовое, эвкалиптовое, лимонное и мандариновое масла. Для выделения эфирных масел используют перегонку с паром. Лимонное эфирное масло получают из цедры лимона, по внешнему виду это легкоподвижная жидкость желтого или желто-коричневого цвета с запахом лимона. Мандариновое эфирное масло – легкоподвижная жидкость желтого или желто-коричневого цвета, как и лимонное масло, только с запахом мандарина. Основным компонентом эфирных масел является моноциклический терпен – лимонен:



Предлагаемый метод определения эфирных масел в безалкогольных напитках основан на количественном соединении α -лимонена с бромом, при этом избыток брома обесцвечивается индикатором.

Приборы: весы лабораторные аналитические; весы лабораторные технические; бюретка на 25 см^3 с ценой деления $0,1 \text{ см}^3$; колбы мерные на $100, 500, 1000 \text{ см}^3$; пипетки на $5, 20, 50 \text{ см}^3$; колбы конические 250 и 750 см^3 ; цилиндр мерный 500 см^3 ; капельница стеклянная лабораторная; секундомер.

Реактивы: калий бромноватокислый; натрий серноватисто-кислый $0,1 \text{ н}$ стандарт-титр; калий йодистый; соляная кислота концентрированная; крахмал растворимый; спирт этиловый ректифицированный; метиловый оранжевый водный раствор с массовой концентрацией $1,0 \text{ г/дм}^3$; вода дистиллированная.

Подготовка к анализу:

1. Приготовление раствора калия бромноватокислого с молярной концентрацией $0,02 \text{ моль/дм}^3$: $0,560 \text{ г}$ калия бромноватокислого растворяют в мерной колбе водой и доводят объем до 1 дм^3 .

2. Приготовление раствора тиосульфата натрия с молярной концентрацией $0,02 \text{ моль/дм}^3$: из фиксаля готовят раствор тиосульфата натрия с молярной концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$, который разбавляют в 5 раз.

3. Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1% : в химический стакан вместимостью 250 см^3 наливают 80 см^3 дистиллированной воды и доводят до кипения. 1 г растворимого крахмала растворяют в 20 см^3 дистиллированной воды и приливают в кипящую воду при непрерывном помешивании. Раствор крахмала доводят до кипения и охлаждают.

4. Установление поправочного коэффициента на молярность раствора калия бромноватокислого с молярной концентрацией $0,02 \text{ моль/дм}^3$ по раствору натрия серноватисто-кислого с молярной концентрацией $0,02 \text{ моль/дм}^3$: в конической колбе вместимостью 750 см^3 растворяют $0,5 \text{ г}$ йодистого калия в 100 см^3 воды. К содержимому колбы пипеткой добавляют 5 см^3 концентрированной соляной кислоты, 20 см^3 раствора бромноватокислого калия с молярной концентрацией $0,02 \text{ моль/дм}^3$ и 400 см^3 воды. Полученную смесь перемешивают и через $2-3$ мин оттитровывают выделившийся йод раствором тиосульфата натрия с молярной концентрацией $0,02 \text{ моль/дм}^3$. В процессе титрования содержимое колбы постоянно взбалтывают. При появлении слабожелтого окрашивания раствора добавляют $1-2 \text{ см}^3$ раствора крахмала массовой доли 1% и продолжают титровать до из-

менения окрашивания из синего в бесцветное. Проводят два параллельных определения.

Ход анализа

Титрование напитка. В коническую колбу вместимостью 250 см³ пипеткой отбирают 50 см³ хорошо перемешанного в бутылке напитка, прибавляют пипеткой 50 см³ этилового спирта (95–96 % об.), 5 см³ соляной кислоты, разведенной на 1 часть концентрированной кислоты 2 части дистиллированной воды. Смесь взбалтывают и добавляют 3 капли индикатора метилового оранжевого.

Титрование медленное при постоянном энергичном взбалтывании со скоростью 0,1 см³ раствора калия бромноватокислого в каждые 30 секунд до исчезновения розового окрашивания. Для сравнения окраски рядом ставят такую же колбу с тем же напитком, спиртом и соляной кислотой в заданных выше количествах.

Контрольное титрование. Общий расход калия бромноватокислого суммируется из расхода на титрование спирта и компонентов напитка. Титрование спирта проводят аналогично, но с заменой напитка дистиллированной водой.

Титрование проводится при использовании на анализ каждой новой партии спирта и свежеприготовленных реактивов.

Расход раствора калия бромноватокислого на титрование компонентов напитка в зависимости от наименования приведен в табл. 6.

Таблица 6

| Наименование напитка | Объем раствора калия бромноватокислого с молярной концентрацией 0,02 моль/дм ³ на титрование компонентов, см ³ |
|--|--|
| Апельсин | 0,55 |
| Колокольчик | 0,25 |
| Лимон | 0,45 |
| Мандариновый | 0,60 |
| Цитрусовый | 0,40 |
| Экстра Ситро | 0,70 |
| Апельсиновый для больных диабетом на ксилите | 0,15 |
| Лимонный для больных диабетом на ксилите | 0,15 |
| Лимонный негазированный | 0,45 |
| Саяны тонизирующий | 0,60 |

Массовую долю эфирных масел (в процентах) вычисляют по формуле

$$X = \frac{(n - (n_0 + B)) \times K \times 0,000623 \times 100}{a \times 0,90 \times 0,85}, \quad (29)$$

где n – объем раствора калия бромноватокислого, расходуемого на титрование взятого объема напитка, см^3 ; n_0 – объем раствора калия бромноватокислого, расходуемого на титрование спирта, см^3 ; B – объем раствора калия бромноватокислого, расходуемого на титрование компонентов, входящих в напиток, согласно таблице; K – коэффициент нормальности раствора калия бромноватокислого; a – объем пробы напитка, взятый на титрование, см^3 ; 0,90 – коэффициент перевода титруемого компонента на массу эфирного масла; 0,85 – плотность эфирного масла, $\text{г}/\text{см}^3$; 0,000623 – масса титруемого компонента эфирного масла, г, которое соответствует 1 см^3 раствора калия бромноватокислого с молярной концентрацией 0,02 моль/дм (для апельсинового масла – 0,00062, мандаринового – 0,00061, лимонного – 0,00064).

При соблюдении условий изложенной выше прописи проведения анализа, формула расчета количества эфирных масел в напитках может быть сокращена до следующего вида:

$$X = n - (n_0 + B) \times K \times 0,00163. \quad (30)$$

За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 см^3 раствора калия бромноватокислого с молярной концентрацией 0,02 моль/дм³.

Контрольные вопросы:

1. Какие ароматические вещества используются в производстве безалкогольных напитков?
2. На чем основан метод определения содержания citrusовых эфирных масел?

Лабораторная работа № 17

Получение колера для напитков

В производстве безалкогольных напитков с целью придания соответствующего цвета продукции используют красители, которые делятся на натуральные и естественные (синтетические). К натуральным красителям относятся колер, энокраситель, а также красители, получаемые из ягод бузины, выжимок черники, кизила, вишни и др. К синтетическим красителям относятся тетразин Ф и краситель индигокармин.

Колер представляет собой карамелизованный сахар, обычно – карамелизованную сахарозу. Энокраситель получают из выжимок винограда красных сортов. Основным красящим веществом энокрасителя является энин, входящий в группу антоцианинов.

Метод получения колера заключается в нагревании сахарозы при температуре, близкой к температуре плавления (185–190 °С), что вызывает ее глубокие химические изменения – обезвоживание, карамелизацию, гидролиз, таутомерные и изомерные превращения моноз, ангидридизацию и оксиметилфурфурольное разложение, полимеризацию. В результате пиролиза образуется сложная смесь, состоящая из ангидридов различных сахаров, производных фурана, кислот жирного ряда, темноокрашенных (гуминовых) соединений и других веществ.

Для получения колера кроме сахара используют кристаллическую глюкозу, крахмальную патоку, а также смесь углеводов и аминокислот. В последнем случае происходят меланоидиновые реакции. Известно много сортов колера, например только фирма May–Lambert выпускает их свыше 70, различающихся интенсивностью окраски, вязкостью, рН, изоэлектрической точкой и другими свойствами.

Колер добавляют во многие напитки, которые должны иметь цвет от светло-желтого до темно-коричневого. Обычная норма колера невелика – от 2 до 7 кг на 1000 дал купажа. Несколько больше его идет в «Шоколадный крем» (36 кг) и некоторые настойки («Хинная», «Охотничья», «Перцовка»). Особенно в больших количествах (1300 кг) его добавляют в Рижский чёрный бальзам. Бальзаму при этом он не только придает соответствующую окраску, но и участвует в формировании вкуса, аромата и физико-химических свойств напитка.

Колер используют при приготовлении безалкогольных напитков. Перед внесением в купаж колер разбавляют водой в соотношении 1:1.

По внешнему виду колер вязкая густая жидкость темно-коричневого цвета, горького вкуса.

Приборы и реактивы: электрический сушильный шкаф, весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, стаканы фарфоровые или из термостойкого стекла вместимостью 500–1000 см³, колбы, воронка, вода дистиллированная, ареометры с пределами измерения плотности 1,2–1,5, термометры лабораторные на интервал температур 50–200 °С, цилиндры.

Ход работы. Для предохранения от брызг горячего колера необходимо работать в фартуках и защитных очках! В фарфоровый или стеклянный стакан загружают 100 г сахара (с точностью до 0,5 г). Стакан подбирают с таким расчетом, чтобы сахар занимал 30–35 % полезной емкости стакана. Затем стакан ставят в сушильный шкаф, предварительно нагретый до 80–100 °С, нагревают при периодическом перемешивании 1–2 мин с интервалом 5–10 мин. При температуре 160 °С сахар расплавляется и постепенно буреет. Когда весь сахар расплавится, температуру постепенно повышают до 175–180 °С и поддерживают ее 15–20 мин при перемешивании массы. При готовности колера нагрев прекращают, а перемешивание продолжают 10–15 мин, после чего подливают в стакан тонкой струей воду, предварительно нагретую до 60–65 °С. (Соблюдать осторожность – первые порции воды могут вскипеть и попасть в глаза, на кожу!) Когда температура упадет до 100–105 °С вводят остальное количество воды из расчета получения колера плотностью 1,35 (при температуре 20 °С), примерно 50 % воды к массе сахара. Когда колер охладится до 60–65 °С, перемешивание прекращают и колер переливают в колбу.

Для определения плотности полученного колера наливают его в цилиндр на 2/3 его высоты и определяют плотность раствора с помощью ареометра. Полученные по шкале значения записывают для дальнейших расчетов.

Нормально приготовленный колер имеет плотность 1,35 и окрашивающую способность раствора концентрацией 2 г/л, соответствующую по цветомеру высоте столба жидкости (16 ± 2) мм

при сравнении с эталоном цвета № 10 и компенсаторе 00; при определении по фотоэлектрокалориметру – оптическую плотность 0,280–0,340 нм при $\lambda = 413$ нм и ширине кюветы 3 мм.

Обработка результатов. Выход колера плотностью 1,35 (при температуре 20 °С) составляет 105–108 % к массе взятого сахара. Если плотность колера отличается от указанной, то выход его определяют при нормальной плотности с помощью диаграммы прил. 5.

Например, для варки взято 100 кг сахара-песка. Получено 103,50 кг колера плотностью 1,365. Согласно диаграмме 100 кг колера данной плотности соответствует 103,78 кг колера с нормальной плотностью. Выход колера равен: $(103,5 \times 103,78) / 100 = 107,41$ %

Контрольные вопросы:

1. Цель использования красителей в производстве безалкогольных напитков.
2. Какие красители относятся к натуральным, а какие к синтетическим?
3. Какие химические процессы протекают при получении колера?

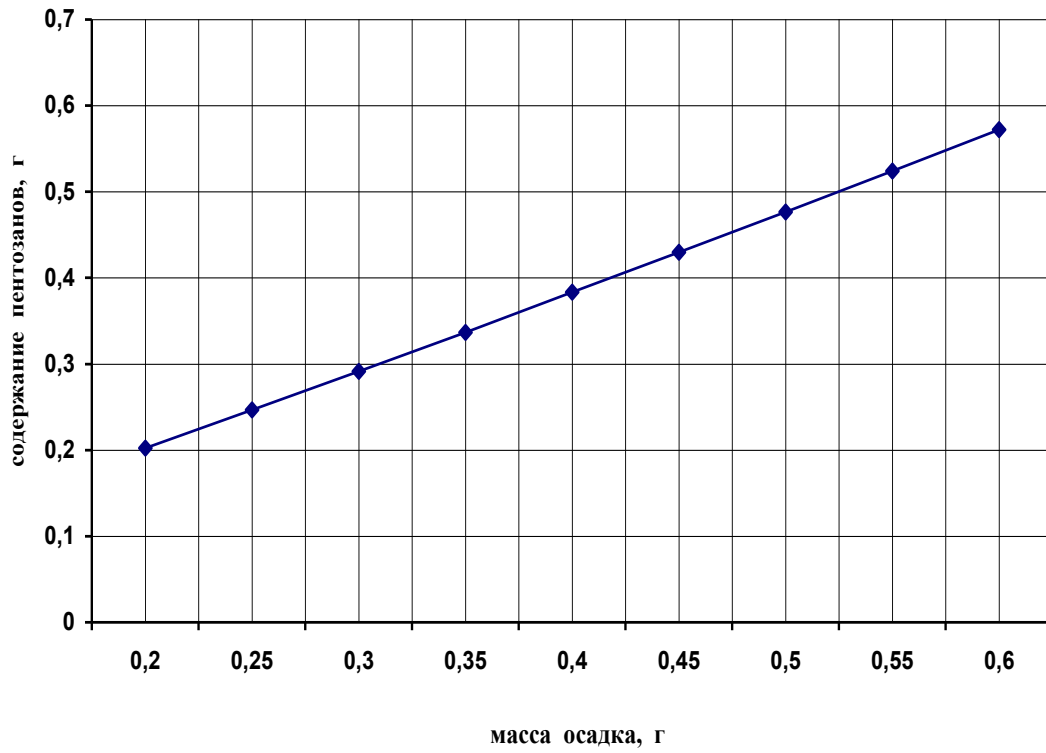
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Полыгалина Г.В.** Технохимический контроль спиртового и ликероводочного производств. – М: Колос, 1999. – 336 с.
2. Методы технохимического контроля в виноделии // Под ред. В.Г. Гержиновой. – Симферополь: Таврида, 2002. – 260 с.
3. **Хорунжина С.И.** Биохимические и физико-химические основы технологии солода и пива. – М: Колос, 1999. – 312 с.
4. **Косминский Г.И.** Технология солода, пива и безалкогольных напитков: Лаб. практикум по технохимическому контролю производства. – Минск: Дизайн ПРО, 1998. – 352 с.
5. **Кишковский З.Н., Скурихин И.М.** Химия вина. – М.: Пищ. пром-сть, 1976. – 253 с.
6. **Нилов В.И., Скурихин И.М.** Химия виноделия. – М., 1967. – 442 с.
7. **Калунянц К.А.** Химия солода и пива. – М: Агропромиздат.
8. Химия отрасли. Лабораторный практикум / Сост. С.Н. Евстафьев. – Иркутск: Изд-во ИрГТУ, 2007. – 65 с.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение 1

Содержание пентозанов в зависимости от массы осадка



Приложение 2

Таблица П. 2.1

**Соотношение между относительной плотностью жидкости
и содержанием спирта**

| Относи- тельная плотность | Спирт, мас. % (г/100 г) | Относи- тельная плотность | Спирт, мас. % (г/100 г) | Относи- тельная плотность | Спирт, мас. % (г/100 г) |
|---------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|-------------------------------|
| 1,0000 | 0,000 | 0,9965 | 1,890 | 0,9930 | 3,905 |
| 0,9999 | 0,055 | 0,9964 | 1,950 | 0,9929 | 3,965 |
| 0,9998 | 0,110 | 0,9963 | 2,005 | 0,9928 | 4,030 |
| 0,9997 | 0,165 | 0,9962 | 2,060 | 0,9927 | 4,090 |
| 0,9996 | 0,220 | 0,9961 | 2,120 | 0,9926 | 4,150 |
| 0,9995 | 0,270 | 0,9960 | 2,170 | 0,9925 | 4,215 |
| 0,9994 | 0,325 | 0,9959 | 2,225 | 0,9924 | 4,275 |
| 0,9993 | 0,380 | 0,9958 | 2,280 | 0,9923 | 4,335 |
| 0,9992 | 0,435 | 0,9957 | 2,335 | 0,9922 | 4,400 |
| 0,9991 | 0,485 | 0,9956 | 2,390 | 0,9921 | 4,460 |
| 0,9990 | 0,540 | 0,9955 | 2,450 | 0,9920 | 4,520 |
| 0,9989 | 0,590 | 0,9954 | 2,505 | 0,9919 | 4,580 |
| 0,9988 | 0,545 | 0,9953 | 2,560 | 0,9918 | 4,640 |
| 0,9987 | 0,700 | 0,9952 | 2,620 | 0,9917 | 4,700 |
| 0,9986 | 0,750 | 0,9951 | 2,675 | 0,9916 | 4,760 |
| 0,9985 | 0,805 | 0,9950 | 2,730 | 0,9915 | 4,825 |
| 0,9984 | 0,855 | 0,9949 | 2,790 | 0,9914 | 4,885 |
| 0,9983 | 0,910 | 0,9948 | 2,850 | 0,9913 | 4,945 |
| 0,9982 | 0,960 | 0,9947 | 2,910 | 0,9912 | 5,005 |
| 0,9981 | 1,015 | 0,9946 | 2,970 | 0,9911 | 5,070 |
| 0,9980 | 1,070 | 0,9945 | 3,030 | 0,9910 | 5,130 |
| 0,9979 | 1,125 | 0,9944 | 3,090 | 0,9909 | 5,190 |
| 0,9978 | 1,180 | 0,9943 | 3,150 | 0,9908 | 5,255 |
| 0,9977 | 1,235 | 0,9942 | 3,205 | 0,9907 | 5,315 |
| 0,9976 | 1,285 | 0,9941 | 3,265 | 0,9906 | 5,375 |
| 0,9975 | 1,345 | 0,9940 | 3,320 | 0,9905 | 5,445 |
| 0,9974 | 1,400 | 0,9939 | 3,375 | 0,9904 | 5,510 |
| 0,9973 | 1,455 | 0,9938 | 3,435 | 0,9903 | 5,570 |
| 0,9972 | 1,510 | 0,9937 | 3,490 | 0,9902 | 5,635 |
| 0,9971 | 1,565 | 0,9936 | 3,550 | 0,9901 | 5,700 |
| 0,9970 | 1,620 | 0,9935 | 3,610 | 0,9900 | 5,760 |
| 0,9969 | 1,675 | 0,9934 | 3,670 | 0,9899 | 5,820 |
| 0,9968 | 1,730 | 0,9933 | 3,730 | 0,9898 | 5,890 |

Окончание табл. П. 2.1

| Относи- тельная плотность | Спирт, мас. % (г/100 г) | Относи- тельная плотность | Спирт, мас. % (г/100 г) | Относи- тельная плотность | Спирт, мас. % (г/100 г) |
|---------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|-------------------------------|
| 0,9967 | 1,785 | 0,9932 | 3,785 | 0,9897 | 5,950 |
| 0,9966 | 1,840 | 0,9931 | 3,845 | 0,9896 | 6,015 |
| 0,9895 | 6,080 | 0,9889 | 6,455 | 0,9883 | 6,840 |
| 0,9894 | 6,150 | 0,9888 | 6,520 | 0,9882 | 6,910 |
| 0,9893 | 6,205 | 0,9887 | 6,580 | 0,9881 | 6,980 |
| 0,9892 | 6,270 | 0,9886 | 6,545 | 0,9880 | 7,050 |
| 0,9891 | 6,330 | 0,9885 | 6,710 | | |
| 0,9890 | 6,395 | 0,9884 | 6,780 | | |

**Соотношение между относительной плотностью
жидкости и массовой долей экстрактивных веществ**

| $d \frac{20^\circ\text{C}}{20^\circ\text{C}}$ | $e, \%$ | $d \frac{20^\circ\text{C}}{20^\circ\text{C}}$ | $e, \%$ | $d \frac{20^\circ\text{C}}{20^\circ\text{C}}$ | $e, \%$ |
|---|---------|---|---------|---|---------|
| 1,01550 | 3,951 | 1,02750 | 6,943 | 1,04300 | 10,716 |
| 1,01560 | 3,977 | 1,02800 | 7,066 | 1,04350 | 10,836 |
| 1,01570 | 4,002 | 1,02850 | 7,189 | 1,04400 | 10,956 |
| 1,01580 | 4,027 | 1,02900 | 7,312 | 1,04405 | 10,968 |
| 1,01590 | 4,052 | 1,02950 | 7,435 | 1,04410 | 10,980 |
| 1,01600 | 4,077 | 1,03000 | 7,558 | 1,04415 | 10,992 |
| 1,01610 | 4,102 | 1,03050 | 7,681 | 1,04420 | 11,004 |
| 1,01620 | 4,128 | 1,03100 | 7,803 | 1,04426 | 11,016 |
| 1,01630 | 4,153 | 1,03150 | 7,926 | 1,04430 | 11,027 |
| 1,01650 | 4,203 | 1,03200 | 8,048 | 1,04435 | 11,039 |
| 1,01700 | 4,329 | 1,03250 | 8,171 | 1,04440 | 11,051 |
| 1,01750 | 4,454 | 1,03300 | 8,293 | 1,04445 | 11,063 |
| 1,01800 | 4,580 | 1,03350 | 8,415 | 1,04450 | 11,075 |
| 1,01850 | 4,705 | 1,03400 | 8,537 | 1,04500 | 11,195 |
| 1,01900 | 4,830 | 1,03450 | 8,659 | 1,04550 | 11,315 |
| 1,01950 | 4,955 | 1,03500 | 8,781 | 1,04600 | 11,435 |
| 1,02000 | 5,080 | 1,03550 | 8,902 | 1,04650 | 11,554 |
| 1,02050 | 5,205 | 1,03600 | 9,024 | 1,04700 | 11,673 |
| 1,02100 | 5,330 | 1,03650 | 9,145 | 1,04750 | 11,792 |
| 1,02150 | 5,455 | 1,03700 | 9,267 | 1,04800 | 11,912 |
| 1,02200 | 5,580 | 1,03750 | 9,388 | 1,04850 | 12,031 |
| 1,02250 | 5,704 | 1,03800 | 9,509 | 1,04900 | 12,150 |
| 1,02300 | 5,828 | 1,03850 | 9,631 | 1,04950 | 12,263 |
| 1,02350 | 5,952 | 1,03900 | 9,751 | 1,05000 | 12,387 |
| 1,02400 | 6,077 | 1,03950 | 9,873 | 1,05100 | 12,624 |
| 1,02450 | 6,200 | 1,04000 | 9,993 | 1,05200 | 12,861 |
| 1,02500 | 6,325 | 1,04050 | 10,114 | 1,05300 | 13,098 |
| 1,02550 | 6,449 | 1,04100 | 10,234 | 1,05400 | 13,333 |
| 1,02600 | 6,572 | 1,04150 | 10,355 | 1,05500 | 13,569 |
| 1,02650 | 6,696 | 1,04200 | 10,475 | 1,05600 | 13,804 |
| 1,02700 | 6,819 | 1,04250 | 10,596 | 1,05700 | 14,039 |

Физико-химические показатели водок

| Показатели | Норма для обыкновенных водок из спирта | | | | Норма для водок особых из спирта | |
|---|--|------------------------------------|-----------------------|------|----------------------------------|----------------|
| | высшей очистки | Экстра (за исключением Посольской) | Экстра для Посольской | Люкс | Экстра | высшей очистки |
| Крепость, % | 40–45 | 38–45 | 40 | 40 | 40 | 40–45 |
| Щелочность (объем соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм ³ , израсходованной на титрование 100 см ³ водки), см ³ , не более | 3,5 | 3,0 | 3,5 | 3,5 | 3,0 | 3,5 |
| Массовая концентрация, мг, не более: <u>альдегидов</u> в пересчете на уксусный альдегид в 1 дм ³ безводного спирта | 8 | 3 | 6 | 3 | 3 | 8 |
| <u>сивушного масла</u> в пересчете на смесь изоамилового и изобутилового спиртов (3:1) в 1 дм ³ безводного спирта | 4 | 3 | 4 | 2 | 3 | 4 |
| <u>эфиров</u> в пересчете на уксусно-этиловый эфир в 1 дм ³ безводного спирта | 30 | 25 | 25 | 18 | 25 | 30 |
| Объемная доля метилового спирта в пересчете на безводный спирт, %, не более | 0,05 | 0,03 | 0,03 | 0,03 | 0,03 | 0,05 |

Составление расчетного уравнения

Уравнение прямой, полученной на градуировочном графике (см. п. 3 лаб. Раб. № 11), имеет вид

$$X = ay + b,$$

т. е. в данном случае для оптической плотности D : $C_{ал} = aD + b$.

Для определения неизвестных параметров a и b следует составить четыре уравнения для четырех значений $C_{ал}$ и соответствующих им значений оптических плотностей D .

Например, после колориметрирования анализируемых растворов с содержанием альдегидов 2; 3; 4 и 10 (мг/дм³ безводного спирта) получены значения оптических плотностей, равные соответственно 0,185; 0,260; 0,335 и 0,810.

Подставляя полученные значения в уравнение $C_{ал} = aD + b$, получаем четыре уравнения, которые объединяем по два и складываем:

$$\begin{array}{r} 2 = 0,185 a + b \\ + 3 = 0,260 a + b \\ \hline 5 = 0,445 a + 2b \end{array} \qquad \begin{array}{r} 4 = 0,335 a + b \\ + 10 = 0,810 a + b \\ \hline 14 = 1,145 a + 2b \end{array}$$

Определяем коэффициенты a и b :

$$\begin{array}{r} 14 = 1,145a + 2b \\ - 5 = 0,445a + 2b \\ \hline 9 = 0,700 a; \end{array} \qquad a = 12,71.$$

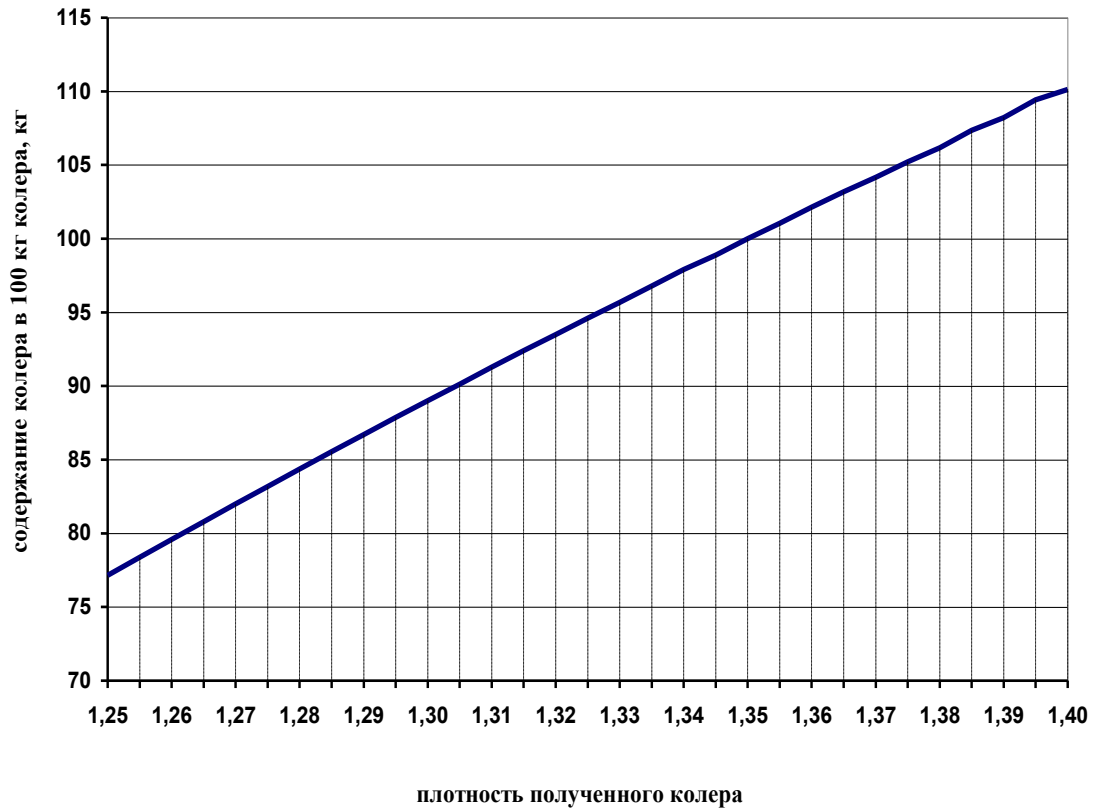
Подставляя значение a в одно из уравнений, находим значение b :

$$5 = 0,445 \cdot 12,71 + 2b; \qquad b = -0,32.$$

Подставляя полученные значения коэффициентов a и b получаем расчетное уравнение $C_{ал} = 12,71D - 0,32$, где D – оптическая плотность.

Полученное уравнение используют для вычисления массовой концентрации альдегидов в водках.

**Выход колера в пересчете на нормальную плотность
($d = 1,35$)**



СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|---|----|
| ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ | 3 |
| Раздел 1. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА СЫРЬЯ | 4 |
| Лабораторная работа № 1. Определение массовой доли влаги в сырье ускоренным методом..... | 4 |
| Лабораторная работа № 2. Определение содержания крахмала в ячмене | 6 |
| Лабораторная работа № 3. Определение пленчатости зерна | 8 |
| Лабораторная работа № 4. Определение содержания жира в зерновом сырье методом Проскурякова–Чижовой | 9 |
| Лабораторная работа № 5. Определение аминного азота в мелассе | 11 |
| Лабораторная работа № 6. Анализ крахмальной патоки..... | 14 |
| Лабораторная работа № 7. Анализ несоложенного сырья | 23 |
| Лабораторная работа № 8. Оценка качества красящих солодов | 26 |
| Раздел 2. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ПИВА | 30 |
| Лабораторная работа № 9. Определение горьких веществ в пиве | 30 |
| Лабораторная работа № 10. Определение спирта, действительного экстракта и расчет сухих веществ в начальном сусле | 33 |
| Раздел 3. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ВОДКИ..... | 36 |
| Лабораторная работа № 11. Определение физико-химических показателей водок..... | 37 |
| Раздел 4. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ВИНА И ВИНМАТЕРИАЛОВ | 47 |
| Лабораторная работа № 12. Определение массовой концентрации сахаров в вине и виноматериалах | 47 |
| Лабораторная работа № 13. Определение объемной доли этилового спирта в вине (химический метод) | 52 |
| Лабораторная работа № 14. Определение массовой концентрации летучих кислот в вине..... | 54 |
| Лабораторная работа № 15. Весовой метод определения содержания винной кислоты в вине и виноматериалах | 57 |
| Раздел 5. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА БЕЗАЛКОГОЛЬНЫХ НАПИТКОВ..... | 60 |
| Лабораторная работа № 16. Определение количества цитрусовых эфирных масел в безалкогольных напитках | 60 |
| Лабораторная работа № 17. Получение колера для напитков | 64 |
| СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ | 67 |
| ПРИЛОЖЕНИЯ | 68 |

Смотраева Ирина Владимировна
Баланов Петр Евгеньевич

**ТЕХНОЛОГИЯ ПРОДУКТОВ
ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ**

Учебно-методическое пособие

Ответственный редактор
Т.Г. Смирнова

Титульный редактор
Е.О. Трусова

Компьютерная верстка
Н.В. Гуральник

Дизайн обложки
Н.А. Потехина

Подписано в печать 10.09.2014. Формат 60×84 1/16
Усл. печ. л. 4,65. Печ. л. 5,0. Уч.-изд. л. 4,75
Тираж 50 экз. Заказ № С 58

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

