

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Оренбургский государственный университет»

Кафедра технологии пищевых производств

Г.А. СИДОРЕНКО

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ СЫРЬЯ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
К ЛАБОРАТОРНЫМ РАБОТАМ

Рекомендовано к изданию Редакционно-издательским советом
государственного образовательного учреждения высшего
профессионального образования «Оренбургский государственный
университет»

Оренбург 2007

УДК 658.5.012.1 (076.5)

ББК 36-1я7

С - 34

Рецензент

кандидат технических наук В.П. Попов

- С - 34 **Сидоренко, Г.А.,**
Методы исследования свойств сырья [Текст]: методические
указания к лабораторным работам / Г.А. Сидоренко, –
Оренбург: РИК ГОУ ОГУ, 2007. – 25 с.

Методические указания включают 5 лабораторных работ по методам исследования свойств сырья. Каждая лабораторная работа включает теоретический материал, описание методик проведения анализов и задание.

Методические указания предназначены для выполнения лабораторных работ по дисциплине «Методы исследования свойств сырья» для студентов третьего курса специальности 260501 – «Технология продуктов общественного питания».

ББК 36-1я7

© Сидоренко Г. А., 2007

© ГОУ ОГУ, 2007

Содержание

1 Лабораторная работа № 1.....	5
Сравнительная оценка методов определения влажности сырья и пищевых продуктов.....	5
2 Лабораторная работа № 2.....	9
Рефрактометрический метод определения содержания сухих веществ.....	9
3 Лабораторная работа № 3.....	12
Определение плотности жидких материалов	12
4 Лабораторная работа № 4.....	16
Поляриметрический метод определения массовой доли крахмала в сырье и пищевых продуктах.....	16
5 Лабораторная работа № 5.....	20
Колориметрический метод определения массовой доли сахаров в сырье и пищевых продуктах.....	20

1 Лабораторная работа № 1

Сравнительная оценка методов определения влажности

сырья и пищевых продуктов

Влажность является важным показателем качества сырья и пищевых продуктов, определяющим их способность сохраняться длительное время, не подвергаясь порче – закисанию, плесневению и т.д. Кроме того, влажность сырья является основным фактором, определяющим выход готовой продукции из определенного количества сырья.

Влажность сырья наиболее часто определяют методом высушивания. Имеется много модификаций этого метода, отличающихся друг от друга длительностью и температурой нагрева навески целого или измельченного образца, а также степенью его измельчения. Возможны случаи, когда продукт с чрезмерно высокой массовой долей влаги перед высушиванием подвергают предварительной подсушке. Для ускорения высушивания, а также для сушки веществ, легко разлагающихся при температуре выше 100 °С, процесс ведут при пониженном давлении, что дает возможность понизить температуру. Для вязких материалов (меласса, сахарный сироп и др.) высушивание затрудняется вследствие образования на поверхности материала твердой корочки. Для облегчения и ускорения процесса сушки в таких случаях применяют наполнители, при смешивании с которыми вязкие продукты становятся рыхлыми. В качестве наполнителей используют прокаленный кварцевый песок, ролики из фильтровальной бумаги. Все применяемые варианты должны обеспечивать возможность наиболее полного обезвоживания продукта без ощутимых потерь его сухих веществ.

Существует два основных метода определения массовой доли влаги путем высушивания: высушивание до постоянной массы и ускоренное высушивание.

Техника *определение массовой доли влаги методом высушивания до постоянной массы* заключается в следующем. В предварительно взвешенные бюксы помещают навеску измельченного вещества массой 3-5 г, взятую с погрешностью $\pm 0,002$ г и высушивают в сушильном шкафу при 100-105 °С (навески в бюксах высушивают при открытых крышках) до тех пор, пока не установится постоянная масса остатка, т.е. пока разница в массе между двумя последующими взвешиваниями будет не более 0,001 г. Первое взвешивание навески обычно проводят спустя 2-4 ч от начала сушки, а каждое последующее – через 1-2 ч в зависимости от свойств высушиваемого продукта. При взвешивании бюксы с навеской крышка должна быть закрыта. Массовую долю влаги определяют как разность массы бюксы с навеской до и после высушивания, отнесенную к массе навески до высушивания и выражают в процентах. Определения проводят в 2-3 повторностях, за окончательный результат принимают среднее арифметическое полученных значений.

Определение массовой доли влаги ускоренным методом предусматривает высушивание образцов при повышенных температурах (130-160 °С) в течение определенного времени, что упрощает и ускоряет анализ. Для каждого продукта в зависимости от физико-химических свойств подобраны свои температура и длительность высушивания. Так, например, влажность зернового сырья определяют по ГОСТ 13586.5-93 путем высушивания измельченных навесок массой 5 г в сушильном шкафу при температуре 130 °С в течение 45 мин. Навески образцов взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г. Если при открывании шкафа для помещения в него бюкс с навесками температура понизилась, то отсчет времени начинают с момента достижения температуры 130 °С (крышки бюксов должны быть открыты и подложены под дно). Высушивание заканчивают по истечении вышеуказанного времени, бюксы с навесками вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе 15-30 мин и взвешивают.

Массовую долю влаги W в процентах рассчитывают по формуле

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} 100, \quad (1.1)$$

где m_1 , m_2 – масса бюкса с навеской до и после высушивания, г;

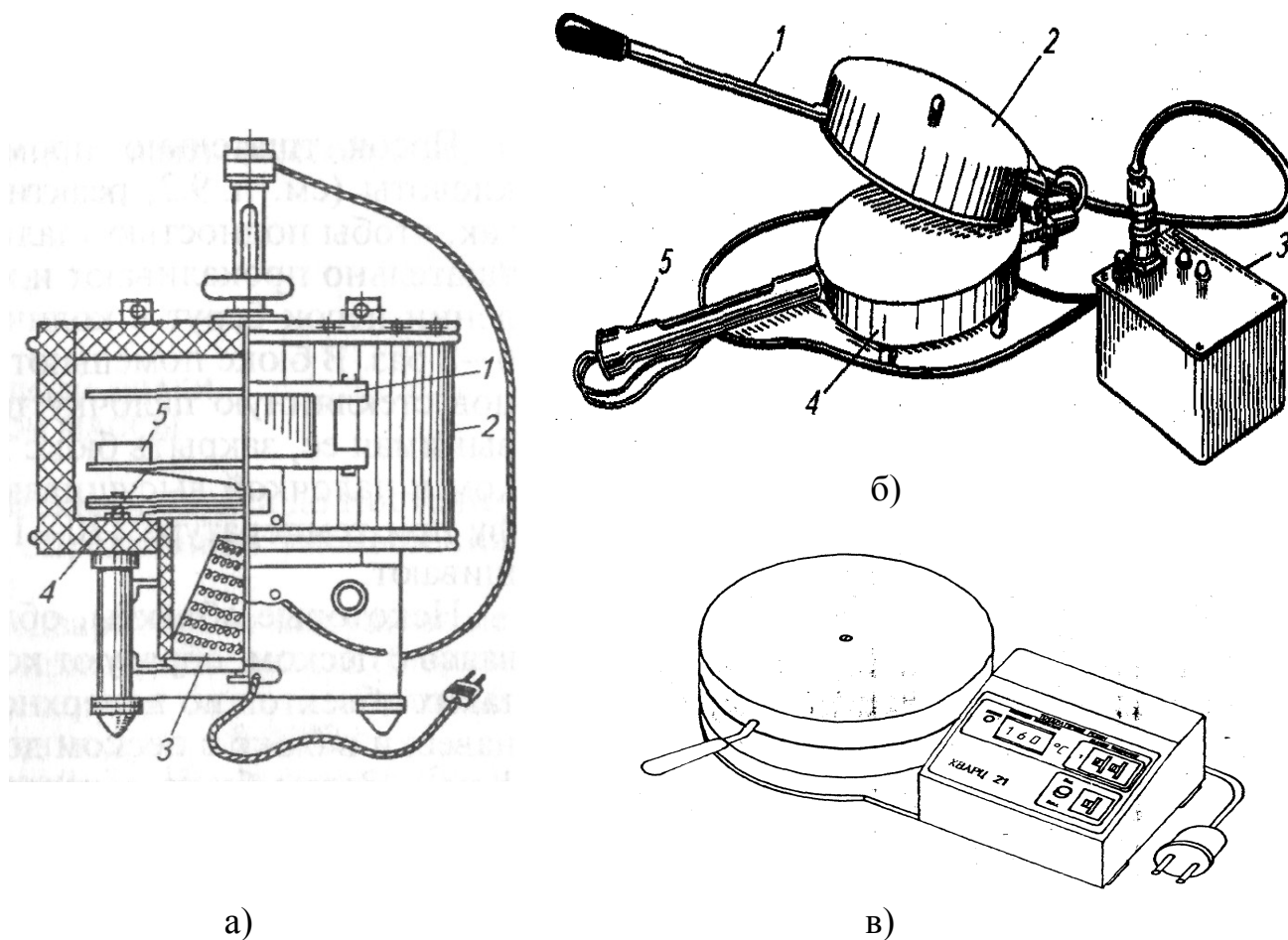
m_0 – масса бюкса, г.

Для высушивания навесок описанными способами наиболее часто используют сушильные шкафы марки СЭШ. Основной частью шкафа СЭШ (рисунок 1.1) является теплоизолированная рабочая камера, куда помещают бюксы с навесками. Камера снабжена вращающимся столом со специальными гнездами для бюкс. Шкаф рассчитан на работу в интервале температур 50-150 °С и для автоматического регулирования температуры сушки снабжен контактным термометром. Подогрев осуществляется электрическим нагревателем, шкафа марки СЭШ-3 снабжены вентилятором, подающим воздух для ускорения высушивания.

Определение массовой доли влаги экспрессным методом предусматривают быстрое удаление влаги из исследуемого образца. Существуют различные виды приборов с быстрым высушиванием анализируемых образцов, например, в инфракрасных лучах.

К данной группе приборов относятся представленные на рисунке 1.1 приборы ВЧ (конструкции К. Н. Чижовой) и Кварц-21, в которых высушивание навески осуществляется между двумя нагретыми плитами (зазор между плитами составляет 2 мм). Навески высушивают в пакетах, например, из фильтровальной бумаги треугольной или прямоугольной формы, для этого лист бумаги складывают по диагонали или посередине и загибают открытые края (примерно на 1,5 см). Приготовленные пакетики предварительно сушат на приборе при температуре, установленной для высушивания материалов, в течение 3 мин, и после охлаждения в эксикаторе взвешивают с точностью $\pm 0,01$ г. В подготовленные таким образом пакеты взвешивают навеску продукта, по возможности равномерно распределив ее внутри пакета. Пакеты

закрывают и помещают в прибор. Температуру и продолжительность высушивания устанавливают в зависимости от влажности и свойств материала. Так, например, при температуре 160 °С муку сушат 3 мин, тесто – 5 мин, прессованные дрожжи – 7 мин. По окончании высушивания пакеты с исследуемым материалом охлаждают 3-5 мин в эксикаторе и взвешивают. Массовую долю влаги рассчитывают аналогично описанным выше методам.



а) Сушильный шкаф СЭШ: 1 – дверца, 2 – корпус, 3 – нагревательный элемент, 4 – поворотный стол, 5 – бокс с навеской;

б) прибор ВЧ (конструкции К. Н. Чижовой) для определения влажности: 1 – рукоятка, 2 – верхняя плита, 3 – блок управления, 4 – нижняя плита, 5 – электроконтактный термометр;

в) прибор для определения влажности «Кварц-21»

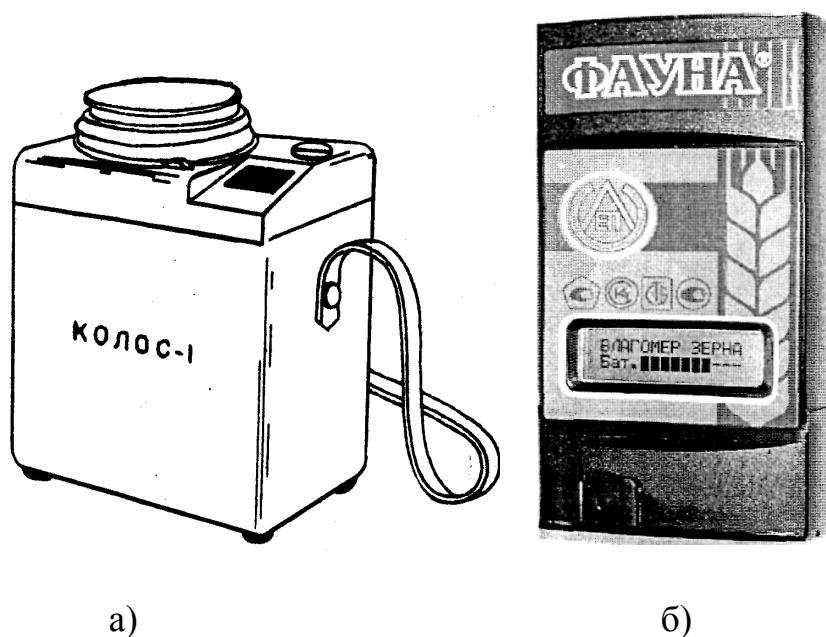
Рисунок 1.1 – Приборы для определения влажности

Для экспрессного определения влажности зернового сырья разработаны различные конструкции влагомеров, которые можно использовать в полевых условиях. Так например, в представленном на рисунке 1.2 влагомере «Колос»

используется диэлькометрический метод измерения влажности. В приборе использована зависимость диэлектрической проницаемости зерна от его влажности.

Влагомер «Колос» состоит из измерительного преобразователя с бункером, заключенных в кожух и снабжен засыпным стаканом. Бункер выполнен в виде двух цилиндрических концентрических электродов, закрепленных на основании из диэлектрика. Центральный электрод в верхней части имеет конусную насадку для равномерного распределения зерна в бункере между электродами. Бункер является подвижной частью весового устройства. Бункер под действием массы засыпаемого зерна двигается вниз и в момент, когда масса навески окажется равной (202 ± 2) г замыкает нажимным бруском нижний и верхний контакты и включает электропитание влагомера. На цифровом индикаторе при этом появляется результат измерения в относительных единицах. Через несколько секунд (22-30 с) на индикаторе появиться второе значение - с поправкой на температуру 20°C . Перевод единиц прибора в значения влажности в процентах осуществляется по таблице, прилагаемой к влагомеру. Для удобства переноски влагомер снабжен ремнем (укрепленным на кожухе) и крышкой (на крышке имеется градуировочная таблица для перевода показаний влагомера в проценты влажности зерна). На панели преобразователя имеется стопорное устройство, которое обеспечивает стопорение подвижной части весового устройства в верхнем положении, и полость для установки батарей питания, закрытая резьбовой крышкой.

На рисунке 1.2 представлена еще одна модификация прибора для определения влажности зернового сырья, основанного на измерении его диэлектрических характеристик – влагомер «Фауна».



а) влагомер зерна «Колос-1»; б) влагомер «Фауна»
Рисунок 1.2 – Влагомеры зерна

Задание

Подготовить шесть образцов зернового сырья (массой 200 г), увлажняя исходное сырье соответственно на 0; 1,5; 3; 4,5; 6; 7,5 %. Определить влажность всех подготовленных образцов зерна путем высушивания в сушильном шкафу при температуре 130 °С и диэлькометрическим методом. Определить влажность первого и шестого образцов зерна на приборе Чижовой при температуре 160 °С, причем влажность каждого образца определять три раза (каждый раз в двух повторностях) соответственно при продолжительности высушивания 5, 10 и 20 минут. Выбрать продолжительность высушивания, при которой результаты определения влажности на приборе Чижовой наиболее близки к результатам определения влажности путем высушивания в сушильном шкафу. При выбранной продолжительности высушивания определить влажность оставшихся образцов зернового сырья на приборе Чижовой. Начертить кривые перевода влажностей, полученных на приборе Чижовой и диэлькометрическим методом во влажности, полученные путем высушивания в сушильном шкафу. Определить влажность контрольного образца (выданного преподавателем) всеми тремя методами, перевести влажности, полученные на приборе Чижовой и диэлькометрическим методом во влажности, полученные путем высушивания в сушильном шкафу (по кривым перевода). Сравнить между собой влажности, полученные по кривым с влажностью, полученной путем прямого высушивания в сушильном шкафу. Результаты оформить в виде таблиц и графиков. Сделать выводы.

2 Лабораторная работа № 2

Рефрактометрический метод определения содержания сухих

веществ

Метод определения массовой доли сухих веществ с помощью рефрактометра отличается высокой точностью и технической простотой и введен стандартами при анализе патоки, меда, плодово-ягодных полуфабрикатов и т.п. Он используется также для определения массовой доли сахара и жира в некоторых продуктах.

Сущность метода заключается в следующем. Если луч света переходит из одной среды в другую и оптическая плотность этих сред различна, то он частично отражается от поверхности раздела, а частично переходит во вторую среду изменяя при этом свое первоначальное направление, т.е. преломляется. Показателем (коэффициентом) преломления называется отношение синусов угла падения и угла преломления

Конструкция большинства рефрактометров, применяемых в пищевой промышленности для определения показателей преломления жидкостей, основана на измерении предельного угла преломления. Основная деталь таких

приборов - призма с точно известным показателем преломления, на которую наносят испытуемые жидкости и растворы.

Коэффициент преломления является одной из характерных констант вещества. Он зависит от природы вещества, а также от длины волны падающего света и температуры окружающего воздуха. Коэффициент преломления при прочих равных условиях зависит от концентрации раствора: чем выше концентрация раствора, тем больше значение коэффициента преломления. Таким образом, по показателю преломления можно определить массовую долю веществ в растворе. Такая зависимость не для всех веществ строго одинакова. Для сахарных растворов существует зависимость между показателем преломления и количеством растворенного сахара. Показатель преломления других веществ, присутствующих в растворе наряду с сахарозой, часто приравнивается к показателю преломления сахарозы, таким образом, определяется общее содержание сухих веществ в исследуемом растворе. Если же основным веществом в растворе является не сахароза, а какое-либо другое вещество, необходимо учесть разницу между показателем преломления рефрактометра и содержанием сухих веществ подобного раствора, которое определено каким-либо другим методом (при помощи пикнометра, сушкой).

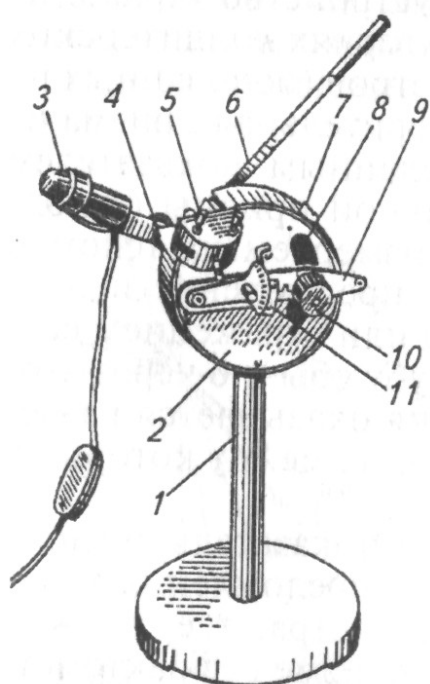
Для определения коэффициентов преломления и содержания сухих веществ широко используют рефрактометры РПЛ-3 – пищевой лабораторный, УРЛ – универсальный, ИРФ 454Б2М – лабораторный (представленные на рисунке 2.1) и др.

При работе на рефрактометре РПЛ-3 лампочку устанавливают так, чтобы свет был направлен на призмы для неокрашенных или слегка окрашенных жидкостей в верхнее окно. В случае использования темноокрашенных жидкостей верхнее окно закрывают ширмой и свет направляют в нижнее окно, из которого вынимают пробку. Окуляр устанавливают на фокус по глазам оператора, вращая головку окуляра до тех пор, пока изображение шкалы и визирной линии не станет четким.

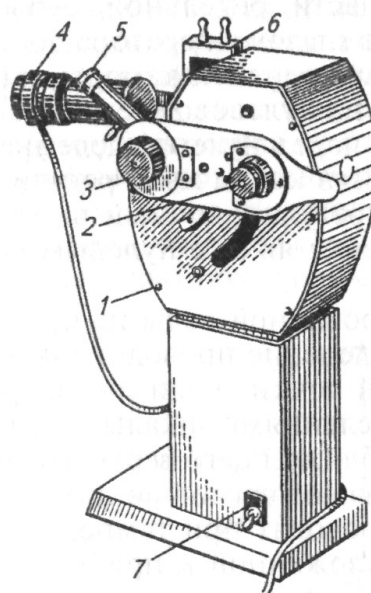
Определению предшествует проверка правильности показаний рефрактометра по дистиллированной воде. Для этого открывают верхнюю призму, укрепленную на шарнире. На нижнюю наносят оплавленной стеклянной палочкой две капли дистиллированной воды (призмы при этом не касаются), затем верхнюю призму закрывают. Рукоятку с окуляром передвигают до совмещения визирной линии (три пунктирных штриха) с границей темного и светлого полей. Если на границе светлого и темного полей будет заметна радужная полоса, то ее убирают при помощи рычажка компенсатора. Рефрактометр считается установленным, если граница светлого и темного полей находится напротив показателя преломления, равного 1,333, который соответствует содержанию сухих веществ 0,0 %. Если же будет отклонение, то с помощью специального торцевого ключа, прилагаемого к рефрактометру, это исправляют.

После проверки правильности показаний рефрактометра призмы тщательно промывают и протирают досуха чистой хлопчатобумажной тканью, марлей или ватой. На нижнюю призму наносят две капли испытуемой

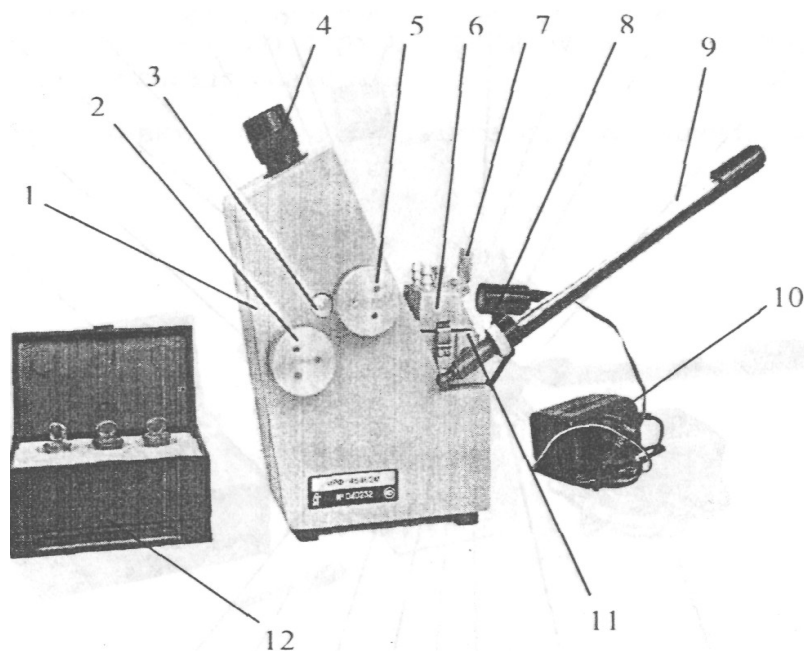
жидкости, соединяют призмы, передвигают рычаг с окуляром до совмещения визира с границей темного и светлого полей и отсчитывают по шкале



а)



б)



в)

а) рефрактометр РПЛ-3: 1- штатив, 2 – корпус, 3 – осветитель, 4 – нижняя призма, 5 – верхняя призма, 6 – термометр, 7 – пробка для торцевого ключа, 8 – шкала, 9 – рукоятка, 10 – окуляр, 11 – дисперсионный компенсатор; **б) рефрактометр УРЛ:** 1 – корпус, 2 - окуляр, 3 - дисперсионный компенсатор, 4 – осветитель, 5 – термометр, 6 - верхняя призма, 7 – выключатель; **в) рефрактометр ИРФ 454Б2М:** 1 - корпус, 2 - маховик перемещения границы света-тени, 3 - заглушка для торцевого ключа, 4 – окуляр, 5 - маховик дисперсионного компенсатора, 6 -

осветительная призма, 7 – заслонка, 8 – осветитель, 9 – термометр, 10 - блок питания, 11 -оправа измерительной призмы; 12-упаковка для хранения принадлежностей

Рисунок 2.1 – Внешний вид рефрактометров

показатель преломления или содержание сухих веществ, отметив температуру, которая должна находиться в интервале от 10 до 30 °С, по термометру, укрепленному на рефрактометре.

Для приведения показаний рефрактометра к температуре 20 °С пользуются таблицей температурных поправок, прилагаемой к прибору.

Многие конструктивные элементы рефрактометров УРФ и ИРФ 454Б2М, так же как и оптическая схема, незначительно отличаются от соответствующих элементов и их схем рефрактометра РПЛ-3, поэтому работа на них осуществляется так же, как и в рефрактометре РПЛ-3.

Задание

Приготовить водные растворы различных веществ (выданных преподавателем) 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21 %-ной концентрации. В анализируемых продуктах определить влажность (высушиванием в сушильном шкафу до постоянной массы). В приготовленных растворах определить содержание сухих веществ на рефрактометре. Все определения проводить при температуре 20 °С.

Уточненное содержание сухих веществ в растворах анализируемых продуктов C_y в процентах пересчитать с учетом влажности этих продуктов по формуле

$$C_y = \frac{C \cdot (100 - W)}{100}, \quad (2.1)$$

где C – концентрация приготовленных растворов продуктов, %;

W – влажность продуктов, %.

Данные уточненной концентрации и показания сухих веществ по рефрактометру для каждого продукта занести в таблицу, сравнить. Сделать вывод о влиянии природы вещества на измерение содержания сухих веществ рефрактометрическим методом.

3 Лабораторная работа № 3

Определение плотности жидких материалов

Плотность жидкости является одной из основных физических величин (параметров), характеризующих ее свойства, а в ряде случаев и состав. Измерение плотности играет существенную роль как при проведении исследовательских работ, так и при осуществлении контроля за ходом технологических процессов и их автоматизации практически во всех отраслях пищевой промышленности, особенно в сахарной, кондитерской, спиртовой,

винодельческой, пивобезалкогольной и др. При этом осуществляется измерение плотности самых разнообразных жидких продуктов гомогенных и гетерогенных, агрессивных и нейтральных, чистых и включающих различные взвешенные частицы, кристаллы, пузырьки газов.

Весьма существенна роль измерения плотности при организации системы учета продуктов по массе при их приемке, хранении и отпуске, когда масса вещества не может быть измерена непосредственным взвешиванием и определяется по результатам измерения объема и плотности.

Плотностью называется масса вещества, заключенная в единице объема, т.е.

$$\rho = \frac{m}{V}, \quad (3.1)$$

где ρ - плотность однородного вещества или средняя плотность неоднородного вещества, кг/м³;

m - масса вещества, кг;

V - объем вещества, м³.

Если в процессе измерений меняется температура жидкости, то результаты измерений приводятся к нормальной температуре по формуле:

$$\rho_{t_0} = \rho_t \cdot (1 + \beta \cdot (t - t_0)), \quad (3.2)$$

где ρ_t и ρ_{t_0} - плотности соответственно при фактической температуре t во время определения и температуре $t_0=20$ °С, кг/м³;

β - температурной коэффициент объемного расширения.

Известно множество приборов для определения плотности жидкостей, основанных на различных принципах измерений, охватывающих широкий диапазон и обеспечивающих высокую точность измерения. По принципу действия плотномеры, применяемые для контроля различных жидкостей подразделяются на механические, радиоизотопные и акустические. Известны также приборы, основанные на использовании оптических, тепловых, гидродинамических свойств жидкостей, однако они не получили широкого распространения в пищевой промышленности.

К простейшим приборам, применяемым для измерения плотности наиболее часто применяемым в лабораторной практике относятся ареометры и пикнометры. Для более точного определения плотности, жидкость зачастую подвергают предварительному воздействию (вакуумированию, центрифугированию и т.д.) с целью удаления из нее воздушных включений. Одним из оптических приборов, с помощью которого можно определять плотность косвенным методом является рефрактометр.

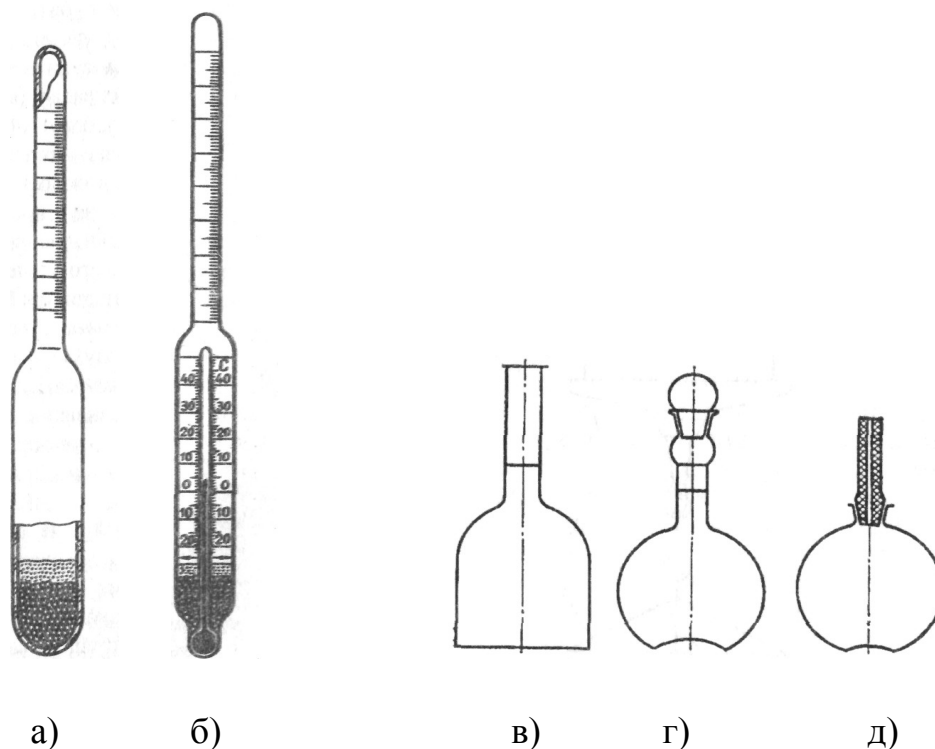
Наиболее часто для лабораторного определения плотности жидкости применяется два метода: ареометрический и пикнометрический.

Ареометр – прибор для измерения плотности, представляет собой полый запаянный цилиндрический сосуд с узкой трубкой сверху, снабженной

градуированной шкалой. На дне ареометра находится балласт (дробь), масса которого рассчитана для измерения плотности в заданном диапазоне. Выпускаются также ареометры, со встроенными термометрами для контроля температуры анализируемого вещества (рисунок 3.1).

При измерении плотности жидкости ее наливают в цилиндр, внутренний диаметр которого больше диаметра корпуса ареометра не менее чем в двое, а высота несколько превышает длину ареометра. Уровень жидкости должен быть на несколько сантиметров ниже верхнего края цилиндра. Жидкость тщательно перемешивают. Чистый сухой ареометр погружают осторожно в жидкость, держа за верхний конец. Ареометр отпускают когда станет ясно, что он плавает в жидкости. При определении ареометр не должен касаться стенок и дна цилиндра. Через 2-3 мин, когда ареометр придет в равновесное состояние и его температура уравнивается с температурой анализируемой жидкости, снимают показания плотности по шкале ареометра.

Пикнометр – специальная колба точно известной вместимости, которая служит для определения плотности веществ. Существует много разновидностей пикнометров, отличающихся формой, объемом, закрываемые притертой пробкой или пробкой с капилляром (рисунок 3.1).



а) ареометр, б) ареометр со встроенным термометром,
в) пикнометр с длинной шейкой, г) пикнометр с притертой пробкой, д) пикнометр с капилляром

Рисунок 3.1 – Ареометры и пикнометры

При определении плотности пикнометрическим методом следует особое внимание уделять чистоте пикнометров. Перед определением чистый пикнометр помещают на 15 мин рядом с аналитическими весами, затем взвешивают 3-5 раз с точностью до четвертого десятичного знака и подсчитывают среднее арифметическое значение массы пустого пикнометра. Пикнометр заполняют исследуемой жидкостью до метки, терперируют при температуре 20 °С не менее 30 мин, устанавливают уровень жидкости точно по метке (с помощью свернутой в трубочку фильтровальной бумаги) и взвешивают. Плотность анализируемого вещества находят как отношение массы вещества к занимаемому им объему.

Задание

Изучить литературные источники, содержащие описание ареометрического и пикнометрического методов определения плотности. Определить плотности предлагаемых преподавателем гомогенных жидкостей ареометрическим и пикнометрическим методами при температуре жидкости равной 20 °С. Изменяя температуру жидкости от 20 до 100 °С определять плотности предложенных жидкостей ареометрическим и пикнометрическим методами. Проанализировав результаты определить температурный коэффициент объемного расширения для исследованных жидкостей. Все определенные ранее плотности перевести в плотность, определяемую при температуре 20 °С.

Определить пикнометрическим методом среднюю плотность гетерогенной жидкости предложенной преподавателем. Плотность жидкой фазы определить пикнометрическим методом. Плотность твердой фазы определить как отношение массы определенного количества твердой фазы к ее объему. Рассчитать средневзвешенную плотность жидкости.

Подготовить ряд жидкостей различной концентрации (например, 10, 20, 30, 40, 50 и 60 %-ные раствор сахарозы), определить их плотность ареометрическим методом и содержание сухих веществ в них при помощи рефрактометра. Построить калибровочную кривую перевода плотности (определенной ареометром) в содержание сухих веществ (определенное рефрактометром). Определить плотность контрольного раствора по калибровочной кривой (по значению содержания сухих веществ, определенное при помощи рефрактометра) и ареометрическим методом. Сделать вывод о возможности использования полученной калибровочной кривой для определения плотности исследуемого продукта по содержанию сухих веществ, определяемому при помощи рефрактометра. Расчеты оформить в виде таблиц и графиков. Сделать выводы.

4 Лабораторная работа № 4

Поляриметрический метод определения массовой доли

крахмала в сырье и пищевых продуктах

Одним из составных компонентов сырья пищевых производств и продуктов питания является крахмал.

Крахмал на 96,1-97,7 % состоит из полисахаридов, образующих при кислотном гидролизе глюкозу. Поэтому существующие методы количественного определения крахмала основываются на использовании различных свойств глюкозы: ее редуцирующей способности, оптической активности и др.

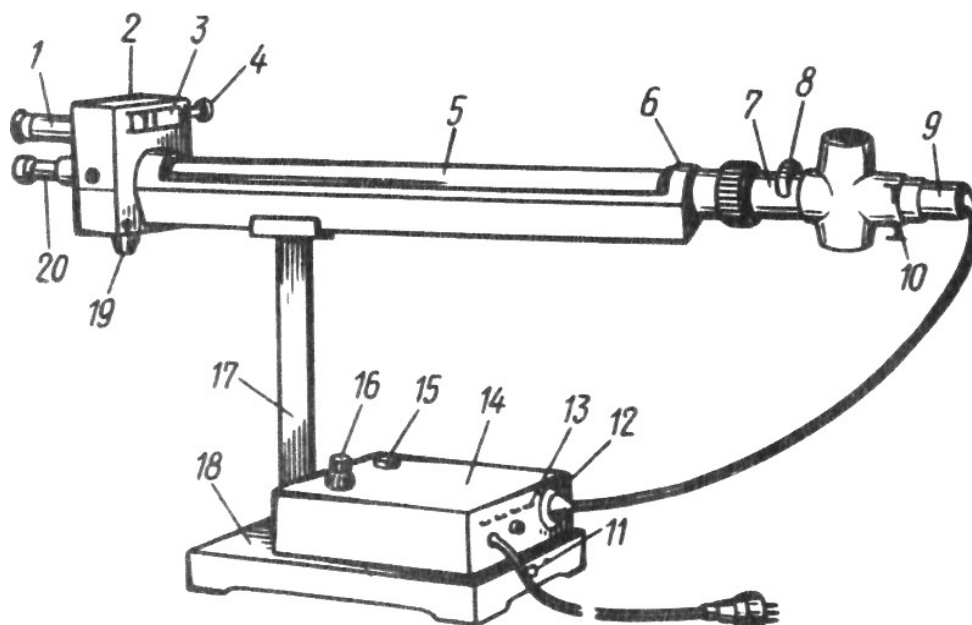
Из наиболее распространенных методов определения массовой доли крахмала следует назвать поляриметрический, колориметрический и гравиметрический.

Для определения содержания крахмала этими методами необходимо предварительно перевести его в растворимое состояние и гидролизовать, что достигается обработкой исследуемого объекта либо соляной кислотой (методы Эверса, Линтнера, Архиповича), либо хлоридом кальция. С целью удаления сопутствующих веществ, мешающих определению (в основном белков), и осветления гидролизата раствор обрабатывают реактивом-осадителем: фосфорно-вольфрамовой, пикриловой кислотами или молибдатом аммония или реактивом Карреза. Прозрачный раствор поляриметрируют.

Поляриметрический метод физико-химического анализа основан на измерении вращения плоскости поляризации оптически активными веществами. Для измерения оптической активности веществ используют поляриметры. В поляриметре свет от источника проходит через поляризатор, поляриметрическую трубку с анализируемым веществом, поворачивающим плоскость поляризованного луча, далее в анализатор с устройством, фиксирующим значение поворота плоскости поляризованного луча, и попадает в зрительную трубу. Наибольшее распространение получили так называемые «полутеневые» поляриметры, в которых после основного поляризатора ставят еще один, занимающий половину зрения и несколько повернутый относительно первого поляризатора. Малейшее отклонение анализатора при таком устройстве поляризатора создает неравенство освещенности двух половинок поля зрения и может быть замечено и исправлено оператором. В приборе оператор видит три возможных положения поля зрения: когда правая половина темнее левой, когда левая половина темнее правой и когда обе половины имеют одинаковую освещенность. Третье положение соответствует полной компенсации анализатором поворота плоскости поляризованного луча в исследуемом веществе (растворе), поэтому при таком положении отсчитывают показания со шкалы прибора. Результат определения угла поворота плоскости

поляризации на поляриметрах получают в круговых градусах. Для перехода от круговых градусов к концентрации исследуемого раствора или массе определяемого компонента необходимы дополнительные расчеты.

В пищевой промышленности применяют специальные более удобные поляриметры типа СУ, в которых применена международная сахарная шкала, 100°S этой шкалы соответствуют $34,62^{\circ}$ угловым, эти приборы называют сахариметры (рисунок 4.1). В сахариметрах для компенсации поворота плоскости поляризованного луча исследуемым раствором в качестве анализатора используют специальные кварцевые клинья. Конструкция сахариметра дает возможность использовать не монохроматический свет натриевой лампы, а свет от обычных источников (электрической лампочки).



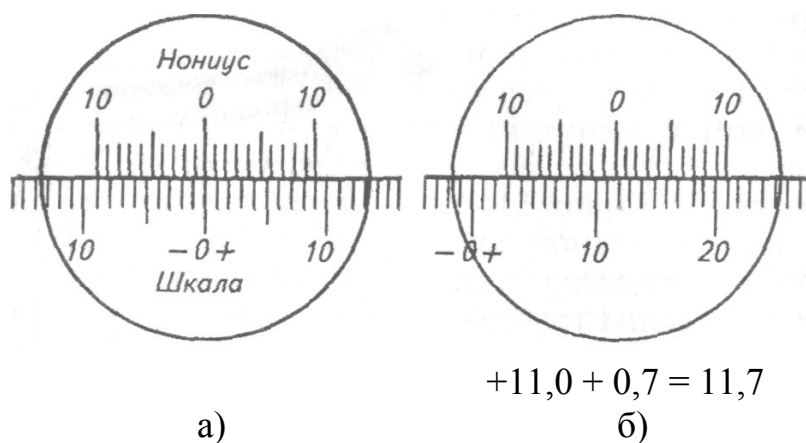
1 – окуляр шкалы нониуса, 2 – измерительная головка, 3 – винт механизма установки нониуса, 4 – съемный ключ для винта механизма установки нониуса, 5 – кюветное отделение, 6 – траверса, 7 – оправка с поляризатором и полутенева пластиной, 8 – поворотная обойма со светофильтром и диафрагмой, 9 – осветительный узел, 10 – винт для установки патрона с лампой, 11 – винт заземления, 12 – разъем для подключения осветителя к трансформатору, 13 – предохранитель, 14 – блок питания, 15 – кнопка включения осветителя, 16 – ручка резистора для регулирования яркости поля зрения, 17 – стойка, 18 – основание, 19 – рукоятка клинового компенсатора, 20 – окуляр анализатора.

Рисунок 4.1 – Конструкция сахариметра СУ-4

Для подготовки к работе сахариметр устанавливают так, чтобы окно находилось за спиной оператора. После включения осветителя устанавливают окуляры шкалы нониуса и анализатора по глазу оператора (вращая оправы окуляров). Затем проверяют установку прибора на нуль. При этом крышку кюветного отделения закрывают без установки в него кюветы. Вращением

рукоятки клинового компенсатора уравнивают яркость полей сравнения и производят отсчет. При правильной регулировке в этом положении нулевое деление шкалы должно совпасть с нулевым делением нониуса (рисунок 4.2, а). При отсутствии совмещения нониус перемещают установочным ключом.

Для проведения определения с одной стороны поляриметрической трубки вывинчивают гайку и снимают покровное стекло. Трубку ополаскивают и заполняют исследуемым раствором. При этом должен образоваться выпуклый мениск. Покровное стекло тщательно вытирают и закрывают им трубку. Проверяют нет ли в трубке пузырька воздуха и закручивают гайку. Трубку с раствором помещают в камеру, вращением ручки клинового компенсатора добиваются полного уравнивания обеих половинок поля зрения и снимают со шкалы показания прибора. На рисунке 4.2, б показано положение нониуса при показании прибора $11,7^{\circ}$.



а) – $0,0^{\circ}$; б) – $11,7^{\circ}$

Рисунок 4.2 – Отсчетная шкала сахариметра с нониусом

Техника определения содержания крахмала поляриметрическим методом Эверса заключается в следующем: в сухую мерную колбу вместимостью 100 мл вносят 25 мл 0,31 н раствора соляной кислоты и добавляют через воронку при постоянном перемешивании измельченную навеску исследуемого продукта массой 5 г. Когда материал будет полностью суспензирован, промывают воронку и горлышко колбы новой порцией (25 мл) той же кислоты. Колбу при постоянном перемешивании опускают в кипящую водяную баню и взбалтывают в течение 3 минут. Нагрев на бане продолжают еще 12 мин. По истечении 15 мин с момента погружения колбы в баню ее вынимают, вливают цилиндром 40 мл холодной дистиллированной воды и быстро охлаждают под краном до 20°C .

Для осаждения белков и осветления раствора в колбу приливают цилиндром реактивы – осадители – по 2 мл реактива Карреза I и реактива Карреза II. Через 5 минут содержимое колбы доводят дистиллированной водой

до метки, взбалтывают и фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата (до 10 мл) не используют.

Прозрачным фильтратом с температурой 20 °С наполняют поляризационную трубку длиной 200 мм и измеряют угол вращения плоскости поляризации на сахариметре.

Параллельно проводят контрольный опыт для внесения поправки на оптически активные водорастворимые вещества, не осаждаемые реактивами – осадителями и находящиеся в растворе.

Контрольный опыт: отвешивают 5 г измельченного исследуемого продукта, переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют цилиндром 70 мл воды и взбалтывают в течение 15 минут. Затем смывают горлышко колбы 10 мл дистиллированной водой, осветляют реактивом осадителем, используемым в основном опыте. Взбалтывают в течение 5 минут, доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют. Отбирают пипеткой 50 мл фильтрата, переносят в мерную колбу на 100 мл, добавляют 2 мл 25% - ной соляной кислоты, выдерживают 15 минут на кипящей водяной бане, охлаждают до 20 °С и поляризуют в трубке длиной 2 дм на сахариметре.

Содержание крахмала С в процентах на сухое вещество рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{(\alpha_{on} - \alpha_k) \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{[\alpha]_D^{20} \cdot m \cdot l \cdot (100 - W)}, \quad (4.1)$$

где α_{on} – величина угла поворота плоскости поляризации, полученная оптически активными веществами в основном опыте, град сахариметра;

α_k – величина угла поворота плоскости поляризации, осуществляемая водорастворимыми оптически активными веществами (не крахмалом) в контрольном опыте, град. сахариметра;

m – масса продукта, взятого для анализа, г;

l – длина поляризационной трубки, мм;

$[\alpha]_D^{20}$ – удельная вращательная способность крахмала исследуемого продукта, град.

W – массовая доля влаги в исследуемом продукте, %.

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

$$C = \frac{(\alpha_{on} - \alpha_k) \cdot F \cdot 100}{100 - W}, \quad (4.2)$$

где F – коэффициент Эверса, равный $100/[\alpha]_D^{20}$. В таблице 4.1 даны величины удельной вращательной способности $[\alpha]_D^{20}$ и коэффициента Эверса (F) для основных видов крахмала.

Таблица 4.1

Крахмал	$[\alpha]_D^{20}$	F
Рисовый	185,9	1,886
Пшеничный	182,7	1,898
Кукурузный	184,6	1,879
Картофельный	194,5	1,775
Ржаной	184,0	1,885
Ячменный	181,5	1,912
овсяный	181,3	1,914

Задание

Изучить литературные источники описания устройства и принципа действия поляриметра. В выданных образцах сырья и пищевых продуктов определить массовую долю крахмала.

5 Лабораторная работа № 5

Колориметрический метод определения массовой доли

сахаров в сырье и пищевых продуктах

Одним из компонентов сырья и пищевых продуктов являются сахара. Часто при оценке сырья и продуктов питания (особенно в кондитерском производстве) сахара делят на сахарозу и редуцирующие вещества (глюкоза, фруктоза, мальтоза, лактоза и др.) Определение содержания каждого из такого разнообразия видов сахаров представляет значительные трудности и обычно на практике не применяется. Для практических целей достаточно ограничиться определением двух условных показателей – «массовая доля редуцирующих веществ» и «массовая доля общего сахара».

Редуцирующими веществами (сахарами), или сахаром до инверсии, называют сумму всех сахаров (глюкоза, фруктоза, мальтоза, лактоза), восстанавливающих щелочной раствор меди или других поливалентных металлов. Реакция восстановления обусловлена наличием в этих сахарах альдегидных и кетонных (карбонильных) групп. Сахароза не содержит свободных карбонильных групп и поэтому не является редуцирующим сахаром.

Общим сахаром, или сахаром после инверсии, называют сумму всех сахаров, восстанавливающих щелочной раствор меди или других

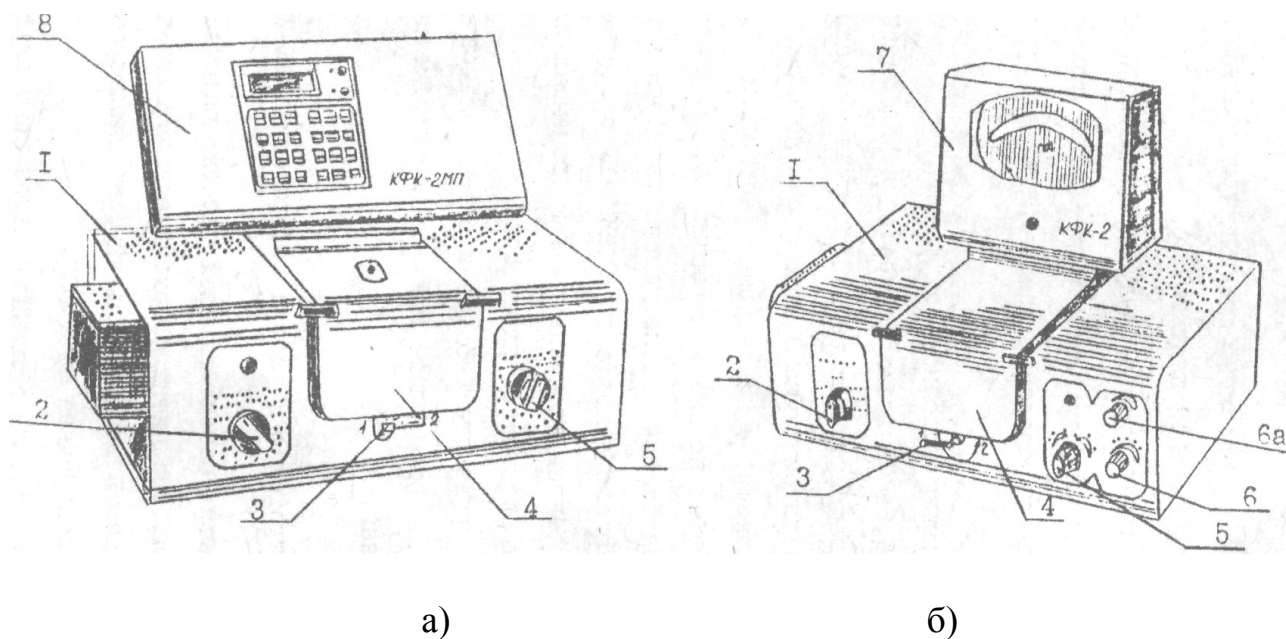
поливалентных металлов, получающихся после обработки в определенных условиях кислотой раствора, содержащего редуцирующие сахара и сахарозу.

Содержание редуцирующих веществ (РВ) можно определять различными методами: йодометрическим, перманганатным, феррицианидным и фотоэлектроколориметрическим.

Фотоэлектроколориметрический метод определения РВ со щелочным раствором феррицианида основан на взаимодействии редуцирующих сахаров, находящихся в растворе, с ионами железа (III), взятых в избытке. Феррицианид при этом в щелочной среде восстанавливается в ферроцианид. Интенсивность поглощения раствором феррицианида при длине волны 440 нм значительно превышает поглощение раствором ферроцианида, что позволяет по изменению оптической плотности определить количество редуцирующих веществ, прореагировавших с феррицианидом.

Принцип действия колориметров основан на поочередном измерении светового потока, прошедшего через растворитель или контрольный раствор (например, дистиллированная вода), по отношению к которому производится измерение, и светового потока, прошедшего через исследуемый раствор

В лабораторной практике часто используются колориметры КФК-2 и КФК-2МП, внешний вид которых представлен на рисунке 5.1.



а) колориметр КФК-2МП, б) колориметр КФК-2,
1 – оптический блок, 2 – установка светофильтров, 3 – переключение кювет, 4 – крышка кюветного отделения, 5 - включение фотоприемников «Чувствительность», 6 – установка «100 грубо», 6а – установка «точно», 7 – микроамперметр, 8 – вычислительный блок

Рисунок 5.1 – Общий вид колориметров КФК-2МП и КФК-2

Порядок работы на колориметре КФК-2

Порядок подготовки колориметра КФК-2 следующий:

- 1) колориметр включают в электрическую сеть за 15 мин до начала работы. Во время прогрева кюветное отделение должно быть открыто (при этом шторка фотоприемника перекрывает световой поток);
- 2) устанавливают необходимый для измерения цветовой светофильтр поворотом ручки 2;
- 3) при измерении светофильтрами 315, 364, 400, 440, 490, 540 нм, отмеченными на лицевой панели колориметра черным цветом, ручка 5 «Чувствительность» устанавливается в одно из положений «1», «2», «3», отмеченных на панели также черным цветом;
при измерении светофильтрами 590, 670, 750, 870, 980 нм, отмеченными на лицевой панели колориметра красным цветом, ручка 5 «Чувствительность» устанавливается в одно из положений «1», «2», «3», отмеченных на панели также красным цветом;
- 4) устанавливают минимальную чувствительность колориметра. Для этого ручку 5 «Чувствительность» устанавливают в положение «1», ручку 6 «Установка 100 грубо» - в крайне левое положение;
- 5) перед измерениями и при переключении светофильтров проверяют установку стрелки колориметра на «0» по шкале коэффициентов пропускания «Т» при открытом кюветном отделении. При смещении стрелки от нулевого положения, ее подводят к нулю с помощью потенциометра «Нуль», расположенного с правой стороны прибора.

Измерения коэффициентов пропускания на колориметре КФК-2 проводят в следующей последовательности:

- 1) в кюветное отделение помещают кювету с контрольным раствором, так, чтобы через нее проходил световой пучок, и в соседний отсек помещают кювету с анализируемым раствором;
- 2) закрывают крышку кюветного отделения 4;
- 3) ручками 5 «Чувствительность», 6 «Установка 100 грубо», 6а «Точно» устанавливают стрелку на отсчет «100» по шкале колориметра. Если установить стрелку не удастся, переключают ручку 5 на повышенную чувствительность на «2» или «3» и еще раз проверяют отсчеты на «0» и «100»;
- 4) поворотом ручки 3 кювету с контрольным раствором заменяют кюветой с исследуемым раствором и производят отсчет по шкале прибора;
- 5) открывают крышку прибора 4, заменяют в кювете исследуемый раствор и вновь производят измерение 3-5 раз. Результатом измерений считают среднее значение этих отсчетов.

Порядок работы на колориметре КФК-2МП

Порядок подготовки колориметра КФК-2МП следующий:

- 1) колориметр включают в электрическую сеть, открывают кюветное отделение и включают тумблер «Сеть», при этом должна загореться сигнальная лампочка (на цифровом табло могут появиться различные символы);
- 2) нажимают клавишу «Пуск» - на цифровом табло появляется мигающая запятая и горит индикатор «Р» (режим работы). Если запятая не появится – повторно нажать клавишу «Пуск»;
- 3) выдерживают колориметр во включенном состоянии в течение 15 мин при открытой крышке кюветного отделения;
- 4) производят измерение «нулевого отсчета» при помощи клавиши «Ш(о)». Перед измерением «нулевого отсчета» крышку кюветного отделения открывают. По истечении 5 с нажимают клавишу «Ш(о)». На цифровом табло справа от мигающей запятой высвечивается значение «По», а слева – символ «0». Значение «По» должно быть не менее 0,001 и не более 1,000. Если отсчет «По» не укладывается в указанные пределы, добиться нужного значения необходимо с помощью потенциометра «Нуль», доступ к которому осуществляется через отверстие в правой стенке колориметрического блока. Установку значения «нулевого отсчета» производят для каждого светофильтра.

Измерения коэффициентов пропускания на колориметре КФК-2МП проводят в следующей последовательности:

- 1) в кюветное отделение устанавливают кюветы с контрольным и исследуемым раствором (кювету с контрольным раствором устанавливают в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором – в ближнее гнездо);
- 2) Ручкой 2 устанавливают необходимый светофильтр, ручкой 5 – нужный фотоприемник. При измерении со светофильтрами 315, 364, 400, 440, 490, 540 нм ручку 5 «Фотоприемник» устанавливают в положение «315-540». При измерении со светофильтрами 590, 670, 750, 870, 980 нм ручку 5 «Фотоприемник» устанавливают в положение «590-980»;
- 3) ручку 3 устанавливают в положение «1» (в световой пучок вводится кювета с контрольным раствором);
- 4) закрывают крышку кюветного отделения, нажимают клавишу «К(1)». На цифровом табло слева от мигающей запятой загорается символ «1»;
- 5) ручку 3 устанавливают в положение «2» (в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором);
- 6) нажимают клавишу «Д(5)». На цифровом табло слева от мигающей запятой появляется символ «5», означающий, что произошло измерение оптической плотности. Отсчет на цифровом табло справа от мигающей запятой соответствует оптической плотности исследуемого раствора;

- 7) заменяют в кювете исследуемый раствор и вновь производят измерение оптической плотности 3-5 раз. Результатом измерений считают среднее значение этих отсчетов.

Определение массовой доли редуцирующих веществ фотоэлектроденситометрическим методом

Техника определения РВ данным методом заключается в следующем. Первоначально строят калибровочный график. Для этого готовят стандартный раствор глюкозы путем растворения 1,6 г безводной глюкозы в мерной колбе вместимостью 1000 мл. После растворения навески в небольшом количестве дистиллированной воды, раствор в колбе доводят до метки. Если раствор готовят на месяц, необходимо ввести в колбу 150 г хлорида натрия и хранить в холодильнике.

В шесть конических колб вместимостью 250 мл вносят пипеткой по 25 мл щелочного раствора феррицианида и по 7,0; 7,5; 8,0; 8,5; 9,0; 9,5 мл стандартного раствора глюкозы (что соответствует 14, 15, 16, 17, 18, 19 мг глюкозы). Из бюретки соответственно приливают 9,0; 8,5; 8,0; 7,5; 7,0; 6,5 мл дистиллированной воды, тем самым доводя объем жидкости в каждой колбе до 41 мл. Содержимое каждой колбы нагревают до кипения и кипятят в течение 1 мин. Началом кипения считают появление первых пузырьков. Затем колбу охлаждают и определяют оптическую плотность раствора на фотоэлектроденситометре при длине волны 440 нм в кювете с толщиной слоя раствора 10 мм. Раствором сравнения служит дистиллированная вода. Значение оптической плотности определяют как среднее арифметическое трех определений. По полученным данным строят калибровочный график, откладывая по оси ординат значения оптической плотности, а по оси абсцисс - соответствующие этим значениям массы глюкозы в мг.

Объект исследования тщательно измельчают в ступке. Массу навески m в граммах рассчитывают по формуле:

$$m = \frac{0,002 \cdot V}{P} 100, \quad (5.1)$$

где V – вместимость мерной колбы, мл;

0,002 – оптимальная для данного метода концентрация РВ раствора навески, г/мл;

P – предполагаемая максимальная массовая доля РВ в исследуемом изделии, % (например, для карамельной массы $P=22\%$).

Массу навески более 5 г взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, а менее 5 г – не более 0,001 г.

Навеску растворяют в стакане в дистиллированной воде, нагретой до 60-70 °С. Если изделие растворяется без остатка, то полученный в стакане раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 200-250 мл,

доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и хорошо перемешивают. Если изделие в своем составе имеет вещества, нерастворимые в воде (мешающие несакхара – белки, жиры, пектины, крахмал и т.д.), то навеску из стакана переносят в мерную колбу вместимостью 200-250 мл, смывая нерастворимые частицы в колбе дистиллированной водой примерно до половины объема колбы. Колбу помещают в водяную баню, нагретую до 60 °С, при этой температуре временами взбалтывая, выдерживают в течение 15 мин. Охладив раствор до комнатной температуры, осаждают мешающие несакхара, прибавляя к раствору в колбе 10 мл 1н раствора сульфата цинка, если масса навески была менее 5 г, и 15 мл, если масса навески была более 5 г, и такой объем 1 н раствора гидроксида натрия, который установлен отдельным опытом при титровании соответствующего объема раствора сульфата цинка с фенолфталеином. Содержимое колбы взбалтывают, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют в сухую колбу или колбу, которую предварительно ополаскивают один-два раза небольшой порцией прозрачного фильтра.

В коническую колбу вместимостью 100-150 мл вносят 25 мл щелочного раствора феррицианида, 10 мл исследуемого раствора и 6 мл дистиллированной воды, затем содержимое колбы доводят до кипения и кипятят точно 1 мин, охлаждают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при длине волны 440 нм и толщине кюветы 10 мм не менее трех раз.

Если значение оптической плотности будет за пределами граничных значений, полученных при построении калибровочной кривой (обычно 0,3-0,6), то анализ повторяют, соответственно изменив количество добавляемого к раствору феррицианида исследуемого раствора и дистиллированной воды, сохраняя постоянный объем жидкости в реакционной колбе, равный 41 мл.

Массовую долю РВ $X_{рв}$ в процентах выраженную в глюкозе определяют по формуле:

$$X_{рв} = \frac{m_1 \cdot V \cdot K \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000} = \frac{m_1 \cdot V \cdot K}{10 \cdot m \cdot V_1}, \quad (5.2)$$

где m – масса навески изделия, г;

m_1 – масса глюкозы, полученная по калибровочному графику, мг;

V – вместимость мерной колбы, мл;

V_1 – объем исследуемого раствора, взятого для реакции с феррицианидом, мл;

1000 – коэффициент пересчета мг глюкозы в г;

K – поправочный коэффициент, учитывающий частичное окисление сахарозы (таблица 5.1).

Таблица 5.1

Массовая доля редуцирующих веществ по отношению к общему сахару, %	Поправочный коэффициент
5-10	0,91
10-15	0,93
15-20	0,94
20-30	0,95
30-40	0,97
40-60	0,98

Необходимость введения коррективов при определении редуцирующих веществ в присутствии значительных количеств сахарозы объясняется тем, что наряду с редуцирующими веществами феррицианидом частично окисляется и сахароза в щелочной среде.

Определение массовой доли общего сахара

Для определения общего сахара проводят гидролиз сахарозы. В реакционную колбу вместимостью 100-150 мл отмеривают пипеткой 10 мл приготовленной вытяжки объекта и 4 мл 1н раствора соляной кислоты. Колбу ставят на электрическую плитку, жидкость доводят до кипения и кипятят ровно 1 мин, охлаждают до комнатной температуры. Затем в колбу вносят 2 мл 2н раствора гидроксида натрия для нейтрализации кислоты и затем 25 мл щелочного раствора феррицианида. Содержимое колбы доводят до кипения и кипятят 1 мин. После охлаждения заполняют полученным раствором кювету и определяют оптическую плотность так же, как и при снятии градуировочного графика. Если значения оптической плотности будут за пределами 0,3-0,6, то анализ повторяют, соответственно изменив количество добавляемого к раствору феррицианида исследуемого раствора.

Массовую долю общего сахара X_{oc} в процентах, выраженную в глюкозе вычисляют по формуле:

$$X_{oc} = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1}, \quad (5.3)$$

где m – масса навески изделия, г;

m_1 – масса глюкозы, полученная по калибровочному графику, мг;

V – объем исследуемого раствора, приготовленный из навески, мл;

V_1 – объем исследуемого раствора, взятого для реакции с феррицианидом, мл;

Задание

Определить в выданных образцах сырья и пищевых продуктов массовую долю редуцирующих веществ, общего сахара.