

ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ОБЩЕЙ ТЕХНОЛОГИИ

УЧЕБНИКИ ДЛЯ ВУЗОВ

ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ОБЩЕЙ ТЕХНОЛОГИИ ПИЩЕВЫХ ПРОИЗВОДСТВ





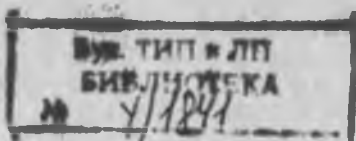
664
11-12

УЧЕБНИКИ И УЧЕБНЫЕ ПОСОБИЯ
ДЛЯ СТУДЕНТОВ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ

ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ ПО ОБЩЕЙ ТЕХНОЛОГИИ ПИЩЕВЫХ ПРОИЗВОДСТВ

Под редакцией д-ра техн. наук,
проф. Л. П. КОВАЛЬСКОЙ

Допущено Государственным комитетом СССР по народному
образованию в качестве учебного пособия для студентов-тех-
нологов пищевых высших учебных заведений



МОСКВА ВО «АГРОПРОМИЗДАТ» 1991

ББК 36-1

Л12

УДК 664(076.5)

А. А. Виноградова
Г. М. Мелькина
Л. А. Фомичева

Н. Н. Шебершнева
И. С. Шуб
В. С. Шикина

Редактор Е. Ю. Райчева

Рецензенты: кафедра Всесоюзного заочного института пищевой промышленности (доцент В. Д. Малкина) и д-р техн. наук Р. Д. Поландова (НПО «Хлебпром»)

Лабораторный практикум по общей технологии пищевых производств/А. А. Виноградова, Г. М. Мелькина, Л. А. Фомичева и др.; Под ред. Л. П. Ковальской. — М.: Агропромиздат, 1991. 335 с.: ил. — (Учебники и учеб. пособия для студентов высших учебных заведений).

ISBN 5—10—002282—5.

Книга содержит современные методы анализа качества сырья для производства хлеба, кондитерских, макаронных изделий и пищекопцентратов, дополнительные методы контроля качества хлеба и хлебобулочных изделий. Приводится описание методов статистической обработки результатов анализа с использованием ЭВМ. Даны лабораторные работы по определению основных веществ пищевого сырья и готовой продукции.

Для студентов по специальности «Технология хлеба, кондитерских, макаронных изделий и пищекопцентратов».

Л 4001020000—263 — 317—91
035(01)—91

ББК 36-1

ISBN 5—10—002282—5

© Коллектив авторов, 1991

Перед народным хозяйством страны стоит важнейшая задача — повышение качества, биологической ценности и вкусовых достоинств продуктов питания. В настоящее время особое значение приобретают комплексная переработка сырья, рациональное использование вторичных материальных ресурсов, стандартизация как государственная система управления качеством продукции. «Лабораторный практикум по общей технологии пищевых производств» предназначен для студентов специальности 27.02 «Технология хлеба, кондитерских, макаронных изделий и пищевых концентратов». Целью настоящего учебного пособия является обучение студентов технологическому контролю качества сырья и готовой продукции, ознакомление с новыми стандартами на методы контроля и нормы качества сырья предприятий хлебопекарной, кондитерской, макаронной и пищевых концентратной отраслей пищевой промышленности.

В Практикуме приводятся новые инструментальные и экспрессные методы контроля качества сырья, дается краткая характеристика исследуемых объектов по их химическому составу и пищевой ценности. Такие характер и порядок изложения материала помогают оценить значение определяемого показателя качества сырья, расширяют технический кругозор будущего специалиста, помогают повысить уровень знаний и закрепить знания, полученные при изучении теоретического курса.

Настоящее учебное пособие состоит из трех глав. Глава I «Определение состава сырья и готовой продукции» включает 12 лабораторных работ. Глава II «Анализ сырья для производства хлеба, кондитерских, макаронных изделий и пищевых концентратов» состоит из 19 работ (с 13 по 31); глава III «Контроль за выполнением рецептуры и дополнительные методы контроля качества хлеба» включает 7 работ (с 32 по 38), в работе 37 дается обработка результатов анализа методом математической статистики. Приводится список рекомендуемой литературы по вопро-

сам совершенствования внутрипроизводственного контроля качества сырья и готовой продукции.

При изложении материала в пособии авторы не ограничиваются описанием только методов анализа продуктов, но и дают краткую характеристику исследуемых объектов в отношении их химического состава, пищевой ценности и товарных свойств.

Такой характер и порядок изложения материала помогает учащимся лучше представить значение определяемого ими показателя качества сырья и готовых изделий и лучше сохранить в памяти соответствующие разделы теоретического курса.

Большое значение имеет развитие у студентов навыков к самостоятельной подготовке и проведению опытов и правильной обработке полученных результатов. Студент должен знать не только последовательность проведения работы, но помнить, что даже самые незначительные изменения в методике могут привести к резким искажениям конечных результатов определения.

Так как при прохождении лабораторного практикума студенты работают с различными реактивами, приборами, газовыми горелками и т. д., перед началом работы они должны быть ознакомлены с правилами по технике безопасности, а также получить устный инструктаж от преподавателя, ведущего занятия, и расписаться в контрольном листе инструктажа.

Студенты несут строгую дисциплинарную ответственность за несоблюдение правил по технике безопасности.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

РАБОТА 1. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАБОЧИХ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ

Анализ качества сырья, полуфабрикатов и готовой продукции включает определение массовых долей ингредиентов, кислотности, основности, количественный анализ которых осуществляется чаще всего титриметрическими методами. Количественные титриметрические определения проводят с использованием рабочих титрованных растворов или титрантов.

В качестве титрантов наиболее часто применяют растворы гидроксидов натрия и калия, серной и соляной кислот, тиосульфата натрия, перманганата калия, йода и др. Обычно используют титрованные растворы с молярной концентрацией эквивалента (нормальной концентрацией) 0,1; 0,01; 0,02; 0,05 н., реже 1 н.

Растворы готовят на дистиллированной воде, освобожденной от диоксида углерода. Для этого дистиллированную воду кипятят не менее 30 мин, охлаждают в колбе, закрытой пробкой с трубкой, заполненной смесью гидроксидов кальция и натрия (натронной известью).

Для приготовления титрованных растворов можно использовать стандарт-титры, специальные стеклянные ампулы, в которых содержится точно взвешенное количество твердого вещества или точно отмеренный объем раствора. Обычно в ампулах содержится 0,1 моль эквивалента вещества, т. е. из одной ампулы можно приготовить 1 дм³ точно децинормального (0,1 н.) раствора.

При приготовлении раствора из стандарт-титра ампулу разбивают над воронкой во стеклянным бойком, содержимое ее количественно переводят в мерную колбу и доводят объем водой до метки. Титрованные растворы, приготовленные из стандарт-титров, можно использовать в качестве стандартных растворов, применяемых для установления концентрации титрантов, и для других титриметрических определений.

Растворы оснований и кислот, используемые в качестве титрантов при определении кислотности и щелочности, готовят в лабораториях из реактивов, поэтому появляется необходимость в установлении точной концентрации этих растворов. С этой целью используют стандартные растворы установочных веществ, химически чистых соединений точно известного состава.

Приготовление титрованных растворов оснований. Гидроксиды натрия и калия легко реагируют с диоксидом углерода воздуха с образованием карбонатов, поэтому состав их не является постоянным. Приготовление титрованных растворов оснований возможно только после освобождения от карбонатов. По этой же причине титрованные растворы оснований предохраняют от поглощения диоксида углерода из воздуха. Наличие карбонатов в растворах гидроксидов приводит к получению грубых ошибок при титровании в присутствии фенолфталеина.

При приготовлении растворов гидроксидов, свободных от карбонатов, применяют специальные методы.

1. Для гидроксида натрия применимо растворение его в равном по массе количестве воды. Раствор в склянке с пробкой оставляют на несколько дней для осаждения карбоната натрия, который не растворяется в концентрированном растворе гидроксида. Раствор сливают с помощью сифона и разбавляют водой до требуемой концентрации. Для получения 1 дм³ раствора гидроксида натрия с концентрацией 0,1 н. следует взять 7 см³ приготовленного концентрированного раствора.

2. Навеску гидроксида натрия массой 4,5 г или калия массой 6 г измельчают, переносят в склянку, добавляют 60—70 см³ 96%-ного ректификованного этилового спирта, закрывают склянку пробкой и оставляют на сутки. Раствор гидроксида отделяют от осадка карбоната фильтрованием через стеклянную вату или асбест, разбавляют водой до требуемой концентрации.

3. Навеску гидроксида натрия массой 4,5 г или калия массой 6 г растворяют в воде, добавляют 1—1,5 г хлорида бария и доводят объем до 1 дм³. Образующийся осадок карбоната бария через сутки отделяют декантацией при помощи сифона.

4. К раствору гидроксида с концентрацией 1,1 н. прибавляют водную суспензию гидроксида кальция (известковое молоко) в количестве 50—60 см³ на 1 дм³, дают отстояться несколько дней, сливают прозрачный раствор через сифон, разбавляют водой до требуемой концентрации.

Приготовление рабочего титрованного раствора гидроксида. Этот процесс состоит из нескольких этапов: приготовление раствора гидроксида с концентрацией примерно 0,1 н.; установка концентрации полученного рабочего раствора; получение точно 0,1 н. раствора гидроксида; определение поправочного коэффициента рабочего титрованного раствора.

1. Приготовление раствора гидроксида натрия с концентрацией примерно 0,1 н. — для получения раствора гидроксида натрия, свободного от присутствия карбоната натрия, пользуются одним

из перечисленных методов. Готовят 0,5 дм³ раствора гидроксида натрия.

2. Установка концентрации рабочего раствора гидроксида натрия — определяют концентрацию у раствора гидроксида натрия с использованием титрованного раствора установочного вещества. В качестве установочного вещества применяют щавелевую или янтарную кислоту. Молярная масса эквивалента янтарной кислоты — $M(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4) = 59,045$ г/моль. Щавелевую кислоту предварительно перекристаллизовывают, молярная масса ее эквивалента составляет $M(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 63,036$ г/моль.

Рассчитывают навеску для приготовления 0,1 н. стандартного раствора установочного вещества m_y (в г) по формуле

$$m_y = \frac{M(\mathcal{Z}_y) 0,1 V_n}{1000},$$

где $M(\mathcal{Z}_y)$ — молярная масса эквивалента установочного вещества, г/моль; V_n — вместимость мерной колбы, см³.

Техника определения — для приготовления 0,1 н. раствора установочного вещества взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в бюксе или на часовом стекле навеску янтарной кислоты массой около 1,18 г или щавелевой кислоты массой около 1,26 г. Навеску кислоты количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, растворяют, доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

Молярную концентрацию эквивалента раствора установочного вещества $C(\mathcal{Z}_y)$ (в моль/дм³), показывающую, какое количество молей растворенного вещества находится в 1 дм³ раствора, рассчитывают по формуле

$$C(\mathcal{Z}_y) = \frac{m_y 1000}{200 M(\mathcal{Z}_y)},$$

где m_y — навеска установочного вещества, г; $M(\mathcal{Z}_y)$ — молярная масса эквивалента установочного вещества, г/моль; 200 — вместимость мерной колбы, см³.

Поправочный коэффициент раствора установочного вещества определяют по формуле

$$K_y = \frac{C(\mathcal{Z}_y)}{0,1}.$$

Запись в лабораторном журнале

Масса бюкса с навеской	г
Масса бюкса с остатками навески	г
Масса установочного вещества	г
Молярная масса эквивалента установочного вещества	г/моль

Вместимость мерной колбы	200 см ³
Молярная концентрация эквивалента раствора установочного вещества (нормальная концентрация)	моль/дм ³
Поправочный коэффициент раствора установочного вещества	

3. Для установления концентрации рабочего раствора гидроксида натрия в коническую колбу вместимостью 100—150 см³ наливают пипеткой 20 см³ раствора установочного вещества, добавляют 3—5 капель раствора фенолфталеина. Бюретку ополаскивают и заполняют раствором гидроксида натрия, титруют стандартный раствор до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Выполняют три титрования, их расхождение не должно превышать 0,1 см³, вычисляют среднеарифметическое значение результатов титрования. Рассчитывают поправочный коэффициент раствора гидроксида натрия.

Поправочный коэффициент K определяется отношением фактической нормальной концентрации раствора $C(\mathcal{E})$ к требуемой нормальной концентрации $C(\mathcal{E})'$. Поправочный коэффициент точно 0,1 н. раствора равен единице. Поправочный коэффициент служит для приведения приготовленного раствора к раствору с точной концентрацией (1 н., 0,1 н., 0,01 н. и т. д.). При этом, умножая объем титранта, затраченный при определении, на поправочный коэффициент, получим объем титранта точной концентрации.

При количественных титриметрических определениях поправочный коэффициент заменяет собой выражение концентрации через нормальную концентрацию.

Поправочный коэффициент раствора гидроксида натрия определяют по формуле

$$K_{\text{NaOH}} = \frac{V_y K_y}{V_{\text{NaOH}}},$$

где V_y — объем раствора установочного вещества, см³; K_y — поправочный коэффициент раствора установочного вещества; V_{NaOH} — объем раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование стандартного раствора, см³.

Запись в лабораторном журнале

Объем гидроксида натрия, пошедший на титрование:

1	см ³
2	см ³
3	см ³

Среднеарифметическое значение результатов титрования (V_{NaOH}) см³

Поправочный коэффициент раствора гидроксида натрия (K)

4. Приготовление точно 0,1 н. раствора гидроксида натрия — предварительно готовят раствор с более высокой концентрацией гидроксида натрия, устанавливают его поправочный коэффициент K_{NaOH} . Определяют объем воды (V_2), который необходимо прибавить к рабочему раствору для доведения поправочного коэффициента до единицы:

$$V_2 = K_{\text{NaOH}} V - V_1$$

где V — объем концентрированного раствора гидроксида натрия, см³.

После разведения определяют поправочный коэффициент полученного раствора гидроксида натрия. Техника определения и форма записи в лабораторном журнале изложены выше.

Контрольное задание — студент получает раствор кислоты неизвестной концентрации и устанавливает поправочный коэффициент этого раствора с использованием титрованного рабочего раствора гидроксида натрия.

Контрольные вопросы

1. Что такое молярная концентрация эквивалента раствора?
2. С какой целью используют в количественном анализе стандарт-титры?
3. Как приготовить рабочие растворы гидроксидов натрия или калия, свободные от карбонатов?
4. Как приготовить титрованный раствор гидроксида натрия?

РАБОТА 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Показатель массовой доли влаги* является важнейшим для оценки качества сырья, полуфабрикатов и готовых изделий. Количество влаги в продукте характеризует его энергетическую ценность, так как чем больше в нем содержится воды, тем меньше полезных сухих веществ (белка, жира, углеводов и др.) в единице массы. С содержанием воды тесно связаны стойкость продукта при хранении и его транспортабельность, а также пригодность к дальнейшей переработке, так как избыток влаги способствует протеканию ферментативных и химических реакций, активизирует деятельность микроорганизмов, в том числе таких, которые вызывают порчу продуктов, в частности плесневение. В связи с этим содержание влаги в объекте предопределяет условия и сроки его хранения. Кроме того, количество воды в сырье влияет на технико-экономические показатели работы предприятий.

* В стандарты на ряд пищевых продуктов вместо понятия «влажность» введено понятие «массовая доля влаги».

Предприятия не будут укладываться в плановую норму расхода сырья, например муки, если содержание влаги в выпускаемой продукции будет ниже нормы — это приведет к его перерасходу. Содержание влаги в готовых изделиях влияет на выход продукции, так как с увеличением содержания влаги в выпускаемых изделиях их выход возрастает. Особенно этот фактор необходимо учитывать на хлебопекарных предприятиях, ибо увеличение массовой доли влаги муки на 1% понижает выход хлеба на 1,5—2%, а повышение влажности мякиша хлеба на 1% приводит к повышению его выхода на 2—3%.

Учитывая большую важность этого показателя, соответствующие ГОСТы и ТУ, устанавливают нормы содержания влаги, а также методы ее определения, что делает обязательным нахождение этого показателя при контроле качества сырья и готовых продуктов.

Для определения массовой доли влаги существуют разнообразные методы, которые делятся на прямые и косвенные.

К прямым методам относится отгонка (дистилляция) воды из навески с применением высококипящих органических жидкостей (минеральное масло, ксилол и др.) с последующим определением объема перегнанной воды и химические, в основе которых лежит взаимодействие воды с каким-нибудь реагентом.

К косвенным методам относятся термогравиметрические (методы высушивания), физические (определение массовой доли сухих веществ по величине относительной плотности или рефрактометрически), а также электрические, в которых о влажности судят по электропроводности или электрической проницаемости. Таким образом, в отличие от прямых методов, которые громоздки, сложны и менее точны, в косвенных определяется не сама влага в анализируемом объекте, а показатель, функционально связанный с массовой долей влаги материала.

Наиболее распространенным среди косвенных методов является метод определения массовой доли влаги по сухому остатку, т. е. когда количество влаги устанавливают по разнице в массе навески до и после 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 подвергается предварительной подсушке. Для ускорения высушивания, а также для сушки веществ, легко разлагающихся при температуре выше 100°C, процесс ведут при пониженном давлении, что дает возможность понизить температуру. Для вязких материалов (меласса, сахарные сиропы 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 или обычный речной песок. Иногда для высушивания вязких жидкостей используют ролики из фильтровальной бумаги.

Все применяемые варианты должны обеспечивать возможность наиболее полного обезвоживания продукта без ощутимых потерь его сухих веществ. Однако эти методы имеют недостатки, так как при их использовании в большинстве случаев определяется не истинная массовая доля влаги, а ее условная величина, зависящая от принятого метода определения.

Явления, протекающие в объекте при сушке, особенно в пищевом продукте, весьма сложны. Под действием теплоты удаляется влага и одновременно некоторое количество сухих веществ в результате распада органических веществ под действием высокой температуры. Наряду с этим в высушиваемом объекте могут протекать окислительные и гидролитические процессы, вследствие чего увеличивается масса последнего.

Процесс сушки зависит от состояния влаги в исследуемом материале, которая может быть свободной или связанной с материалом различными видами связей: химической, физико-химической (адсорбционной, осмотической, структурной) и механической (влага макро- и микрокапилляров, а также влага на поверхности). Наиболее прочная — химическая связь, при ней в состав вещества влага входит в строго определенных соотношениях и удалить ее можно только при разрушении продукта путем прокаливания или химического воздействия. При физико-химической связи влага поглощается белками и крахмалом не в строго определенных соотношениях; она может легко перемещаться и участвовать в химических реакциях. Удалить ее можно при высушивании объекта, причем легче удаляется осмотическая влага, чем адсорбционная. Механическая влага, называемая свободной, содержится в капиллярах тела и на его поверхности и является самой легко удаляемой при высушивании. Для продуктов, прочно удерживающих влагу, применяют лиофильную сушку, при которой высушивание ведут в вакууме и при условии предварительного замораживания взятой для анализа пробы.

Явления, протекающие в высушиваемом объекте в процессе сушки в лабораторном шкафу, делают в некоторой мере условным и сам метод высушивания. Для того чтобы условность метода свести к минимуму и получить при этом сравнимые результаты, требуется строгое соблюдение одних и тех же условий режима сушки в отношении температуры, размеров сушильного шкафа, скорости движения воздуха в нем, величины навески, степени измельчения продукта, размера и формы бюксы и др.

Существует два основных метода определения массовой доли

влаги путем высушивания: высушивание до постоянной массы и ускоренное высушивание. Первый метод для большинства объектов дает наиболее точные результаты, так как процесс сушки идет не ограниченное время, как при ускоренном способе, а до полного удаления влаги. Однако, учитывая длительность и трудоемкость этого метода, при контроле производства, когда не требуется большой точности, но необходима быстрота анализа, используют целый ряд ускоренных методов, в которых удаление влаги происходит при повышенных температурах (130—160 °C) на протяжении строго обусловленного времени, в течение которого удаляется основная масса влаги, так что последующее высушивание приводит лишь к незначительному изменению достигнутого значения массы.

Определение массовой доли влаги методом высушивания до постоянной массы. Техника определения — для анализа необходима бюкса, высушенная в сушильном шкафу при температуре 100—105 °C до постоянной массы. В предварительно взвешенную бюксу помещают навеску измельченного вещества массой 3—5 г, взятую с погрешностью $\pm 0,0002$ г и высушивают в сушильном шкафу при 100—105 °C до тех пор, пока не установится постоянная масса остатка, т. е. пока два последующих взвешивания навески не покажут практически одинаковую массу. Результаты взвешивания округляют до тысячных долей грамма. Разница в массе между двумя последующими взвешиваниями должна быть не более 0,001 г. Первое взвешивание навески обычно проводят спустя 3—4 ч от начала сушки, а каждое последующее — через 1—2 ч в зависимости от свойств высушиваемого продукта. Сушат продукт с одной, а в ответственных случаях с двумя повторностями. Расхождение между повторными определениями по этому методу должно лежать в пределах 1% (относительно). Среднюю величину из двух повторных определений принимают за массовую долю влаги исследуемого объекта. При взвешивании бюксы с навеской крышка должна быть закрыта, высушивают объект при открытой крышке. Конец контактного термометра, который измеряет температуру в сушильном шкафу, должен находиться на уровне бюкс с навесками, его показания должны соответствовать заданной температуре.

Расчет массовой доли влаги и запись в лабораторном журнале даны ниже в определении массовой доли влаги ускоренным методом высушивания.

Определение массовой доли влаги ускоренным методом высушивания. Многие ГОСТы на методы определения массовой доли влаги в пищевых продуктах предусматривают ускоренные методы высушивания определенной навески в сушильных шкафах с терморегуляторами. Так, ускоренными методами определяют массовую долю влаги в зерне (ГОСТ 13586.5—85), крахмале

(ГОСТ 7699—78 и ГОСТ 7697—82), макаронных изделиях (ГОСТ 14849—69) и т. д. Для каждого продукта в зависимости от физико-химических свойств подобраны свои температура высушивания и длительность процесса. Чаще всего время высушивания составляет 50 мин. Ускорение сушки объекта не делает эти методы менее условными, скорее наоборот, распад веществ при высокой температуре протекает более энергично, и в этом отношении ускоренные методы сушки являются более условными. Помимо этого, применение ускоренного метода высушивания к объектам с повышенной влажностью, например к хлебу, дает явно заниженные результаты из-за недосушки продукта.

Колебание температуры, продолжительность сушки, конструктивные особенности сушильного шкафа, размеры и форма бюксы оказывают при этом еще большее влияние на результаты анализа.

Техника определения — в две заранее высушенные и взвешенные бюксы берут навески исследуемого образца массой по 5 г. Взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г. Бюксы с навесками помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры 140—145 °С, крышки у бюксов должны быть открыты и подложены под дно. Температура при этом быстро падает (ниже 130 °С). В течение 10—15 мин ее доводят до 130 °С и при этой температуре продолжают высушивать в течение 40 мин (отклонение температуры не должно превышать ± 2 °С). Затем бюксы тигельными щипцами вынимают, закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе в течение 20—30 мин и взвешивают. Для высушивания используют сушильный электрический шкаф СЭШ-3М, шкаф электрический круглый типа 2В-151 или другой иной с терморегулятором.

Массовую долю влаги W (в %) рассчитывают по формуле

$$W = \frac{m - m_1}{m} 100,$$

где m — масса образца до высушивания, г; m_1 — масса образца после высушивания, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустого бюкса (a)	г
Масса бюкса с навеской образца до высушивания (b)	г
Масса образца ($m = b - a$)	г
Масса бюкса с навеской образца после высушивания (c)	г
Масса высушенного образца ($m_1 = c - a$)	г
Масса испарившейся влаги ($m - m_1$)	г
Массовая доля влаги (W)	%
Закключение	

Определение массовой доли влаги экспрессным методом высушивания. Для быстрого удаления влаги используют высушива-

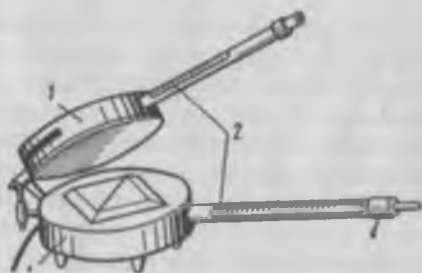


Рис. 1. Прибор ВЧ:

1 — металлические плиты; 2 — термометры, заключенные в гильзы

ние в инфракрасных лучах, которые воспринимаются не только поверхностью, но и проникают в продукт на глубину до 2—3 мм, обуславливая его интенсивный прогрев. Одним из источников инфракрасных лучей могут быть нагретые металлические поверхности, дающие излучение в диапазоне длин волн 0,76—343 нм.

На этом принципе работает прибор ВЧ (конструкция

К. Н. Чижовой) (рис. 1), представляющий собой две массивные металлические плиты (сплав алюминия и чугуна) круглой или прямоугольной формы, между которыми помещается тонкий слой высушиваемого материала. Плиты соединены между собой шарниром и нагреваются электрическими элементами, расположенными с внешних сторон прибора, что обеспечивает быстрое обезвоживание продукта. Во время работы расстояние между плитами прибора составляет 2 мм, температура контролируется двумя ртутными термометрами. Нагрев плит может быть сильным и слабым. Сильный нагрев используется при первоначальном разогревании прибора, слабый — для поддержания требуемой температуры. Переключают сильный нагрев на слабый специальным переключателем. Контактный термометр обеспечивает постоянство заданной температуры в пределах $\pm 1^\circ\text{C}$.

Высушивают объект в пакетах треугольной или прямоугольной формы, которые готовят из газетной бумаги (рис. 2). Лист бумаги форматом 20×14 см складывают пополам, а открытые с трех сторон края пакета загибают на 1,5 см; размер готовых па-

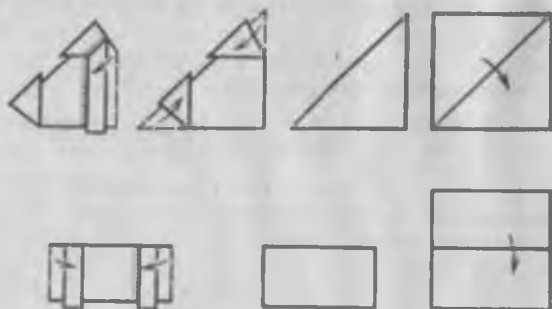


Рис. 2. Бумажные пакеты для прибора ВЧ

кетов $8,5 \times 11$ см. Эти пакеты применяются для прибора прямоугольной формы. Для прибора круглой формы бумагу форматом 15×15 см складывают по диагонали, загибая края на 1,5 см. Два таких пакета легко умещаются в приборе, что позволяет проводить одновременно параллельные определения.

При определении массовой доли влаги сочного растительного сырья в бумажный пакет помещают дополнительный лист из фильтровальной бумаги размером 11×24 см, сложенный в три слоя таким образом, чтобы два слоя помещались на нижней стороне пакета, а один слой — на верхней стороне.

Техника определения — подготовленные пакеты предварительно сушат в приборе при температуре 160°C в течение 3 мин, охлаждают 2—3 мин в эксикаторе и взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г.

Перед определением во взвешенный пакет берут навеску продукта. Пакет закрывают и помещают в прибор при температуре 160°C . Длительность высушивания зависит от влажности и свойств материала. Например, муку сушат 3 мин, тесто — 5 мин, прессованные дрожжи — 7 мин, клейковину — 10 мин. По истечении времени высушивания пакеты с объектом сушки охлаждают 3—5 мин в эксикаторе и взвешивают. Из-за гигроскопичности бумаги и навески взвешивать пакеты следует быстро.

Использование этого метода эффективно для оперативного контроля массовой доли влаги в различных отраслях пищевой промышленности (хлебопекарной, макаронной, кондитерской, дрожжевой, крахмало-паточной и т. д.), и прежде всего при анализе коллоидных материалов, какими являются хлебное тесто, клейковина и т. п.

Массовую долю влаги W (в %) рассчитывают по формуле, приведенной выше.

Запись в лабораторном журнале

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

Контрольные вопросы

1. Каково значение показателя массовой доли влаги?
2. Каковы принципы определения массовой доли влаги прямыми и косвенными методами?
3. Чем отличаются различные модификации косвенного метода определения массовой доли влаги?
4. В чем заключается условность методов высушивания?

5. Как влияют на процесс сушки различные формы связи влаги с материалом?
6. В чем заключается сущность и особенности определения массовой доли влаги методом высушивания до постоянной массы?
7. Как осуществляется процесс сушки по ускоренному методу?
8. В чем заключается сущность жспрессного метода определения массовой доли влаги?

РАБОТА 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ СУХИХ ВЕЩЕСТВ РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Метод определения массовой доли сухих веществ с помощью рефрактометра отличается высокой точностью и технической простотой, и введен ГОСТами при анализе патоки, меда, повидла, варенья, подварок 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 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 n называется отношение синусов угла падения и преломления. Если луч света переходит из вакуума или из воздуха в другую среду, то угол падения всегда больше угла преломления, так как коэффициент преломления среды больше коэффициента преломления вакуума или воздуха. С увеличением угла падения светового луча увеличивается угол его преломления. При угле падения 90° , когда луч скользит по разделу двух сред, угол преломления будет иметь наибольшее значение, называемое предельным углом преломления. При обратном направлении луча из среды с большим коэффициентом преломления в среду с меньшим его значением угол, при котором луч света полностью отражается от поверхности, называется углом полного внутреннего отражения. Предельный угол преломления и угол полного внутреннего отражения абсолютно равны. Зная величину любого из этих углов α и показатель преломления одной среды n_1 , можно определить показатель преломления другой n_2 , исходя из формулы

$$\sin \alpha = \frac{n_1}{n_2}.$$

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.

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. Для показателей преломления всегда необходимо указывать, какой длине волны они соответствуют. Обычно определяют показатели преломления при монохроматическом источнике света — для желтого луча D натриевого пламени с длиной волны 589,3 нм температура определения должна составлять 20 °С. Символ показателя преломления изображают с подстрочным и надстрочным индексами, например n_D^{20} означает показатель преломления при температуре 20 °С для желтой спектральной линии натрия, линия D (длина волны 589,3 нм). При отклонении температуры измерения от 20 °С вводят температурные поправки.

Для определения массовой доли сухих веществ применяют универсальный рефрактометр УРЛ первой модификации и марки РПЛ-3, имеющие шкалу содержания (массовой доли) сухих веществ по сахарозе в %, и прецизионный рефрактометр марки РПЛ-2, в котором показания даются в условных единицах шкалы. Кроме того, можно пользоваться рефрактометром УРЛ второй модификации для измерения показателя преломления в пределах значений 1,65—2,1 и рефрактометром ИРФ-22 для определения этого показателя в интервале 1,3—1,7 в проходящем свете. По найденным значениям показателя преломления по специальным таблицам определяют массовую долю сухих веществ в процентах.

При использовании рефрактометра следует иметь в виду, что с его помощью определяют не истинное, а видимое содержание сухих веществ, поэтому в зависимости от химического состава продукта вводят поправку, учитывающую отклонение определяемой на рефрактометре величины от истинного содержания сухих веществ.

Определение массовой доли сухих веществ на лабораторном рефрактометре РПЛ-3. Рефрактометр пищевой лабораторный РПЛ-3 (рис. 3) состоит из двух призм — осветительной и измерительной, заключенных в пустотелую камеру. Верхняя осветительная призма, соединенная шарниром, откидывается вбок и позволяет поместить несколько капель исследуемой жидкости на поверхность измерительной призмы. Через камеры призм во время определения пропускают воду для установления строго определенной температуры, которая фиксируется термометром. Нормальной считается температура 20 °С. Концентрацию сухих веществ можно определять при температуре от 15 до 30 °С, вводя температурную поправку по соответствующим таблицам.

На передней стенке корпуса имеется продолговатая прорезь, в которой укреплены две шкалы: слева — шкала показателей



Рис. 3. Лабораторный рефрактометр РПД-3:

1 — компенсатор; 2 — окно для отраженного света; 3 — система призм; 4 — осветитель; 5 — окно для проходящего света; 6 — корпус термометра; 7 — окуляр; 8 — прорезь

преломления, справа — шкала сухих веществ от 0 до 95 %, отградуированная по сахарозе. Для получения четкого изображения шкалы вдвигают или выдвигают окуляр. Для устранения дисперсии света и расплывчатой границы между светлым и темным полем зрения служит компенсатор, расположенный на одной оси с рычагом окуляра.

Техника определения — перед началом работы рефрактометр проверяют по дистиллированной воде при температуре 20 °С, при этом пунктирная линия, нанесенная на окуляр, должна совместиться с границей света и тени на нулевой отметке шкалы. Если этого совмещения не произошло, необходимо отрегулировать прибор с помощью специального ключа.

Затем на призмы с помощью оплавленной стеклянной палочки наносят несколько капель исследуемой жидкости, при этом

палочка не должна касаться поверхности призмы. Опускают верхнюю призму, плотно прижимая ее к нижней. Если раствор не мутный и не слишком окрашен, в окно верхней призмы направляют луч света от осветителя, добиваясь максимальной освещенности поля зрения, наблюдаемого в окуляр; окно нижней призмы закрывают щитком. В случае исследования темноокрашенных растворов окно верхней призмы закрыто, а свет направляют на нижнюю призму. После этого перемещают окуляр вдоль прорези, пока граница света и тени не совместится с пунктирной линией. На шкале прибора отмечают деление, через которое проходит граница светотени. При отсчете показаний прибора отмечают температуру определения. После определения поверхность призм вытирают фильтровальной бумагой, а затем промывают дистиллированной водой.

Запись в лабораторном журнале

Показания рефрактометра при температуре °С (среднее из трех определений) (А) %

Температурная поправка (при отклонении от 20 °С брать по таблице) (b) %

Рефрактометрический показатель массовой доли сухих веществ в растворе при 20 °С ($A \pm b$) %

Заключение

Определение массовой доли сухих веществ на рефрактометре РПЛ-2. Прецизионный рефрактометр РПЛ-2 (рис. 4) состоит из следующих составных частей: камеры с измерительной призмой и термометром, камеры с освещающей призмой, вращающегося кольца с компенсатором и отсчетного барабана.

Техника определения — сначала определяют правильность установки прибора на нуль. Для этого на середину полированной поверхности измерительной призмы стеклянной палочкой наносят 1—2 капли дистиллированной воды. Затем створки камеры закрывают и, открыв заслонку освещающей призмы, устанавливают отсчетный барабан на нуль.

Наблюдая в окуляр и вращая кольцо компенсатора, находят такое положение его, при котором горизонтальная линия раздела между темной и светлой частью поля зрения не имеет никакой окраски. При температуре 20°C линия раздела должна проходить через нулевое деление шкалы, причем отсчетный барабан должен быть обязательно установлен на нуль.

После этого между измерительной и освещающей призмами вводят 1—2 капли исследуемой жидкости и вращением кольца компенсатора устраняют возможную дисперсию света. Устанавливают отсчетный барабан на нуль и наблюдают за положением линии раздела по шкале. Если линия раздела находится между двумя какими-либо делениями шкалы, то передвиганием отсчетного барабана доводят линию раздела до ближайшего нижнего деления шкалы. Затем отсчитывают число делений шкалы от нуля до деления, по которому проходит линия раздела, включительно. Показания, полученные по шкале отсчета, записывают как целые единицы; за десятые принимают число делений, находящихся на отсчетном барабане против указательной черты.

Так как на правильность отсчета показаний прибора оказывает влияние температура, измерения ведут при 20°C, эту температуру поддерживают, пропуская воду через кожухи призмы. Если термостатирование прибора не проводится, следует вво-

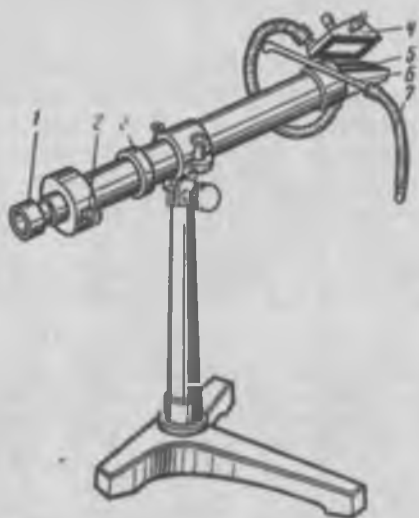


Рис. 4. Прецизионный рефрактометр РПЛ-2:

1 — окуляр; 2 — отсчетный барабан; 3 — кольцо компенсатора; 4 — осветительная призма; 5 — измерительная призма; 6 — корпус термометра; 7 — шланг

дить поправку на температуру по специальным таблицам.

Можно проводить измерения при температуре помещения, не устанавливая рефрактометр на нуль при 20 °С и не вводя температурной поправки. Для этого линию раздела между темной и светлой частью поля зрения устанавливают по дистиллированной воде, имеющей такую же температуру, как и помещение. В этом случае определяют содержание сухих веществ в растворах с той же температурой без введения поправки. Зная показание рефрактометра, по специальным таблицам находят массовую долю сухих веществ в растворе, выраженную в процентах.

Запись в лабораторном журнале

Показание рефрактометра при температуре °С (среднее из трех определений) (А)	Деление шкалы
Поправка к показаниям рефрактометра при отклонении температуры от 20 °С (по таблице) (b)	Деление шкалы
Показание рефрактометра при 20 °С ($A \pm b$)	Деление шкалы
Рефрактометрический показатель массовой доли сухих веществ в растворе при 20 °С (по таблице)	%
Заключение	

Недостатком прецизионного рефрактометра является то, что с его помощью можно определять концентрацию растворов, содержащих не более 30% сухих веществ (что соответствует предельному делению шкалы — 102). Растворы с большим содержанием сухих веществ при работе на прецизионном рефрактометре следует анализировать по методу разбавления.

При определении содержания сухих веществ в растворах с высокой концентрацией (сахарные сиропы, патока, варенье и т. п.) используют рефрактометр РПЛ-3, точность показаний которого наибольшая при содержании сухих веществ в продукте 50—95%.

Определение массовой доли сухих веществ на рефрактометре ИРФ-22. Рефрактометр ИРФ-22 (рис. 5) состоит из следующих основных частей: корпуса, на котором смонтирована измерительная головка, состоящая из двух полушарий, служащих оправами измерительной и осветительной призм; зрительной трубы с оптическим устройством и термометра. Показатель преломления изучаемых веществ зависит от температуры, которая поддерживается при пропускании воды через камеры в оправах линз. Для этого измерительная головка присоединяется к ультратермостату так, чтобы вода поступала в верхнюю часть этой головки и выходила из штуцера, в котором зафиксирован термометр. Температура воды на выходе должна составлять 20 ± 1 °С. Измерительная головка плотно соединена со шкалой отсчетного устройства, которое помещается внутри корпуса прибора. Для установления границы раздела и совмещения ее с перекрестием сетки можно наклонять измерительную головку до 60°, вращая махови-

чок, который находится с противоположной стороны.

Техника определения — перед началом работы проверяют правильность установки прибора на нуль по дистиллированной воде. Затем откидывают верхнюю часть измерительной головки, промывают спиртом или дистиллированной водой поверхность измерительной и осветительной призм, удаляя следы жидкости фильтровальной бумагой. Оплавленным концом стеклянной палочки на поверхность измерительной призмы наносят 3—4 капли жидкости и осторожно опускают верхнюю часть измерительной головки на нижнюю, наблюдая в окно головки, чтобы жидкость заполнила зазор между призмами. Глядя в окуляр зрительной

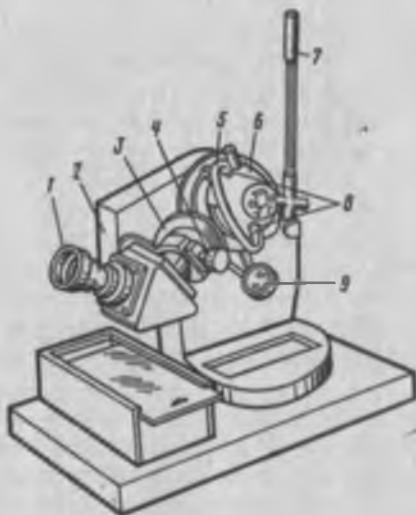


Рис. 5. Рефрактометр ИРФ-22:

1 — зрительная труба с отсчетным устройством; 2 — корпус; 3 — барабан со шкалой; 4 — маховичок для вращения призмы; 5 — шланг; 6 — измерительная головка; 7 — корпус термометра; 8 — штупера; 9 — осветительное зеркало

трубы, осветительное зеркало устанавливают так, чтобы свет от источника через окно поступал в осветительную призму и равномерно освещал поле зрения. Вращая маховичок, добиваются появления в поле зрения границы светотени, которую подводят к центру перекрестия сетки. Резкость границы светотени и штрихов шкалы для глаза наблюдателя устанавливают вращением гайки окуляра. Если граница светотени при измерении показателя преломления окажется расплывчатой, радужной, то вращением рукоятки компенсатора добиваются четкости этой границы и записывают показание шкалы. Целые, десятые, сотые и тысячные доли отсчитывают по шкале, а десятитысячные доли оценивают на глаз. Таким образом проводят не менее трех определений, принимая за окончательный результат среднее арифметическое значение. По этому значению по табл. 1 определяют массовую долю сухих веществ (в пересчете на сахарозу) в растворе по показателю преломления при 20 °С.

Запись в лабораторном журнале

Показатель преломления при температуре 20 °С
(среднее из трех определений)
Рефрактометрический показатель массовой доли
сухих веществ в растворе при 20 °С (по таблице)
Заключение

Единица
прибора
%

Таблица 1

n_D^{20}	Содержа- ние са- харозы, %	n_D^{20}	Содержа- ние са- харозы, %	n_D^{20}	Содержа- ние са- харозы, %	n_D^{20}	Содержа- ние са- харозы, %
1,3330	0	1,3672	22	1,4076	44	1,4532	65
1,3344	1	1,3689	23	1,4096	45	1,4555	66
1,3359	2	1,3706	24	1,4117	46	1,4579	67
1,3374	3	1,3723	25	1,4137	47	1,4603	68
1,3388	4	1,3740	26	1,4158	48	1,4627	69
1,3403	5	1,3758	27	1,4179	49	1,4651	70
1,3418	6	1,3775	28	1,4200	50	1,4676	71
1,3433	7	1,3793	29	1,4221	51	1,4700	72
1,3448	8	1,3811	30	1,4242	52	1,4725	73
1,3464	9	1,3829	31	1,4264	53	1,4749	74
1,3479	10	1,3847	32	1,4285	54	1,4774	75
1,3494	11	1,3865	33	1,4307	55	1,4799	76
1,3510	12	1,3883	34	1,4329	56	1,4825	77
1,3526	13	1,3902	35	1,4351	57	1,4850	78
1,3541	14	1,3920	36	1,4373	58	1,4876	79
1,3557	15	1,3939	37	1,4396	59	1,4901	80
1,3572	16	1,3958	38	1,4418	60	1,4927	81
1,3590	17	1,3978	39	1,4441	61	1,4954	82
1,3605	18	1,3997	40	1,4464	62	1,4980	83
1,3622	19	1,4016	41	1,4486	63	1,5007	84
1,3638	20	1,4036	42	1,4509	64	1,5033	85
1,3655	21	1,4056	43				

Контрольные вопросы

1. В чем сущность рефрактометрического метода определения массовой доли сухих веществ?
2. Какие факторы влияют на коэффициент преломления?
3. В каких единицах отградуирована шкала различных рефрактометров? Как установить приборы на нуль?
4. В каких случаях вводят поправки на температуру?
5. В чем недостаток прецизионного рефрактометра?

РАБОТА 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ МИНЕРАЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ

Минеральные вещества пищевых продуктов являются важнейшим фактором питания. Они выполняют разносторонние функции в организме.

Минеральные вещества обеспечивают построение опорных тканей скелета (кальций, фосфор, магний), поддержание необходимой осмотической среды клеток в крови, в которых протекают все обменные процессы (натрий, калий), образование специфических пищеварительных соков (хлор), гормонов (йод, цинк, медь), участвуют в переносе кислорода в организме (железо, медь), входят в состав некоторых жизненно важных витаминов и

ферментов, без которых невозможно превращение поступающих в организм пищевых веществ (кобальт, марганец, цинк и др.).

Минеральные вещества, концентрация которых в тканях растительного или животного организма невелика и измеряется в микрограммах на 1 г или 1 дм^3 , принято называть *микроэлементами* (Cu, Zn, B, Mo, Co, Ni и др.). Минеральные вещества, концентрация которых на несколько порядков выше, называются *макроэлементами* (K, Ca, Mg, N, P, S, Fe, Mn, Cl). Минеральные вещества, не являющиеся биологически важными для правильного обмена веществ и оказывающие сильное токсичное воздействие на организм человека при превышении определенной дозы, относятся к группе вредных (токсичных). Это преимущественно тяжелые металлы (Pb, Cd, Hg и др.).

В пищевых продуктах минеральные вещества могут присутствовать не только как естественная составная часть, но и попадать в них при технологическом процессе изготовления из оборудования, тары и упаковки, при хранении и транспортировании.

О содержании минеральных веществ судят по количеству золы.

Золой называется остаток, получаемый после сжигания и прокаливания органических веществ, входящих в состав изучаемого объекта. При сжигании углерод, водород, азот и частично кислород улетучиваются и остаются лишь нелетучие окислы.

Минеральные вещества, непосредственно входящие в состав продукта, называются *чистой золой*. Она имеет важное значение, так как обуславливает физиологическую ценность продукта.

При сжигании пищевых продуктов зола может содержать примеси, попавшие в продукт случайно, например песок или связанную угольную кислоту в виде углесолей и др. Такая зола с примесями называется *сырой*. По содержанию сырой золы можно судить о степени загрязнения продукта.

Определение массовой доли золы. Содержание золы определяют путем сжигания и прокаливания исследуемого объекта сухим или мокрым методом.

Сухое озоление осуществляют при высокой температуре (около 500 °C) в тигле в муфельной печи в условиях, исключающих потерю зольных элементов. При этом недопустимо доводить тигель до красного каления (500—600 °C), так как фосфаты могут расплавить частицы несгоревшего угля, что усложнит окончательное выгорание углерода. Кроме того, при температуре выше 500 °C могут быть потери калия и особенно фосфора.

В ряде случаев при озолении в муфеле температуру контролируют только по окраске каления, что ограничивает использование сухого способа озоления.

Озоление сухим способом длительно и может продолжаться 6 ч и более. Для ускорения этого процесса применяют различные

ускорители (концентрированная азотная кислота, пероксид водорода и др.), в присутствии которых процесс озоления сокращается до 2—3 ч. Наряду с этим существуют ускорители, которые одновременно с ускорением озоления предотвращают потери фосфора, связывая его. К такого рода ускорителям относятся ацетат магния, ацетат кальция и др.

При мокром озолении применяют смесь серной и азотной кислот или одну из этих кислот при температуре их кипения, а также пергидроль или другие окислители. Температура озоления находится на уровне 330°C. Для мокрого озоления можно использовать объекты с высокой влажностью и жидкие.

При определении количества микроэлементов в золе проводят озоление парами азотной кислоты (ускоренное).

В последнее время все большее распространение получает определение макро- и микроэлементов методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии, который позволяет определять содержание многих элементов с высокой точностью. Принцип этого метода основан на способности диссоциированных атомов элементов (свободных от химических связей) поглощать свет в очень узкой области спектра. Этот метод прост в работе, универсален и высокочувствителен.

Определение массовой доли золы сухим методом без ускорителя. Техника определения — заранее прокаленные и доведенные до постоянной массы тигли (взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г) отвешивают навеску исследуемого продукта. Тигли помещают у края дверцы муфельной печи, нагретой до темно-красного каления, что соответствует 400—500°C. Обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов сухой перегонки. После прекращения выделения продуктов сухой перегонки тигли продвигают в глубь печи и сжигают образец до исчезновения черных частиц при температуре 600—900°C (ярко-красное каление). Цвет золы должен стать белым или слегка сероватым. Затем тигли помещают в эксикатор до полного охлаждения, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и вновь помещают в муфельную печь на прокаливание в течение 20 мин. Прокаливание продолжают до тех пор, пока погрешность взвешивания (0,0002 г) не превысит разницы между двумя последовательными взвешиваниями.

Из-за высокой гигроскопичности золы и тигля операцию взвешивания следует проводить быстро.

Определение массовой доли золы с азотной кислотой. Техника определения — подготавливают тигли, обугливают продукт, начинают озоление так же, как это указано в методике определения зольности без ускорителя.

Озоление ведут до превращения содержимого тигля в рыхлую массу серого цвета, после этого тигли вынимают из муфельной

печи на фарфоровую или металлическую подставку и дают остыть. Затем в тигль с помощью пипетки или стеклянной палочки добавляют 2 капли химически чистой азотной кислоты плотностью 1,2 г/см³ и помещают его на открытую дверцу муфельной печи для выпаривания азотной кислоты. Выпаривают азотную кислоту осторожно, не допуская кипения, во избежание ее разбрызгивания и потери озоняемого продукта. После испарения кислоты тигли прокалывают в глубине муфельной печи, нагретой до 600—900 °С (ярко-красное каление), в течение 20—30 мин. Затем тигли охлаждают в эксикаторе, взвешивают и вычисляют массовую долю золы.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустого тигля	г
Масса тигля с исследуемым образцом	г
Масса исследуемого образца	г
Массовая доля золы в образце	%
Массовая доля сухих веществ в образце (100—W)	%
Массовая доля золы в пересчете на сухие вещества	%
Закключение	

Контрольные вопросы

1. Какое значение имеют минеральные вещества в питании?
2. Как судят о содержании минеральных веществ?
3. Что такое чистая и сырая зола?
4. Что входит в состав золы?
5. В чем сущность сухого и мокрого озонения?
6. Какие потери возможны при озонении?
7. Какие катализаторы применяют при озонении?

РАБОТА 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ БЕЛКА

Среди азотистых веществ, входящих в состав пищевых продуктов, важнейшая роль принадлежит белкам. Их основное значение заключается в незаменимости другими компонентами пищи. Белки составляют основу процессов жизнедеятельности организма. Необходимость их постоянного обновления лежит в основе обмена веществ.

Белки в организме выполняют структурную (построение тканей и клеточных компонентов) и функциональную (ферменты, гормоны, дыхательные пигменты и др.) роль.

Дефицит белка в пищевом рационе повышает восприимчивость организма к инфекционным заболеваниям, нарушает процессы кроветворения, обмен липидов, витаминов и др. У детей при белковой недостаточности замедляются рост и умственное развитие.

Длительный избыток белка в питании также отрицательно сказывается на жизнедеятельности организма, вызывая переуто-

ускорители (концентрированная азотная кислота, пероксид водорода и др.), в присутствии которых процесс озоления сокращается до 2—3 ч. Наряду с этим существуют ускорители, которые одновременно с ускорением озоления предотвращают потери фосфора, связывая его. К такого рода ускорителям относятся ацетат магния, ацетат кальция и др.

При мокром озолении применяют смесь серной и азотной кислот или одну из этих кислот при температуре их кипения, а также пергидроль или другие окислители. Температура озоления находится на уровне 330 °С. Для мокрого озоления можно использовать объекты с высокой влажностью и жидкие.

При определении количества микроэлементов в золе проводят озоление парами азотной кислоты (ускоренное).

В последнее время все большее распространение получает определение макро- и микроэлементов методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии, который позволяет определять содержание многих элементов с высокой точностью. Принцип этого метода основан на способности диссоциированных атомов элементов (свободных от химических связей) поглощать свет в очень узкой области спектра. Этот метод прост в работе, универсален и высокочувствителен.

Определение массовой доли золы сухим методом без ускорителя. Техника определения — в заранее прокаленные и доведенные до постоянной массы тигли (взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г) отвешивают навеску исследуемого продукта. Тигли помещают у края дверцы муфельной печи, нагретой до темно-красного каления, что соответствует 400—500 °С. Обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов сухой перегонки. После прекращения выделения продуктов сухой перегонки тигли продвигают в глубь печи и сжигают образец до исчезновения черных частиц при температуре 600—900 °С (ярко-красное каление). Цвет золы должен стать белым или слегка сероватым. Затем тигли помещают в эксикатор до полного охлаждения, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и вновь помещают в муфельную печь на прокаливание в течение 20 мин. Прокаливание продолжают до тех пор, пока погрешность взвешивания (0,0002 г) не превысит разницы между двумя последовательными взвешиваниями.

Из-за высокой гигроскопичности золы и тигля операцию взвешивания следует проводить быстро.

Определение массовой доли золы с азотной кислотой. Техника определения — подготавливают тигли, обугливают продукт, начинают озоление так же, как это указано в методике определения зольности без ускорителя.

Озоление ведут до превращения содержимого тигля в рыхлую массу серого цвета, после этого тигли вынимают из муфельной

печи на фарфоровую или металлическую подставку и дают остыть. Затем в тигль с помощью пипетки или стеклянной палочки добавляют 2 капли химически чистой азотной кислоты плотностью 1,2 г/см³ и помещают его на открытую дверцу муфельной печи для выпаривания азотной кислоты. Выпаривают азотную кислоту осторожно, не допуская кипения, во избежание ее разбрызгивания и потерн озольемого продукта. После испарения кислоты тигли прокалывают в глубине муфельной печи, нагретой до 600—900 °С (ярко-красное каление), в течение 20—30 мин. Затем тигли охлаждают в эксикаторе, взвешивают и вычисляют массовую долю золы.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустого тигля	г
Масса тигля с исследуемым образцом	г
Масса исследуемого образца	г
Массовая доля золы в образце	%
Массовая доля сухих веществ в образце (100—W)	%
Массовая доля золы в пересчете на сухие вещества	%
Заключение	

Контрольные вопросы

1. Какое значение имеют минеральные вещества в питании?
2. Как судят о содержании минеральных веществ?
3. Что такое чистая и сырая зола?
4. Что входит в состав золы?
5. В чем сущность сухого и мокрого озоления?
6. Какие потери возможны при озолении?
7. Какие катализаторы применяют при озолении?

РАБОТА 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ БЕЛКА

Среди азотистых веществ, входящих в состав пищевых продуктов, важнейшая роль принадлежит белкам. Их основное значение заключается в незаменимости другими компонентами пищи. Белки составляют основу процессов жизнедеятельности организма. Необходимость их постоянного обновления лежит в основе обмена веществ.

Белки в организме выполняют структурную (построение тканей и клеточных компонентов) и функциональную (ферменты, гормоны, дыхательные пигменты и др.) роль.

Дефицит белка в пищевом рационе повышает восприимчивость организма к инфекционным заболеваниям, нарушает процессы кроветворения, обмен липидов, витаминов и др. У детей при белковой недостаточности замедляются рост и умственное развитие.

Длительный избыток белка в питании также отрицательно сказывается на жизнедеятельности организма, вызывая переуто-

будимость нервной системы, нарушение обменных процессов, перегрузку печени и почек.

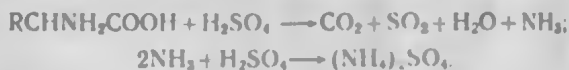
В ежедневном рационе взрослого человека белки должны составлять около 14% общей калорийности, сочетаясь в определенном соотношении с другими пищевыми веществами.

Известно, что растительные белки усваиваются организмом не полностью по сравнению с животными. Так, белки молока и яиц усваиваются на 96%, белки рыбы и мяса — на 95%, белки хлеба из муки пшеничной I и II сортов — на 85%, белки картофеля, хлеба из обойной муки, бобовых — на 70%. Учитывая, что растительные белки менее полноценны по составу незаменимых аминокислот, чем животные, потребление определенного количества животных белков совершенно необходимо. Для взрослого человека доля животных белков в среднем должна составлять около 55% общего количества белка в рационе.

Массовую долю белка в пищевых продуктах определяют по количеству общего азота методом Кьельдаля. С развитием фото- и спектрофотометрии были разработаны методы количественного определения белка, основанные на его способности давать окрашенные соединения с некоторыми реагентами. Среди них следует отметить метод Лоури, биуретовый метод. Находят применение также физико-химические методы, в основу которых положены специфические свойства белка: образование различной степени помутнения в зависимости от концентрации белка в растворе сульфосалициловой кислоты (нефелометрический метод), способность белка адсорбировать некоторые красители и другие свойства белка.

Все перечисленные методы могут быть отнесены к ускоренным. При относительно небольших затратах времени они характеризуются достаточно высокой точностью и простотой определения. В настоящем руководстве изложены три метода количественного определения белка: биуретовый, нефелометрический и Лоури.

Определение массовой доли белка методом Кьельдаля. Метод основан на минерализации навески продукта при нагревании с концентрированной серной кислотой в присутствии катализаторов. При этом углерод и водород органических соединений окисляются до диоксида углерода и воды, азот, освобождаемый в виде аммиака, соединяется в колбе с серной кислотой, образуя сульфат аммония. Схематично происходящие реакции могут быть представлены следующим образом:



На последующей стадии дистилляции раствор сульфата аммония обрабатывают концентрированным раствором гидроксида

натрия, при этом аммиак освобождается и улавливается титрованным раствором серной кислоты. Избыток серной кислоты оттитровывают раствором гидроксида натрия. Метод Кьельдаля применяют в нескольких модификациях, отличающихся в основном условиями минерализации. Для ускорения процесса вводят различные катализаторы: оксид меди, селен, свинец и другие, повышают температуру кипения серной кислоты добавлением солей, сульфата калия или натрия, сочетают добавление катализатора и солей при сжигании навески.

Методом Кьельдаля в любой модификации определяется количество общего азота. Массовая доля белка вычисляется умножением полученной величины общего азота на переводной коэффициент 6,25, исходя из того, что в белках в среднем содержится 16% азота. Условность полученных результатов при таком пересчете очевидна, так как не весь азот пищевого продукта находится в форме белка и, кроме того, процентное содержание азота в белках подвержено колебаниям как в сторону повышения, так и в сторону понижения от 16%. В некоторых продуктах азотистые вещества небелкового характера достигают значительных количеств (мышечная ткань рыбы — 15%, мясо животных — 10—16% от общего количества азотистых веществ).

Следовательно, для получения более точных результатов необходимо либо при пересчете общего азота на белок использовать различные коэффициенты в зависимости от процентного содержания азота в белках отдельных продуктов: мясо и овощи — 6,25; пшеница, рожь, горох и др. — 5,7; гречиха, рис — 6,0; молоко — 6,37 и т. д., либо белковый азот определять отдельно специальными методами.

Определение массовой доли белка биуретовым методом. Специфической реакцией на содержание белка является биуретовая реакция, так как ее дают полипептидные связи. Она получила свое название от производного мочевины — биурета, который образуется в щелочном растворе медного купороса окрашенное комплексное соединение. Интенсивность окрашивания пропорциональна содержанию пептидных связей, а следовательно, и концентрации белка в растворе.

Биуретовую реакцию дают все белки, пептоны и полипептиды, начиная с тетрапептидов.

Эта реакция длительное время использовалась как качественная реакция на белок. В дальнейшем она стала применяться для количественного определения белка в различных объектах. Биуретовый метод применяют в различных модификациях, различающихся условиями экстрагирования белка, способами внесения биуретового реактива и техникой колориметрирования.

Ниже приводится биуретовый метод определения массовой доли белка в муке в модификации Дженнингса, эксперименталь-

будимость нервной системы, нарушение обменных процессов, перегрузку печени и почек.

В ежедневном рационе взрослого человека белки должны составлять около 14% общей калорийности, сочетаясь в определенном соотношении с другими пищевыми веществами.

Известно, что растительные белки усваиваются организмом не полностью по сравнению с животными. Так, белки молока и яиц усваиваются на 96%, белки рыбы и мяса — на 95%, белки хлеба из муки пшеничной I и II сортов — на 85%, белки картофеля, хлеба из обойной муки, бобовых — на 70%. Учитывая, что растительные белки менее полноценны по составу незаменимых аминокислот, чем животные, потребление определенного количества животных белков совершенно необходимо. Для взрослого человека доля животных белков в среднем должна составлять около 55% общего количества белка в рационе.

Массовую долю белка в пищевых продуктах определяют по количеству общего азота методом Кьельдаля. С развитием фото- и спектрофотометрии были разработаны методы количественного определения белка, основанные на его способности давать окрашенные соединения с некоторыми реагентами. Среди них следует отметить метод Лоури, биуретовый метод. Находят применение также физико-химические методы, в основу которых положены специфические свойства белка: образование различной степени помутнения в зависимости от концентрации белка в растворе сульфосалициловой кислоты (нефелометрический метод), способность белка адсорбировать некоторые красители и другие свойства белка.

Все перечисленные методы могут быть отнесены к ускоренным. При относительно небольших затратах времени они характеризуются достаточно высокой точностью и простотой определения. В настоящем руководстве изложены три метода количественного определения белка: биуретовый, нефелометрический и Лоури.

Определение массовой доли белка методом Кьельдаля. Метод основан на минерализации навески продукта при нагревании с концентрированной серной кислотой в присутствии катализаторов. При этом углерод и водород органических соединений окисляются до диоксида углерода и воды, азот, освобождаемый в виде аммиака, соединяется в колбе с серной кислотой, образуя сульфат аммония. Схематично происходящие реакции могут быть представлены следующим образом:



На последующей стадии дистилляции раствор сульфата аммония обрабатывают концентрированным раствором гидроксида

натрия, при этом аммиак освобождается и улавливается титрованным раствором серной кислоты. Избыток серной кислоты оттитровывают раствором гидроксида натрия. Метод Кьельдаля применяют в нескольких модификациях, отличающихся в основном условиями минерализации. Для ускорения процесса вводят различные катализаторы: оксид меди, селен, свинец и другие, повышают температуру кипения серной кислоты добавлением солей, сульфата калия или натрия, сочетают добавление катализатора и солей при сжигании навески.

Методом Кьельдаля в любой модификации определяется количество общего азота. Массовая доля белка вычисляется умножением полученной величины общего азота на переводный коэффициент 6,25, исходя из того, что в белках в среднем содержится 16% азота. Условность полученных результатов при таком пересчете очевидна, так как не весь азот пищевого продукта находится в форме белка и, кроме того, процентное содержание азота в белках подвержено колебаниям как в сторону повышения, так и в сторону понижения от 16%. В некоторых продуктах азотистые вещества небелкового характера достигают значительных количеств (мышечная ткань рыбы — 15%, мясо животных — 10—16% от общего количества азотистых веществ).

Следовательно, для получения более точных результатов необходимо либо при пересчете общего азота на белок использовать различные коэффициенты в зависимости от процентного содержания азота в белках отдельных продуктов: мясо и овощи — 6,25; пшеница, рожь, горох и др. — 5,7; гречиха, рис — 6,0; молоко — 6,37 и т. д., либо белковый азот определять отдельно специальными методами.

Определение массовой доли белка биуретовым методом. Специфической реакцией на содержание белка является биуретовая реакция, так как ее дают полипептидные связи. Она получила свое название от производного мочевины — биурета, который образует в щелочном растворе медного купороса окрашенное комплексное соединение. Интенсивность окрашивания пропорциональна содержанию пептидных связей, а следовательно, и концентрации белка в растворе.

Биуретовую реакцию дают все белки, пептоны и полипептиды, начиная с тетрапептидов.

Эта реакция длительное время использовалась как качественная реакция на белок. В дальнейшем она стала применяться для количественного определения белка в различных объектах. Биуретовый метод применяют в различных модификациях, различающихся условиями экстрагирования белка, способами внесения биуретового реактива и техникой колориметрирования.

Ниже приводится биуретовый метод определения массовой доли белка в муке в модификации Дженнингса, эксперименталь-

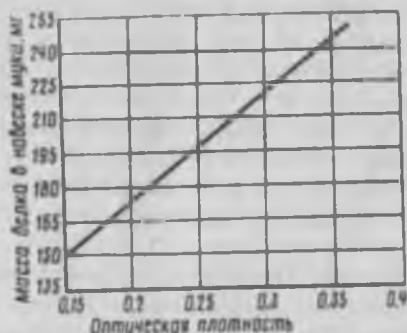


Рис. 6. Калибровочная кривая для определения массовой доли белка биуретовым методом

ная проверка которого выявила ряд его преимуществ перед другими модификациями.

Биуретовый реактив — 15 см³ 10 н. раствора КОН и 25 г сегнетовой соли, взятой с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют примерно в 900 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Медленно добавляют при постоянном перемешивании 30 см³ 4 %-ного раствора CuSO₄, отмеренных цилиндром, и доводят объем колбы до метки дистиллированной водой.

Техника определения — взвешивают около 1,5 г муки с погрешностью $\pm 0,001$ г и помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250—300 см³, снабженную пробкой. Отмеривают цилиндром с ценой деления 0,1 см³ под тягой 2 см³ четыреххлористого углерода для извлечения жира из образца, добавляют пипеткой 100 см³ биуретового реактива. Закрытую пробкой колбу встряхивают на механическом встряхивателе в течение 60 мин. Далее вытяжку центрифугируют в течение 10 мин при частоте вращения 4500 мин⁻¹. Прозрачный центрифугат помещают в кюветы фотоэлектроколориметра с толщиной слоя раствора 5 мм. Измерение оптической плотности производят при длине волны 550 нм.

По величине оптической плотности белковой вытяжки определяют содержание белка в навеске (мг) с помощью калибровочной кривой (рис. 6).

Рассчитывают массовую долю белка (в %) на сухие вещества муки.

Запись в лабораторном журнале

Масса муки (m)	г
Величина оптической плотности (D)	
Содержание белка в навеске муки (по калибровочной кривой) ($n/1000$)	г
Массовая доля белка в муке (M_1)	%
Массовая доля белка в 100 г сухих веществ (M)	%
Закключение	

Построение калибровочной кривой — для построения калибровочной кривой подбирают образцы муки с различной массовой долей белка в диапазоне, встречающемся в ре-

альных условиях (от 8 до 20%). Интервал в содержании белка образцов должен находиться в пределах не более 1%. Количество образцов не должно быть менее 10. С увеличением их числа точность определений возрастает.

Затем приведенным выше методом Дженнингса определяют оптическую плотность белковых вытяжек всех образцов.

При построении кривой на оси абсцисс откладывают величины оптической плотности, а на оси ординат — содержание белка в навеске в мг.

Определение массовой доли белка нефелометрическим методом. Метод основан на измерении интенсивности светового потока, рассеянного твердыми или коллоидными частицами, находящимися в растворе во взвешенном состоянии. По интенсивности светорассеяния, определяемой нефелометром, судят о концентрации исследуемого вещества.

В настоящее время находят широкое использование фотоэлектрические нефелометры.

Растворы высокомолекулярных соединений, например растворы белков, способны при определенных условиях в присутствии некоторых химических реагентов опалесцировать. Одним из таких реагентов является сульфосалициловая кислота. Концентрация белка в этом случае может быть определена по интенсивности опалесценции.

Продукты гидролиза белка — пептоны, аминокислоты и другие азотсодержащие вещества — не опалесцируют.

Экспериментальной проверкой установлено, что нефелометрический метод с использованием сульфосалициловой кислоты отличается быстротой, высокой точностью, простотой и хорошей корреляцией с методом Кьельдаля.

Техника определения — около 0,5 г исследуемой муки взвешивают с погрешностью $\pm 0,001$ и помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, снабженную пробкой. В колбу добавляют из бюретки 50 см³ 0,05 н. раствора гидроксида натрия. Закрытую пробкой колбу встряхивают на механическом встряхивателе в течение 15 мин. Затем вытяжку центрифугируют 10 мин при частоте вращения 6000 мин⁻¹. 5 см³ прозрачного центрифугата пипеткой переносят в мерную колбу на 50 см³ и содержимое колбы доводят до метки сульфосалициловой кислотой.

При нефелометрическом анализе получение правильных результатов в значительной мере зависит от методики получения суспензии, в частности от порядка смешивания растворов, скорости смешивания. Поэтому после добавления сульфосалициловой кислоты колбу быстро переворачивают 2—3 раза (не более), раствор наливают в кювету с толщиной слоя 5 мм и измеряют величину оптической плотности раствора при длине волны

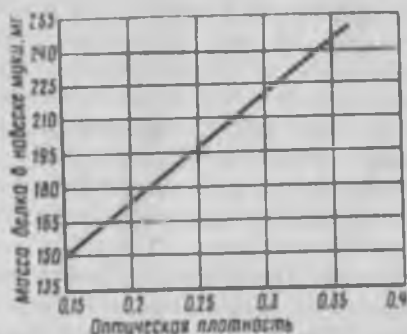


Рис. 6. Калибровочная кривая для определения массовой доли белка биуретовым методом

ная проверка которого выявила ряд его преимуществ перед другими модификациями.

Биуретовый реактив — 15 см³ 10 и. раствора КОН и 25 г сегнетовой соли, взятой с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют примерно в 900 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Медленно добавляют при постоянном перемешивании 30 см³ 4 %-ного раствора CuSO4, отмеренных цилиндром, и доводят объем колбы до метки дистиллированной водой.

Техника определения — взвешивают около 1,5 г муки с погрешностью $\pm 0,001$ г и помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250—300 см³, снабженную пробкой. Отмеривают цилиндром с ценой деления 0,1 см³ под тягой 2 см³ четыреххлористого углерода для извлечения жира из образца, добавляют пипеткой 100 см³ биуретового реактива. Закрытую пробкой колбу встряхивают на механическом встряхивателе в течение 60 мин. Далее вытяжку центрифугируют в течение 10 мин при частоте вращения 4500 мин⁻¹. Прозрачный центрифугат помещают в кюветы фотоэлектроколориметра с толщиной слоя раствора 5 мм. Измерение оптической плотности производят при длине волны 550 нм.

По величине оптической плотности белковой вытяжки определяют содержание белка в навеске (мг) с помощью калибровочной кривой (рис. 6).

Рассчитывают массовую долю белка (в %) на сухие вещества муки.

Запись в лабораторном журнале

Масса муки (m)	г
Величина оптической плотности (D)	
Содержание белка в навеске муки (по калибровочной кривой) ($n/1000$)	г
Массовая доля белка в муке (M_1)	%
Массовая доля белка в 100 г сухих веществ (M)	%
Заключенне	

Построение калибровочной кривой — для построения калибровочной кривой подбирают образцы муки с различной массовой долей белка в диапазоне, встречающемся в ре-

альных условиях (от 8 до 20%). Интервал в содержании белка образцов должен находиться в пределах не более 1%. Количество образцов не должно быть менее 10. С увеличением их числа точность определений возрастает.

Затем приведенным выше методом Дженнингса определяют оптическую плотность белковых вытяжек всех образцов.

При построении кривой на оси абсцисс откладывают величины оптической плотности, а на оси ординат — содержание белка в навеске в мг.

Определение массовой доли белка нефелометрическим методом. Метод основан на измерении интенсивности светового потока, рассеянного твердыми или коллоидными частицами, находящимися в растворе во взвешенном состоянии. По интенсивности светорассеяния, определяемой нефелометром, судят о концентрации исследуемого вещества.

В настоящее время находят широкое использование фотоэлектрические нефелометры.

Растворы высокомолекулярных соединений, например растворов белков, способны при определенных условиях в присутствии некоторых химических реагентов опалесцировать. Одним из таких реагентов является сульфосалициловая кислота. Концентрация белка в этом случае может быть определена по интенсивности опалесценции.

Продукты гидролиза белка — пептоны, аминокислоты и другие азотсодержащие вещества — не опалесцируют.

Экспериментальной проверкой установлено, что нефелометрический метод с использованием сульфосалициловой кислоты отличается быстротой, высокой точностью, простотой и хорошей корреляцией с методом Кьельдаля.

Техника определения — около 0,5 г исследуемой муки взвешивают с погрешностью $\pm 0,001$ и помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, снабженную пробкой. В колбу добавляют из бюретки 50 см³ 0,05 н. раствора гидроксида натрия. Закрытую пробкой колбу встряхивают на механическом встряхивателе в течение 15 мин. Затем вытяжку центрифугируют 10 мин при частоте вращения 6000 мин⁻¹. 5 см³ прозрачного центрифугата пипеткой переносят в мерную колбу на 50 см³ и содержимое колбы доводят до метки сульфосалициловой кислотой.

При нефелометрическом анализе получение правильных результатов в значительной мере зависит от методики получения суспензии, в частности от порядка смешивания растворов, скорости смешивания. Поэтому после добавления сульфосалициловой кислоты колбу быстро переворачивают 2—3 раза (не более), раствор наливают в кювету с толщиной слоя 5 мм и измеряют величину оптической плотности раствора при длине волны

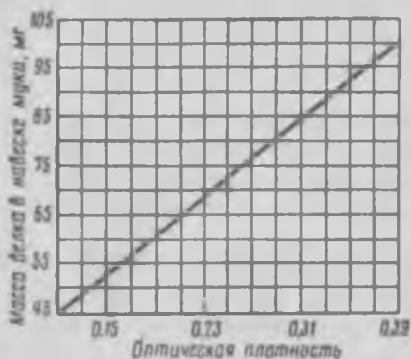


Рис. 7. Калибровочная кривая для определения массовой доли белка нефелометрическим методом

550 нм. Замеры следует проводить сразу после добавления кислоты, так как частицы белка быстро агрегируют.

Массовую долю белка определяют по калибровочной кривой (рис. 7). Построение ее ведут так же, как и при биуретовом методе.

Запись в лабораторном журнале аналогична записи, данной к биуретовому методу. По полученным данным делают заключение.

Определение массовой доли белка методом Лоури

Метод Лоури основан на реакции реактива Фолина с фенольными радикалами некоторых аминокислот, входящих в состав белков, в результате которой образуется соединение, придающее синюю окраску раствору белка. Интенсивность окрашивания зависит от массовой доли белка в исследуемом объекте. Метод обладает высокой чувствительностью и позволяет определять содержание белка при концентрации его в растворе от 10 до 100 мкг.

Необходимые реактивы — стандартный реактив Фолина: 100 г вольфрамата натрия и 25 г молибдата натрия вносят в круглодонную колбу вместимостью 2 дм³ с притертым обратным холодильником, добавляют 700 см³ дистиллированной воды, 50 см³ 85%-ного раствора ортофосфорной кислоты плотностью 1,869 г/см³ и 100 см³ концентрированной соляной кислоты; смесь кипятят на слабом огне на асбестовой сетке в течение 10 ч (можно с перерывом), охлаждают, переносят в коническую колбу Эрленмейера, стенки колбы и холодильник ополаскивают 50 см³ воды, затем туда же добавляют 150 г сульфата лития и 5 капель брома. Открытую колбу нагревают и кипятят под тягой на слабом огне 15—20 мин для удаления паров брома (раствор должен иметь желтую окраску. Если раствор зеленый, то обработку бромом повторяют). После охлаждения раствор доводят дистиллированной водой до 1 дм³ и фильтруют через трубку Алина, заполненную стеклянной ватой. Концентрацию кислоты проверяют титрованием разбавленного в десять раз реактива Фолина 0,1 н. раствором NaOH по фенолфталеину. Приготовленный раствор хранят в склянке из темного стекла. Рабочий раствор Фолина готовят разведением основного раствора дистиллированной водой в два раза.

Смешанный реактив: 2%-ный раствор Na₂CO₃ в 0,1 н. растворе гидроксида натрия и 0,5%-ный раствор CuSO₄·5H₂O в

1%-ном растворе тартрата калия — натрия смешивают в соотношении объемов 50:1 в день проведения анализа (раствор годен в течение дня).

Подготовка проб для продуктов с высокой массовой долей белка и малым содержанием влаги — из средней пробы материала (крупы) отбирают навеску массой около 10 г и измельчают на лабораторной мельнице в течение 3 мин. Из полученного продукта взвешивают навеску массой 1,5—5 г (мука пшеничная — 2 г, рисовая мука — 5 г) с погрешностью $\pm 0,01$ г в зависимости от содержания водорастворимого белка и помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, снабженную пробкой. В колбу добавляют пипеткой 100 см³ дистиллированной воды, смесь хорошо перемешивают и встряхивают на механическом встряхивателе в течение 60 мин. Затем суспензию центрифугируют в течение 7—10 мин при частоте вращения 4—5 тыс. мин⁻¹. Водный экстракт белков осторожно сливают с осадка в пробирку и используют для анализа.

Подготовка проб для продуктов с малой массовой долей белка и высоким содержанием влаги — вымытые, подсушенные от воды сочные клубни или плоды нарезают, выделяя в виде сегмента $\frac{1}{4}$ часть, натирают на терке и хорошо перемешивают. Из полученной кашки взвешивают навеску массой 2,5—5 г с погрешностью $\pm 0,01$ г (картофель — 2,5 г), помещают в фарфоровую ступку, добавляют небольшое количество кварцевого песка и тщательно растирают в течение 3 мин. Растертую массу количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250—300 см³ с помощью 100 см³ дистиллированной воды и встряхивают на механическом встряхивателе в течение 20 мин. Затем суспензию центрифугируют в течение 10—15 мин при 6000 мин⁻¹, прозрачный центрифугат сливают в пробирку и используют для анализа.

Техника определения — в пробирку отмеривают пипетками 0,5 см³ белковой вытяжки, содержащей 50—500 мкг белка и 2,5 см³ смешанного реактива, перемешивают и через 10 мин добавляют к ней 0,25 см³ рабочего раствора Фолина.

После 30 мин выдержки, необходимой для развития окраски, раствор переливают в кювету с толщиной слоя раствора 5 мм, определяют величину оптической плотности на фотоэлектроколориметре при длине волны 580 нм — содержание белка 50—500 мкг в 1 см³ или на спектрофотометре при длине волны 750 нм — содержание белка 10—15 мкг в 1 см³. По величине оптической плотности белковой вытяжки определяют массовую долю белка с помощью калибровочной кривой (рис. 8). Результат выражают в процентах на сухие вещества.

Построение калибровочной кривой — для построения калибровочной кривой применяют белок, близкий по

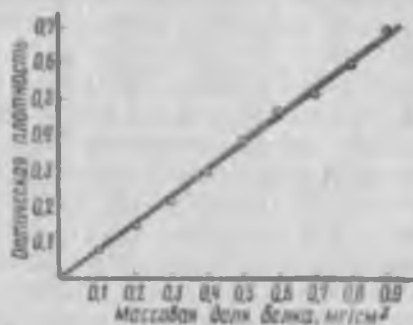


Рис. 8. Калибровочная кривая для определения массовой доли белка по методу Лоури

вую — 1 см³, во вторую — 2 см³ и так далее до 9 см³. Объем в пробирках доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Оптическую плотность полученных растворов белка определяют так, как это описано приведенным выше методом Лоури. При построении калибровочной кривой на оси абсцисс откладывают содержание белка в растворе (в мг/см³), на оси ординат — величину оптической плотности.

своей природе к исследуемому белку, приготавливая несколько растворов с точно известной массовой долей белка. Для этого в 100 см³ дистиллированной воды растворяют 100 мг взвешенного с погрешностью $\pm 0,0001$ г чистого кристаллического альбумина. В 1 см³ раствора содержится 1 мг белка. В 9 пробирок с меткой на 10 см³ отмеривают в возрастающих количествах приготовленный раствор белка: в пер-

Запись в лабораторном журнале

Масса продукта (муки, крупы и т. д.) (m)	г
Значение оптической плотности (D)	
Содержание белка, найденное по калибровочной кривой (A)	мг/см³
Содержание белка в навеске продукта ($M_1 = A \cdot 100/1000$)	г
Массовая доля белка в продукте ($M = M_1 \cdot 100/m$)	%
Массовая доля влаги в продукте	%
Массовая доля белка в пересчете на сухие вещества	%
Закключение	

Контрольные вопросы

1. Каково значение белков для организма человека?
2. Каков принцип определения белка по методу Кьельдаля и каковы его достоинства и недостатки?
3. В чем заключается принцип биуретового метода определения белка?
4. В чем заключается принцип нефелометрического метода определения белка?
5. Каков принцип определения белка по методу Лоури?
6. Каковы недостатки и преимущества метода Лоури по сравнению с другими ускоренными методами.

РАБОТА 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА

Жиры представляют собой основную группу органических соединений, выделенных в класс липидов. Помимо жиров, к липидам относятся жироподобные вещества — воски, стероиды.

фосфолипиды и др., объединенные под общим названием липоидов. Липиды чрезвычайно широко распространены в природе. Они участвуют в построении клеточных структур животных и растительных тканей, в биохимических процессах, протекающих на клеточном уровне. Липиды легко образуют многочисленные комплексы с белками, углеводами и другими органическими соединениями, которые выполняют важные физиологические функции — обеспечивают окислительно-восстановительные процессы на клеточном уровне, принимают участие в биосинтезе белков, обеспечивают одностороннюю проницаемость и перенос веществ через клеточные мембраны, принимают участие в высшей нервной деятельности и т. д.

Жиры являются самыми распространенными соединениями класса липидов. По химическому строению — это триглицериды — сложные эфиры высших жирных кислот и трехатомного спирта — глицерина. В состав природных триглицеридов в различных сочетаниях входят десятки органических кислот, отличающиеся числом углеродных атомов в молекуле, наличием или отсутствием двойных связей, содержанием оксигрупп в углеводородном радикале и т. д., что и определяет многообразие природных жиров.

В больших количествах в состав жиров входят олеиновая и пальмитиновая кислоты, за что их называют главными жирными кислотами.

Жиры животного и растительного происхождения существенно отличаются.

Животные жиры более богаты по набору высших жирных кислот, в их состав входят кислоты с числом углеродных атомов от 20 до 24, причем преобладают насыщенные жирные кислоты.

В составе *растительных жиров* преобладают ненасыщенные жирные кислоты — олеиновая, линолевая, линоленовая, а из предельных в значительных количествах содержится лишь пальмитиновая кислота.

Характер входящих в состав жира высших жирных кислот и определяет его физические свойства. Если в составе триглицерида преобладают насыщенные жирные кислоты с высокой температурой плавления, то и триглицерид — твердый (бараний жир, говяжий жир и др.), если же в его составе в основном ненасыщенные жирные кислоты — при обычных условиях это жир жидкий (растительные масла).

Жиры, окисляясь в организме, обеспечивают его энергией: при распаде 1 г жира до диоксида углерода и воды выделяется $38,9 \cdot 10^3$ — $40,0 \cdot 10^3$ Дж, тогда как при распаде 1 г углеводов или белков всего $17,1 \cdot 10^3$ Дж.

За счет энергетической ценности жиров, входящих в состав

пищевого рациона, организм человека покрывает до 30% расходуемой энергии.

Пищевая ценность жиров определяется их составом, усвояемостью и наличием в них так называемой нежировой фракции — жирорастворимых витаминов, фосфатидов, стерина и др.

Общим свойством липидов является их нерастворимость в воде, но хорошая растворимость в органических растворителях — бензоле, бензине, петролейном эфире, серном эфире, ацетоне, хлороформе, сероуглероде, метилом и этиловом спирте и т. д. На этом свойстве и основаны почти все методы количественного определения жира. В качестве растворителя чаще всего употребляют этиловый (серный) или петролейный эфиры. При экстрагировании эфиром, помимо жиров, одновременно из навески продукта извлекается все, что растворяется в эфире. Из жироподобных веществ извлекаются воски, стерины, свободные жирные кислоты и др. Если же эфир недостаточно чист и содержит примеси спирта, ацетона, влаги, то в него могут переходить вещества, не относящиеся к классу липидов — смолы, опирты, красящие вещества, сахара, альдегиды, кетоны. Если в навеске продукта содержались эфирные масла, они тоже перейдут в вытяжку.

Вещества, извлекаемые с помощью растворителя из навески продукта, условно называют *сырой жир*. Так как состав сырого жира в значительной степени зависит от чистоты растворителя, перед использованием растворитель очищают от воды и спирта, а испытуемый материал обрабатывают холодной водой для удаления сахаров и затем высушивают.

Существует четыре группы методов количественного определения сырого жира.

К первой группе относятся методы, которые позволяют практически полностью извлекать жир из навески путем многократного его экстрагирования растворителем в специальном аппарате. Из полученной вытяжки отгоняют растворитель, а остаток высушивают и взвешивают (метод Сокслета).

Вторая группа методов предусматривает извлечение жира из навески испытуемого вещества путем настаивания с растворителем в колбе с притертой пробкой в течение определенного времени. Раствор фильтруют, растворитель отгоняют, остаток высушивают и взвешивают.

В третьей группе методов навеску продукта обрабатывают через повторную экстракцию растворителем до полного удаления жира из нее. Обезжиренный остаток испытуемого вещества высушивают, взвешивают и по разнице массы до и после экстракции находят содержание жира в продукте (метод Рушковского).

В четвертой группе методов навеску продукта обрабатывают растворителем с высоким коэффициентом преломления (бромнафталин-а и др.) для извлечения из нее жира. Смесь фильтру-

Рис. 9. Аппарат Сокслета для количественного определения жира:

1 — сифон; 2 — обратный холодильник; 3 — экстрактор; 4 — широкая трубка; 5 — приемная колба

ют, фильтрат наносят на призму рефрактометра и определяют коэффициент преломления раствора жира в растворителе. Зная коэффициент преломления чистого растворителя, рассчитывают содержание жира в продукте (рефрактометрические методы определения жира).

Из методов первой группы широкое применение в лабораторной практике имеет метод Сокслета.

Определение массовой доли сырого жира методом Сокслета. Извлекают сырой жир из навески испытуемого вещества в аппарате Сокслета, обеспечивающем непрерывность экстрагирования. При массовых определениях жира несколько приборов соединяют в одну батарею.

Аппарат (рис. 9) состоит из трех частей: экстрактора, приемной колбы и обратного холодильника. Все части прибора плотно с помощью шлифа присоединяются один к другому.

Экстрактор представляет собой цилиндрический сосуд, снабженный двумя боковыми трубками: более широкая 4 служит для отвода паров растворителя в холодильник, более тонкая 1 является сифоном, отводящим эфирную вытяжку в колбу.

Техника определения — навеску хорошо измельченного вещества берут в количестве от 3 до 10 г с погрешностью до 0,0002 г в зависимости от предполагаемого содержания жира в продукте (для муки 10 г) и помещают в бумажный патрон, изготовленный из плотной фильтровальной бумаги. Диаметр патрона должен быть несколько меньше внутреннего диаметра экстрактора, а по высоте он должен размещаться чуть ниже верхнего изгиба сифонной трубки. На дно патрона перед помещением в него вещества кладут небольшое количество сухой обезжиренной ваты и после его взвешивания с веществом навеску прикрывают такой же ватой. Для того чтобы не допустить извлечения водорастворимых веществ водой, содержащейся в самом материале, рекомендуется проводить высушивание патрона с навеской в вакуум-эксикаторе при комнатной температуре или в течение 3 ч при температуре 100—105 °С в атмосфере инертного газа или в вакууме, чтобы исключить окисление жира.

Сухую и чистую приемную колбу 5 взвешивают с погрешностью до 0,0002 г, наливают в нее этиловый эфир (от $\frac{2}{3}$ до $\frac{3}{4}$ ее вместимости с тем, чтобы количество эфира в 1,5—2 раза пре-



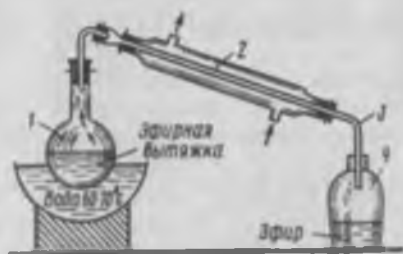


Рис. 10. Прибор для отгонки эфира:
1 — колба; 2 — прямой холодильник; 3 — форштосс; 4 — приемник.

вышло рабочий объем экстрактора). Патрон с навеской помещают в экстрактор, собирают весь прибор, пускают в холодильник воду и подогревают колбу с эфиром на водяной бане или электрической песочной плите. Кипение должно быть равномерным, так чтобы за 1 ч происходило 10—15 сливаний эфира. Пары кипящего эфира проходят по широкой трубке экстрактора в холодильник, конденсируются, и эфир стекает в патрон с навеской исследуемого продукта. Экстрактор постепенно наполняется эфиром, извлекающим жир из навески. Когда уровень эфира в экстракторе поднимется выше верхнего колена сифонной трубки, эфир с растворенным в нем жиром через сифон стечет в колбу. Вновь нагреваясь в колбе, эфир превращается в пар и поднимается в холодильник, а жир остается в колбе. Таким образом, одним и тем же небольшим количеством растворителя путем многократной экстракции можно перевести в приемную колбу весь жир, содержащийся в навеске.

Полнота извлечения жира определяется количеством сливаний эфирной вытяжки в течение 1 ч. При 10—15 сливаниях в час полная экстракция жира из вещества заканчивается через 4—5 ч. По окончании процесса экстрагирования прекращают нагревание колбы, дают ей остыть, отключают воду и отнимают холодильник. Затем, наклонив экстрактор, сливают в приемную колбу через сифонную трубку оставшийся в нем эфир и отделяют колбу от экстрактора. Если вытяжка получилась мутной, ее фильтруют в колбу, предварительно доведенную до постоянной массы. Остатки из колбы смывают небольшими новыми порциями эфира и отфильтровывают их через тот же фильтр, стараясь тщательно его промыть.

Прибор для отгонки эфира показан на рис. 10. Колбу 1 с раствором присоединяют к прямому холодильнику 2. Для уменьшения испарения эфира просветы в горлышке колбы 1 закрывают ватой. Форштосс 3 опускают в приемник 4 свободно, без пробки и вадут отгонку.

Окончательно удаляют эфир и высушивают сырой жир в сушильном шкафу, в термостате или вакуум-термостате при температуре 100—105 °C в атмосфере инертного газа до получения постоянной массы. Зная массу сырого жира и навеску, из которой он получен, вычисляют массовую долю сырого жира в исследуемом продукте.

Запись в лабораторном журнале

Масса колбы с жиром после высушивания	г
Масса пустой колбы	г
Масса сырого жира в 10 г муки	г
Массовая доля жира в муке	%
Массовая доля влаги в муке	%
Массовая доля сухих веществ в муке	%
Массовая доля жира в пересчете на сухие вещества муки	%
Заключение	

Определение массовой доли жира экстракционным методом с предварительным гидролизом навески. Арбитражным методом определения массовой доли жира в хлебобулочных изделиях (ГОСТ 5668—68) является метод, основанный на извлечении жира растворителем из предварительно гидролизованной навески изделия и определении массовой доли жира взвешиванием после удаления растворителя из определенного количества полученного раствора.

Техника определения — навеску продукта 10 г (при содержании жира в изделии более 10% навеска может быть уменьшена до 5 г), взвешенную с погрешностью до 0,01 г, помещают в плоскодонную колбу вместимостью примерно 300 см³, приливают 100 см³ 1,5%-ного раствора соляной кислоты (или 100 см³ 5%-ного раствора серной кислоты), кипятят в колбе с обратным холодильником на слабом огне 30 мин. Затем колбу охлаждают водой до комнатной температуры, приливают 50 см³ хлороформа, плотно закрывают хорошо пригнанной пробкой, энергично взбалтывают в течение 15 мин, далее ее содержимое выливают в центрифужные пробирки и центрифугируют 2—3 мин. В пробирке образуется три слоя. Верхний (водный) слой удаляют пипеткой, снабженной резиновой грушей, отбирают хлороформенный раствор жира и фильтруют его в сухую колбу через небольшой ватный тампон, вложенный в узкую часть воронки, причем кончик пипетки при этом должен касаться ваты. 20 см³ фильтрата переливают в предварительно доведенную до постоянной массы и взвешенную с погрешностью до 0,0002 г колбу вместимостью примерно 100 см³.

Отбор и фильтрация должны проводиться в течение 2 мин. Хлороформ из колбы отгоняют на бане, пользуясь холодильником.

Оставшийся жир сушат в колбе до постоянной массы (обычно 1—1,5 ч) при температуре 100—105 °С, охлаждают в эксикаторе 20 мин и взвешивают с той же погрешностью. Массовую долю жира в продукте рассчитывают по формуле:

$$X = 100 \cdot 100 \cdot 50 (m_1 - m_2) / 20m (100 - W),$$

где X — массовая доля жира в пересчете на сухие вещества, %; 50 — количество растворителя, взятое для извлечения жира, см³; m_1 — масса колбы с вы-

сушеным жиром, г; m_1 — масса пустой колбы, г; 2θ — количество фильтрата, взятое для определения жира, см³; m — масса продукта, г; W — массовая доля влаги в продукте, %.

Конечный результат представляет собой среднеарифметическое двух определений. Расхождение между результатами двух параллельных определений в одной лаборатории не должно превышать 0,5%, а расхождение между результатами определений одной и той же пробы в разных лабораториях не должно превышать 1%.

Запись в лабораторном журнале

Масса колбы с высушенным жиром (m_1)	г
Масса пустой колбы (m_2)	г
Масса продукта (m)	г
Массовая доля влаги в продукте, определенная высушиванием до постоянной массы (W)	%
Массовая доля жира в пересчете на сухие вещества (X)	%
Заключение	

Контрольные вопросы

1. Чем определяется многообразие жиров в природе и каковы их свойства?
2. На чем основаны методы определения жира?
3. Как устроен аппарат Сокслета?
4. Какие вещества применяются для экстрагирования жира из навески продукта?
5. Что входит в понятие сырой жир?

РАБОТА 7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ САХАРОЗЫ

Поляриметрический метод основан на измерении угла поворота плоскости поляризации при прохождении поляризованного света через оптически активные вещества.

Оптической активностью обладают различные органические соединения, имеющие в молекулах асимметрические атомы углерода: аминокислоты, углеводы, органические кислоты и др.

В зависимости от направления вращения плоскости поляризации, производимого оптически активным веществом, различают право- и левовращающие оптически активные вещества.

В частности, сахароза, глюкоза, мальтоза относятся к правовращающим оптически активным веществам, фруктоза — к левовращающим. Угол вращения плоскости поляризации пропорционален длине пути, проходимого лучом в активной среде, а также концентрации оптически активного вещества, если это вещество находится в растворенном состоянии.

Для каждого оптически активного вещества важной характеристикой является удельная вращательная способность.

Удельной вращательной способностью называют угол вращения плоскости поляризации, производящий раствор оптически активного вещества, в 100 см^3 которого содержится 100 г вещества, при толщине слоя раствора 1 дм . Обычно удельное вращение определяют при температуре 20°C , используя желтый свет натриевого пламени и обозначают символом $[\alpha]^{20}_D$, где D — линия натриевого пламени.

Удельное вращение сахарозы численно равно: $[\alpha]^{20}_D = 66,53^\circ$.

Зная удельное вращение исследуемого вещества $[\alpha]^{20}_D$, толщину слоя раствора (l) и угол поворота плоскости поляризации (α), можно найти концентрацию раствора ($g/100 \text{ мл}$):

$$C = \frac{100\alpha}{l[\alpha]^{20}_D}.$$

В ряде отраслей пищевой промышленности — сахарной, кондитерской, крахмало-паточной и др. — поляризметрическим методом определяют содержание углеводов в сырье, полуфабрикатах, готовых изделиях и вторичных продуктах производства.

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

Наибольшее распространение в сахарной, крахмало-паточной и других отраслях пищевой промышленности получили *сахариметры* — поляриметры со шкалой, градуированной по сахарозе.

Поляриметр общего назначения имеет круговую шкалу, вращающуюся вместе с анализатором. Вращением анализатора достигается компенсация угла вращения плоскости поляризации, осуществляемая оптически активным веществом. Шкала поляриметра разделена на 360° и позволяет измерить угол вращения в дуговых градусах.

Оптическая схема сахариметра отличается тем, что анализатор, поставленный на полутьму по отношению к поляризатору, закреплен неподвижно, а измерение угла поворота происходит с помощью клиновой кварцевой компенсации. Простой клиновой кварцевый компенсатор (рис. 11) состоит из двух кварцевых клиньев K_1 и K_2 и одного стеклянного контрклина C . Кли K_1 выполнен из правовращающего кварца и закреплен неподвижно, а кли K_2 — из левовращающего кварца и его можно перемещать, вводя в оптическую систему большую или меньшую его толщину. Когда толщина клина K_2 больше толщины клина K_1 , вся система

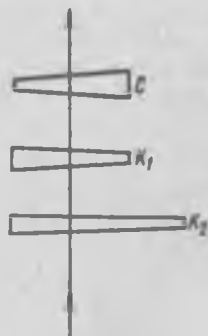


Рис. 11. Клиновая кварцевая компенсация в сахариметре

будет компенсировать правое вращение, так как она вращает плоскость поляризации влево. При анализе левовращающих веществ клин K_2 передвигают так, чтобы его толщина была меньше толщины клина K_1 , и вся система будет вращать плоскость поляризации вправо, компенсируя левое вращение. Контрклин C в системе служит для устранения изменения направления светового потока и его разложения при прохождении через кварцевые клинья. Подвижный клин встроен в рамку, связанную со шкалой сахариметра. Поскольку угол вращения плоскости поляризации, производимый кварцем, прямо пропорционален его толщине и является линейной функцией перемещения клина, шкала сахариметра также линейная. Сахариметр даст отсчет 100 делений, когда в поляриметрической трубке длиной 200 мм содержится раствор химически чистой безводной сахарозы концентрацией 26,00 г в 100 см³ при температуре раствора 20°C. Следовательно, одно деление линейной шкалы (условно 1°) соответствует раствору, содержащему 0,26 г сахарозы в 100 см³.

Навеска 26,00 г называется нормальной навеской, а поляриметрическая трубка для раствора длиной 200 мм — нормальной трубкой.

Градусы линейной шкалы сахариметра можно перевести в градусы круговой шкалы поляриметра при помощи следующих соотношений: 100° сахарной шкалы соответствует 34,62° дуговой шкалы поляриметра, а 1° равен 0,3462° дуговой шкалы. Сахариметр позволяет измерять вращение плоскости поляризации от -10° до +100°. Прибор имеет 2 шкалы: большую — основную и малую — нониусную. Шкала нониуса дает возможность проведения измерения с погрешностью до 0,1°.

Пользуясь сахариметром, можно определить массовую долю сахарозы (в %) в различных сахаросодержащих объектах, например в сахаре-песке, мелассе, сиропах. Для этого отвешивают нормальную навеску продукта и готовят раствор в мерной колбе на 100 см³, доводят дистиллированной водой температурой 20°C до метки. При использовании поляризационной трубки 200 мм шкала сахариметра покажет процентное содержание сахарозы в исследуемом продукте. При анализе прозрачных растворов их поляриметрируют без предварительного осветления. Мутные и окрашенные растворы требуют специальной подготовки, заключающейся в обработке осветлителями, в качестве которых используют реактив Карреза (растворы солей гексацианоферрата(II) калия и сульфата цинка), растворы ацетата свинца, молибдата аммония, фосфорно-вольфрамовой кислоты и др. Осветлители должны дозироваться в соответствии с прописью метода для данного объекта исследования.

Техника определения — перед началом проведения опыта необходимо проверить правильность установки прибора на

нуль. Для этого после включения его в сеть фокусируют окуляр-анализатора, добиваясь четкой видимости поля зрения и шкалы прибора вращением оправ лупы и зрительной трубы. Затем проверяют нулевое положение сахариметра без поляриметрической трубки, вращая рукоятку кремальерной передачи и добиваясь однородного поля зрения по интенсивности освещенности в обеих его половинах; при этом на шкале должен быть зафиксирован нуль.

В чисто вымытую и высушенную или ополоснутую исследуемым раствором трубку через воронку наливают исследуемый раствор в таком количестве, чтобы верхний мениск его выступал над краями трубки; температура раствора должна быть 20°C . Ожидая некоторое время, чтобы содержащиеся в растворе пузырьки воздуха поднялись вверх. Подъем пузырьков можно ускорить, если слегка ударить пальцами по стенке трубки. Затем быстро накрывают трубку сверху покровным стеклом или надвигают его на торец трубки, как бы срезая раствор. Навинчивают гайку, следя за тем, чтобы под стеклом не оставался воздушный пузырек. Тщательно протерев снаружи покровные стекла фильтровальной бумагой, помещают трубку в камеру прибора.

Устанавливают освещенность обеих половин поля зрения таким же образом, как и при проверке нулевой точки. Затем отсчитывают показания с точностью до 1° по основной шкале и с точностью до $0,1^{\circ}$ при помощи нониуса. Прежде чем зафиксировать результат, необходимо проверить, соответствует ли найденное положение компенсатора искомому. С этой целью нужно едва заметным движением повернуть рукоятку сначала в одну сторону, а затем в другую. При этом происходит перемещение затемненной половины поля зрения с одной стороны на другую. Снова устанавливают одинаковую освещенность и фиксируют результат.

Отсчет осуществляют не менее трех раз, каждый раз начиная с возвращения рукоятки в нулевое положение, и рассчитывают среднеарифметическое показание. Пример отсчета по шкале сахариметра приведен на рис. 12, где дано нулевое положение основной шкалы и нониуса (а) и рабочее (б) при отсчете $12,7^{\circ}$ шкалы сахариметра. В положении б видно, что основная шкала показывает более 12° . Для определения десятых долей градуса необходимо установить, какое деление нониусной шкалы лежит

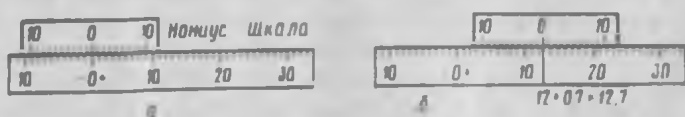


Рис. 12. Шкала сахариметра с клиновой компенсацией:

а — нулевое положение; б — рабочее положение

на одной прямой с делением основной шкалы, в нашем примере это седьмое деление. Зная, что 1° линейной шкалы сахариметра соответствует содержанию 0,26 г сахарозы в 100 см³ раствора при длине трубки 200 мм, рассчитывают концентрацию сахарозы в исследуемом растворе: $C = 12,7 \cdot 0,26 = 3,3$ г/100 см³.

Контрольные вопросы

1. Какой принцип положен в основу поляриметрического метода?
2. Что такое удельная вращательная способность?
3. Каковы принципиальные отличия оптических схем поляриметра и сахариметра?
4. Как градуируется шкала сахариметра и как осуществляют замер показаний по нониусной шкале?
5. Каково процентное содержание сахарозы в сиропе, если нормальная навеска его растворена в 100 см³ раствора, длина трубки равна 1 дм и показание шкалы сахариметра оказалось равным 17,8°? Как рассчитать то же при длине трубки 2 и 4 дм?
6. Как выразить нижеперечисленные показания линейной шкалы сахариметра в дуговых градусах поляриметра: 12,8; 19,2; 36,6; 49,9?

РАБОТА 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ КРАХМАЛА

Основными видами крахмалсодержащего сырья являются картофель, зерно и продукты его переработки (крупа, мука). Содержание крахмала в картофеле составляет в среднем 17,5% (или 70—80% его сухой массы), в зерновке злаков — 40—80% сухой массы.

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 групп методов следует назвать поляриметрические, колориметрические, химические, гравиметрические.

В крахмало-паточной, бродильной и других отраслях пищевой промышленности получили распространение поляриметрические методы.

Для определения содержания крахмала в растительном сырье 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 для осветления полученного гидролизата раствор обрабатывают реактивом — осадителем: фосфорно-вольфрамовой, пикриновой кислотами, молибдатом аммония, реактивом

Карреза (смесью растворов солей гексацианоферрата (II) калия и сульфата цинка). Прозрачный раствор поляризметрируют.

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

Необходимые реактивы — 0,31 н. раствор соляной кислоты (или 1,124%-ный раствор), 25%-ный раствор соляной кислоты; реактив Карреза I и II или 2,5%-ный раствор молибдата аммония, или 4%-ный раствор фосфорно-вольфрамовой кислоты.

Реактив Карреза I: отвешивают 15 г $[K_4Fe(CN)_6] \times 3 H_2O$ с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ дистиллированной водой и доводят водой до метки.

Реактив Карреза II: 30 г $ZnSO_4 \cdot 7 H_2O$, взятых с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см³ дистиллированной водой и доводят водой до метки.

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

Для осаждения белков и осветления раствора в колбу приливают цилиндром реактивы-осадители: по 2 см³ реактива Карреза I и II или 5 см³ раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты, или 6 см³ раствора молибдата аммония. Через 5 мин содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки, взбалтывают и фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата (до 10 см³) не используют. Прозрачным фильтратом с температурой 20 °C 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 (преимущественно углеводы).

Контрольный опыт — отвешивают 5 г продукта, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют цилиндром

ром 70 см³ воды и взбалтывают в течение 15 мин. Затем смывают горлышко колбы 10-см³ дистиллированной водой, освещают реактивом-осветлителем, используемым в основном опыте. Взбалтывают в течение 5 мин, доводят содержимое колбы до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют. Отбирают пипеткой 50 см³ фильтрата, переносят в мерную колбу на 100 см³, добавляют 2 см³ 25%-ного раствора HCl, выдерживают 15 мин на кипящей водяной бане, охлаждают до 20°C и поляризуют в трубке длиной 2 дм на сахариметре.

Содержание крахмала рассчитывают по формуле

$$C = \frac{(\alpha_{0H} - \alpha_H) 100 \cdot 100 \cdot 100}{[\alpha]_D^{20} m l (100 - W)}$$

где C — массовая доля крахмала, % на сухие вещества; α_{0H} — величина угла поворота плоскости поляризации, полученная оптически активными веществами в основном опыте, град сахариметра, α_H — величина угла поворота плоскости поляризации, осуществляемая водорастворимыми оптически активными веществами (не крахмалом) в контрольном опыте, град сахариметра; $(\alpha_{0H} - \alpha_H)$ — величина угла поворота плоскости поляризации, полученная растворенным крахмалом навески, 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 исследуемого продукта, %.

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

$$C = \frac{(\alpha_{0H} - \alpha_H) F \cdot 100}{100 - W}$$

где F — коэффициент Эверса, равный $1000/[\alpha]_D^{20}$.

Обычно при расчете массовой доли крахмала пользуются таблицей 2, в которой даны величины удельной вращательной способности $[\alpha]_D^{20}$ и коэффициента Эверса (F) для основных видов крахмала.

Таблица 2

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
Ржаний	184,0	1,885
Ячменный	181,5	1,912
Овсяный	181,3	1,914

Запись в лабораторном журнале

Величина угла поворота плоскости поляризации в основном опыте ($\alpha_{\text{ос}}$)	град
Величина угла поворота плоскости поляризации, полученная в контрольном опыте ($\alpha_{\text{к}}$)	град
Величина угла поворота поляризации, полученная гидролизованным крахмалом навески ($\alpha_{\text{оп}} - \alpha_{\text{к}}$)	град
Коэффициент Эверса (F)	
Массовая доля влаги в исследуемом продукте (W)	%
Заключение	

Контрольные вопросы

1. Каковы основные методы определения массовой доли крахмала в продуктах?
2. Какой принцип определения содержания крахмала положен в основу поляризметрических методов?
3. Что называют коэффициентом Эверса?
4. Какая формула используется для расчета массовой доли крахмала в исследуемом продукте по методу Эверса?

РАБОТА 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ДЕКСТРИНОВ

Декстрины — это полисахариды разной молекулярной массы — промежуточные продукты при кислотном или ферментативном гидролизе крахмала. Они растворимы в воде, оптически активны: вращают плоскость поляризации вправо. Декстрины, получаемые на первых стадиях гидролиза крахмала, мало отличаются от него по размерам молекулы и свойствам. По мере дальнейшего гидролиза молекулярная масса декстринов понижается, увеличивается их способность восстанавливать Фелингову жидкость.

В зависимости от молекулярной массы различают следующие виды декстринов:

амилодекстрины, представляющие собой белые порошки, растворимые в 25%-ном растворе спирта, но осаждаемые 40%-ным раствором спирта. Величина удельного вращения амилодекстринов $[\alpha]^{20}_D$ колеблется от $+190$ до $+196^\circ\text{C}$; амилодекстрины образуют с раствором йода комплексные соединения фиолетово-синего цвета;

эритродекстрины, растворимые в 55%-ном растворе этилового спирта, но осаждаемые при концентрации спирта, равной 65%. Эритродекстрины образуют с раствором йода комплексные соединения красно-бурого цвета. Величина удельного вращения эритродекстринов $[\alpha]^{20}_D = +194^\circ$;

ахроодекстрины, растворяемые в 70%-ном растворе спирта и имеющие величину удельного вращения $[\alpha]^{20}_D = +192^\circ$, с раствором йода комплексных окрашенных соединений не образуют;

мальтодекстрины спиртом не осаждаются, имеют величины удельного вращения $[\alpha]^{20}_D$ от $+181$ до 183° , с раствором йода комплексных окрашенных соединений не образуют.

Декстрины оказывают большое влияние как на технологические процессы производства пищевых продуктов, так и на их качество. Например, для повышения вязкости растворов в кондитерском производстве используют низкоосахаренную карамельную патоку, содержащую до 55—60% декстринов, которые выполняют роль антикристаллизаторов сахарозы и способствуют получению карамельной массы высокого качества.

В сахарном производстве декстрины играют отрицательную роль, так как, тормозя кристаллизацию сахарозы, повышают потери ее с патокой.

В хлебопекарном производстве повышенное содержание декстринов в пшеничной муке или тесте приводит к резкому снижению качества готовых изделий: хлеб получается с липким заминающимся мякишем. Содержание декстринов в крахмалсодержащих продуктах является важным показателем, характеризующим глубину повреждения нативной структуры крахмала в процессе переработки сырья: в мукомольной промышленности — степень механического повреждения крахмала в процессе размолла зерна; в крупяной и комбикормовой — степень деструкции крахмала в процессе гидротермической обработки зерна; в крахмало-паточной — глубину гидролиза крахмала и т. д.

Методы определения декстринов, как правило, трудоемки и длительны. В связи с этим большой интерес представляет метод, разработанный М. П. Поповым и Е. Ф. Шаненко, основанный на способности декстринов давать окрашенные комплексы с йодом.

Определение массовой доли декстринов по методу М. П. Попова и Е. Ф. Шаненко. Метод предложен для определения декстринов в объектах крупяной и комбикормовой, мукомольной и хлебопекарной промышленности. Содержание декстринов и амилозы в растворе вычисляют по эмпирическим формулам:

$$C_A = 0,044D_{660} - 0,0123D_{530}; C_D = 2D_{660} - 47,7C_A,$$

где C_A — концентрация амилозы в растворе, мг/мл; C_D — концентрация декстринов в растворе, мг/мл; D_{660} и D_{530} — оптические плотности раствора при длине волны 660 и 530 нм.

Затем пересчитывают на сухие вещества (в %) по формулам:

$$A = 2 \cdot 10^6 C_A / (100 - W);$$
$$D = 2 \cdot 10^6 C_D / (100 - W),$$

где A — массовая доля амилозы в пересчете на сухие вещества, %; D — массовая доля декстринов в пересчете на сухие вещества, %; W — массовая доля влаги в продукте, %.

Техника определения — 10—15 г зерна измельчают на лабораторной мельнице, 2 г продукта (проход через сито 1 мм)

взвешивают с погрешностью до 0,01 г, количественно переносят в стакан механической мешалки, добавляют 200 см³ дистиллированной воды и экстрагируют в течение 5 мин при интенсивном перемешивании (3000 с⁻¹). Смесь фильтруют. В фильтрате определяют содержание декстринов. Для этого в химический стакан вместимостью 50 см³ переносят пипеткой 5 см³ фильтрата, добавляют 5 см³ 0,005 н. раствора йода и определяют оптическую плотность полученного раствора на спектрофотометре СФ-4А или на фотоэлектроколориметре ФЭК-56М при длинах волн 660 нм и 530 нм (соответственно светофильтр № 9 и № 6 на ФЭК-56М и кювета с толщиной слоя раствора 5 мм).

Запись в лабораторном журнале

Величина оптической плотности раствора при длине волны 660 нм (D_{660})

Величина оптической плотности раствора при длине волны 530 нм (D_{530})

Концентрация амилозы в растворе (C_A) мг/мл

Концентрация декстринов в растворе (C_D) мг/мл

Массовая доля влаги в продукте (W) %

Массовая доля амилозы в пересчете на сухие вещества продукта (A) %

Массовая доля декстринов в пересчете на сухие вещества продукта (D) %

Заключение

Определение массовой доли декстринов в паточных растворах по методу А. В. Думанского и П. И. Зубова. В основу метода положена способность декстринов осаждаться при определенных условиях.

Техника определения — в предварительно взвешенный стаканчик отвешивают 20 г патоки с погрешностью до 0,01 г. Навеску смывают горячей дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают до 20°C, доводят водой до метки, тщательно перемешивают и измеряют концентрацию раствора ареометром с делениями в 0,1°C_д. Пипеткой отбирают 10 см³ полученного раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2—3 см³ 0,1 н. раствора соляной кислоты, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Микропипеткой берут 1,0 см³ полученного раствора и переносят в химический стакан вместимостью 150—200 см³, туда же приливают из бюретки 34 см³ 96%-ного этилового спирта и 5 см³ этилового эфира. Жидкость, периодически перемешивая, оставляют на 30 мин. После этого осадок отделяют фильтрованием через заранее взвешенный сухой беззольный фильтр и 4—5 раз промывают смесью этилового спирта, воды и этилового эфира (смесь для промывания фильтра: в мерную колбу вместимостью 100 см³ приливают 34 см³ 96%-ного спирта, 5 см³ этилового эфи-

ра, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают). Промытый осадок вместе с фильтром помещают в сухой взвешенный бюкс и сушат в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С до постоянной массы.

Содержание сухих веществ в 1 см³ раствора патоки вычисляют по формуле

$$CB = 10^{-3} C d_{20}^{20},$$

где CB — массовая доля сухих веществ в 1 см³ раствора патоки, г; C — концентрация сухих веществ в растворе патоки, определяемая по ареометру, °С_А; d_{20}^{20} — относительная плотность раствора патоки (табл. 3).

Массовую долю декстринов D (в %) в пересчете на сухие вещества патоки вычисляют по формуле

$$D = (a - b) \cdot 10^5 / C d_{20}^{20},$$

где a — масса бюксы с фильтром и осадком (после доведения до постоянной массы), г; b — масса бюксы с фильтром, г.

Таблица 3

Концентрация $C, ^\circ\text{С}_\text{А}$	Плотность d_{20}^{20}	Концентрация $C, ^\circ\text{С}_\text{А}$	Плотность d_{20}^{20}	Концентрация $C, ^\circ\text{С}_\text{А}$	Плотность d_{20}^{20}
14,0	1,0568	17,0	1,0698	20,0	1,0830
1	1,0573	1	0702	1	0834
2	0577	2	0706	2	0839
3	0581	3	0711	3	0843
4	0585	4	0715	4	0848
5	0589	5	0719	5	0852
6	0594	6	0724	6	0856
7	0598	7	0728	7	0861
8	0603	8	0733	8	0865
9	0607	9	0737	9	0870
15,0	1,0611	18,0	1,0741	21,0	1,0874
1	0615	1	0746	1	0879
2	0620	2	0750	2	0883
3	0624	3	0755	3	0888
4	0628	4	0759	4	0892
5	0633	5	0763	5	0897
6	0637	6	0768	6	0901
7	0641	7	0772	7	0905
8	0646	8	0777	8	0910
9	0650	9	0781	9	0915
16,0	1,0654	19,0	1,0785		
1	0659	1	0790		
2	0663	2	0794		
3	0667	3	0799		
4	0672	4	0803		
5	0676	5	0807		
6	0680	6	0812		
7	0685	7	0816		
8	0689	8	0821		
9	0693	9	0825		

Запись в лабораторном журнале

Масса стакана	г
Масса стакана с патокой	г
Масса патоки	г
Концентрация раствора патоки, определяемая по ареометру (C)	°C _A
Относительная плотность раствора патоки (по таблице 3) в зависимости от концентрации °C _A (d_{20}^{20})	г/см ³
Масса бюксы с фильтром (b)	г
Масса бюксы с фильтром и осадком (a)	г
Массовая доля сухих веществ в 1 см ³ раствора патоки (CB)	%
Массовая доля декстринов в расчете на сухие вещества патоки (D)	%
Закключение	

Метод определения массовой доли декстринов, основанный на их способности осаждаться при различных концентрациях этилового спирта в растворе. Техника определения — процесс определения декстринов в полуфабрикатах и готовой продукции хлебопекарного производства состоит из нескольких этапов:

инактивация ферментов в исследуемом образце;
извлечение из образца водорастворимых углеводов водой;
освобождение водной вытяжки от сахаров путем их сбраживания;

осаждение декстринов из водной вытяжки этиловым спиртом соответствующей концентрации;

растворение декстринов водой и гидролиз их в 2%-ном растворе соляной кислоты;

определение массовой доли глюкозы в гидролизате декстринов.

Инактивация ферментов — если в исследуемом образце предполагается присутствие амилолитических ферментов, то перед определением декстринов его обрабатывают кипящим этиловым 96%-ным спиртом следующим образом: взвешивают 10 г исследуемого продукта с погрешностью до 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку, измельчают и обрабатывают пятикратным количеством кипящего этилового спирта на кипящей водяной бане. Фарфоровую чашку с образцом выдерживают на бане до полного испарения спирта.

Извлечение водорастворимых углеводов — после инактивации ферментов исследуемый образец обрабатывают дистиллированной водой, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и настаивают 1 ч при периодическом помешивании. После настаивания содержимое колбы доводят до метки, перемешивают и фильтруют через сухой складчатый фильтр (или центрифугируют).

Освобождают водную вытяжку от сахаров путем их сбраживания хлебопекарными прессованными

дрожжами, которые задают в избытке (примерно 10% к массе муки). Брожение проходит при температуре 25°C до полного сбраживания сахара. В вытяжке сбраживается глюкоза, фруктоза, сахароза, мальтоза, не сбраживаются декстрины и пентозы. Сброженный субстрат освобождают от дрожжей фильтрацией, после чего в нем определяют декстрины.

Осаждение декстринов из водной вытяжки этиловым спиртом соответствующей концентрации: из полученной вытяжки, содержащей декстрины, отбирают пипеткой 3 порции по 30 см³ каждая. К первой порции вытяжки добавляют 96%-ный спирт с таким расчетом, чтобы получить 40%-ную его концентрацию (по объему) — проба I. Необходимое количество спирта определяют следующим образом:

$$96x = (30 + x) 40,$$

где x — объем 96%-ного спирта, см³.

Ко второй порции вытяжки спирт добавляют из расчета получения 65%-ной его концентрации, при которой выпадают в осадок две фракции декстринов — амило- и эритродекстрины (проба II). К третьей порции вытяжки (объемом 30 см³) спирт не добавляют и в ней в растворенном состоянии будут находиться все четыре фракции декстринов (амило-, эритро-, хро- и мальтодекстрины) — проба III.

Растворение декстринов водой и гидролиз их в 2 %-ном растворе соляной кислоты до глюкозы — две первые пробы центрифугируют при частоте вращения 5000 с⁻¹ в течение 10 мин, жидкость отбрасывают, а осадки промывают спиртом соответствующей концентрации (40 %-ным — пробу I и 65 %-ным — пробу II), количественно перенося их из центрифужных пробирок с помощью того же раствора спирта на фильтр. По окончании промывания фильтр с осадком (пробы I и II) переносят в фарфоровую чашечку, где обрабатывают горячей дистиллированной водой с температурой 40—50°C для растворения декстринов. Растворы количественно переносят водой в мерные колбы вместимостью 100 см³, охлаждают до 20°C и доводят объем жидкости до метки.

Пробу III, содержащую в растворенном состоянии все четыре фракции декстринов, без осаждения и центрифугирования непосредственно доводят в мерной колбе дистиллированной водой до объема 100 см³.

Содержимое каждой колбы перемешивают и, если есть необходимость, фильтруют. Затем из каждой колбы отбирают пипеткой по 50 см³, переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³ с обратными холодильниками, добавляют 5 см³ 20%-ного раствора соляной кислоты и проводят в течение 3 ч гидролиз на кипящей водяной бане.

После гидролиза колбы охлаждают под краном, кислоту нейтрализуют до слабокислой реакции, содержимое колб доводят до метки и определяют сахар.

Определение глюкозы в гидролизате декстринов можно осуществлять методом Вильштеттера и Шудля. В коническую колбу вместимостью 250—400 см³ вносят пипеткой 10 см³ гидролизата. Туда же добавляют пипеткой 25 см³ 0,1 н. раствора йода и из бюретки медленно приливают 30 см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия. Содержимое колбы хорошо перемешивают, закрывают пробкой или часовым стеклом и оставляют стоять 15—20 мин в темном месте. Затем прибавляют 4,5—5 см³ 1 н. раствора серной кислоты и титруют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия. Массовая доля декстринов в продукте X (в %) в пересчете на сухие вещества в продукте рассчитывается по формуле

$$X = (Y - Y_1) K \cdot 0,009 \cdot 0,9 \cdot 100 \cdot 100 / M(100 - W),$$

где $(Y - Y_1)$ — количество 0,1 н. раствора йода, вступившего в реакцию с глюкозой, см³; K — поправочный коэффициент 0,1 н. раствора тиосульфата натрия; 0,009 — титр 0,1 н. раствора тиосульфата натрия по глюкозе, г/см³; 0,9 — коэффициент пересчета на глюкозу; W — массовая доля влаги в продукте, %; M — масса исследуемого продукта, г.

Запись в лабораторном журнале

Проба I	Проба II	Проба III	
Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедшее на титрование 25 см ³ 0,1 н. раствора йода (контрольная проба) (Y)			см ³
Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедшее на титрование остатка йода после взаимодействия с глюкозой (Y ₁)			см ³
Количество 0,1 н. раствора йода, вступившего в реакцию с глюкозой $(Y - Y_1)K$			см ³
Масса исследуемого продукта (M)			г
Массовая доля декстринов в навеске продукта			%
Массовая доля декстринов в пересчете на сухие вещества продукта (X)			%
Заключение			

Таким образом, после определения массовой доли глюкозы в пробе I рассчитывают массовую долю амилодекстринов в пересчете на 100 г сухих веществ продукта.

По данным пробы II сначала рассчитывают массовую долю амило- и эритродекстринов в продукте, а затем по разности данных пробы I и II рассчитывают массовую долю эритродекстринов.

Данные пробы III используют для расчета массовой доли всех фракций декстринов. Вычитая из массовой доли всех фрак-

дий декстринов данные, рассчитанные по пробе II, получают массовую долю низкомолекулярных фракций декстринов (мальто- и ахродекстрины) в исследуемом продукте.

Контрольные вопросы

1. Какие фракции декстринов Вы знаете?
2. На чем основано фракционное осаждение декстринов?
3. Какие методы определения декстринов в объектах пищевых производств Вы знаете?
4. Из каких основных этапов состоит процесс определения декстринов в продуктах в каждом из предлагаемых методов?

РАБОТА 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ КЛЕТЧАТКИ (ЦЕЛЛЮЛОЗЫ)

По своему распространению в растениях клетчатка занимает первое место среди всех органических веществ. Она представляет собой высокомолекулярный полисахарид, состоящий из остатков β -D-глюкозы, связанной глюкозидной связью по первому и четвертому углеродным атомам. Молекулы клетчатки, имеющие нитевидный характер, соединяются в пучки, называемые мицеллами. Каждая мицелла состоит приблизительно из 60 молекул клетчатки, соединенных водородными связями, которые осуществляются как за счет водородных атомов гидроксильных групп клетчатки, так и за счет адсорбированных клетчаткой молекул воды. Клетчатка в воде не растворяется, но набухает. При кипячении с крепкой серной кислотой она полностью расщепляется на глюкозу. При более слабом гидролизе клетчатка распадается на дисахарид целлобиозу.

Клетчатка гидролизуются до целлобиозы также ферментом целлюлазой, которая содержится в проросшем зерне, в некоторых бактериях и плесневых грибах. Активная целлюлаза содержится и в бактериях желудка жвачных животных, что создает для них возможность усваивать клетчатку.

Клетчатка (целлюлоза) является соединением весьма прочным, трудно поддающимся воздействию даже концентрированных растворов кислот и оснований. На этом свойстве и основаны все методы ее определения.

Метод определения содержания клетчатки по Кюршнеру и Ганеку. Он может быть рекомендован в качестве универсального. Он основан на окислении, разрушении и растворении различных химических соединений, входящих в состав анализируемого продукта, смесью уксусной и азотной кислот. При этом клетчатка практически не растворяется, отфильтровывается и взвешивается.

Техника определения — 1 г измельченного продукта, взвешенного с погрешностью до 0,0002 г, переносят в колбу вме-

стимостью 120 см³, приливают 40 см³ смеси кислот (3,6 см³ азотной кислоты плотностью 1,4 и 36,4 см³ 80%-ного раствора уксусной кислоты) и, закрыв колбу обратным холодильником, нагревают на песчаной бане 1 ч. Содержимое колбы в горячем состоянии фильтруют через стеклянный фильтр № 2, предварительно высушенный до постоянной массы при 105—108 °С и взвешенный, или тигель Гуча с асбестовым фильтром (для приготовления фильтров асбест кипятят в смеси азотной и уксусной кислот (1:10) и затем промывают водой). Осадок после отсасывания экстракта промывают 1—2 раза горячим 0,2 М спиртовым раствором гидроксида натрия, затем несколько раз — небольшими порциями дистиллированной воды и затем 10 см³ смеси спирта с эфиром. Тигли с чисто-белым осадком сушат до постоянной массы при 100—105 °С, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Запись в лабораторном журнале

Масса продукта	г
Масса сухого фильтра	г
Масса клетчатки с фильтром	г
Количество клетчатки в навеске анализируемого продукта	г
Массовая доля клетчатки в продукте	%
Массовая доля влаги в анализируемом продукте	%
Массовая доля клетчатки в пересчете на сухие вещества продукта	%
Заключение	

Контрольные вопросы

1. Что представляет собой клетчатка?
2. На чем основаны методы определения клетчатки?

РАБОТА 11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВИТАМИНА С

Витамин С (аскорбиновая кислота) представляет собой бесцветные кристаллы кислого вкуса, хорошо растворимые в воде. В растворах витамин С очень чувствителен к действию кислорода воздуха, разрушаясь даже при комнатной температуре, к нагреванию и действию света. Его разрушение катализируется окислительными ферментами и рядом металлов (железом, медью и др.). Аскорбиновая кислота широко распространена в растительных и животных организмах. Она принимает участие в окислительно-восстановительных процессах, протекающих в живой клетке и связанных с тем, что витамин С существует в двух формах — собственно аскорбиновой кислоты и легко образующейся при ее окислении дегидроаскорбиновой кислоты, которая при восстановлении снова дает аскорбиновую кислоту. Обе формы являются биологически активными и предохраняют от заболевания цингой. Витамин С принимает участие в белковом, углевод-

ном и жировом обмене веществ организма, благоприятствует пищеварению, нормализует состояние кровеносных сосудов.

Наиболее богатыми естественными источниками витамина С являются овощи и фрукты, прежде всего черная смородина, ягоды шиповника, крыжовник, красный перец, зеленый лук, лимоны, капуста, картофель и др. Картофель и квашеная капуста содержат сравнительно немного витамина С, но их роль в круглогодичном обеспечении этим витамином велика, так как они занимают в рационе питания значительное место.

Учитывая лабильность аскорбиновой кислоты к изменению температуры, необходимо при переработке продуктов свести к минимуму действие этого фактора: сократить время тепловой обработки; варить овощи, опуская их в кипящую воду или еще лучше на пару. Хорошему сохранению витамина С способствует кислая среда, поэтому в кислых растворах он сохраняется даже при кипячении. Предварительная сульфитация и бланшировка продукта перед консервированием оказывают положительное влияние на сохраняемость аскорбиновой кислоты. Сульфитация способствует сохранению этого витамина в высушенных продуктах.

Суточное потребление витамина С для взрослого человека составляет 70—100 мг. В связи с недостатком аскорбиновой кислоты, особенно в весенний период, проводят витаминизацию ряда пищевых продуктов, таких как кондитерские изделия, молоко и молочные продукты.

Определение массовой доли аскорбиновой кислоты проводят химическими методами, которые основаны на ее восстановительных свойствах.

Определение массовой доли аскорбиновой кислоты индофенольным методом. Чаще всего применяют индофенольный метод с использованием сероводорода и без него. Сущность его состоит в том, что при титровании раствора 2,6-дихлорфенолиндифенола, имеющего синее окрашивание, аскорбиновой кислотой он восстанавливается и переходит в бесцветное лейкосоединение. Об окончании реакции судят по окрашиванию испытуемого раствора в розовый цвет, вызванному избытком индикатора, который в кислой среде имеет розовую окраску. По количеству индофенола, израсходованного на титрование, определяют содержание витамина С в продукте.

Существуют различные модификации этого метода в зависимости от того, какие вещества используют для извлечения аскорбиновой кислоты. Для этой цели применяются соляная, уксусная, трихлоруксусная, метафосфорная, щавелевая кислоты, а также тиомочевина и двухлористое олово, которые повышают стойкость выделенной аскорбиновой кислоты, предотвращая ее окисление, и вызывают осаждение белков, мешающих определению витамина С.

Вытяжка аскорбиновой кислоты, полученная с помощью уксусной и соляной кислот, самая нестойкая. Замена этих реактивов раствором метафосфорной кислоты увеличивает стабильность витамина С до нескольких часов, а применение щавелевой кислоты способствует еще большей стойкости аскорбиновой кислоты в экстрактах, благодаря чему их можно при необходимости хранить в течение суток.

Подготовка образца к анализу имеет важное значение, она должна обеспечить наиболее полное выделение аскорбиновой кислоты. Среднюю пробу предварительно измельчают и перемешивают. Весь процесс необходимо выполнить возможно быстрее, избегая соприкосновения пробы с металлическими предметами. Грубое измельчение ведут ножом из нержавеющей или хромированной стали, тонкое — в гомогенизаторах или путем растирания в фарфоровой ступке с соответствующими наполнителями.

Массу навески для различных продуктов берут в зависимости от содержания в них витамина С с таким расчетом, чтобы в приготовленной вытяжке содержание аскорбиновой кислоты составляло 0,04—0,1 мг.

Продукт		Величина навески (в г)
Свежие растительные продукты		10—50
Соки и экстракты		1—50
Консервы		5—10
Плоды шиповника		10

Для приготовления 0,001 н. раствора 2,6-дихлорфенолиндифенола краску растворяют 60 мг сухой краски в мерной колбе вместимостью 200 см³, прибавляя 100—150 см³ теплой дистиллированной воды и 4—5 капель 0,01 н. раствора гидроксида натрия. После сильного взбалтывания в течение 10 мин доливают колбу водой до метки и, перемешав, фильтруют через плотный фильтр в сухую колбу. Титр раствора проверяют ежедневно.

Установка титра краски по аскорбиновой кислоте (по С. М. Прокошеву) — для приготовления раствора аскорбиновой кислоты в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят около 25 см³ 2%-ного раствора серной кислоты, добавляют туда несколько кристаллов (около 1—1,5 мг не взвешивая) аскорбиновой кислоты и растворяют ее. Содержимое колбы доводят до метки серной кислотой и хорошо перемешивают. Затем 5 см³ этого раствора титруют раствором краски (2,6-дихлорфенолиндифенолом) из микробюретки до появления розового окрашивания. Сразу после этого другую пробу с 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты титруют из другой микробюретки точно 0,001 н. раствором йодата калия, причем в колбочку перед титро-

ванием прибавляют несколько кристалликов (около 5—10 мг) йодида калия и 5 капель 1%-ного раствора крахмала (более высокие количества йодида калия тормозят окисление аскорбиновой кислоты йодом). Титрование заканчивают при появлении голубого окрашивания.

Рассчитывают титр краски T (в мг) по аскорбиновой кислоте по следующей формуле:

$$T = \frac{0,088a}{c},$$

где 0,088 — количество аскорбиновой кислоты, соответствующее 1 см³ 0,001 н. раствора йодата калия, мг; a — количество точно 0,001 н. раствора йодата калия, пошедшее на титрование раствора аскорбиновой кислоты, см³; c — количество раствора краски, пошедшее на титрование раствора аскорбиновой кислоты, см³.

Определение массовой доли аскорбиновой кислоты в неокрашенных растворах. Техника определения — навеску исследуемого материала, взятую с погрешностью $\pm 0,01$ г, заливают в ступке 20 см³ 1%-ного раствора соляной кислоты и растирают до образования гомогенной массы. Процесс растирания не должен длиться более 10 мин. При анализе грубых тканей растирание ведут в присутствии 2—3 г хорошо промытого и прокаленного кварцевого песка или стеклянного песка. Полученную массу из ступки через стеклянную палочку и воронку сливают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Ступку споласкивают несколько раз 1%-ным раствором щавелевой кислоты, который выливают в ту же мерную колбу. Содержимое доводят до метки 1%-ным раствором щавелевой кислоты и закрывают пробкой, сильно встряхивают и оставляют стоять около 5 мин. Затем содержимое колбы фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу. Для титрования из полученного фильтрата пипеткой отбирают 10—20 см³ и наливают в стаканчик вместимостью 50 см³, после чего титруют из микробюретки 0,001 н. раствором 2,6-дихлорфенолиндофенола до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 0,5—1 мин. Титрование проводят в двукратной повторности, результаты параллельных титрований не должны расходиться между собой более чем на 0,03 см³.

Замечание по данному методу — условия анализа подбирают таким образом, чтобы количество пошедшего на титрование 2,6-дихлорфенолиндофенола находилось в пределах 1—2 см³. Продолжительность титрования не более 2 мин.

При необходимости особенно точных анализов следует принять в расчет и другие вещества, которые могут реагировать с 2,6-дихлорфенолиндофенолом. Для этого к 10—20 см³ исследуемой вытяжки прибавляют 0,1 см³ 10%-ного раствора сульфата меди и нагревают 10 мин при 110°C (на бане или в термостате) и после охлаждения титруют краской. В присутствии меди и при

нагревании аскорбиновая кислота полностью разрушается. Полученную поправку вычитают из данных титрования опытных растворов.

Определение массовой доли аскорбиновой кислоты в окрашенных вытяжках. Окрашенные вытяжки затрудняют определение витамина С описанным методом. Аскорбиновую кислоту окрашенных вытяжек титруют 2,6-дихлорфенолиндифенолом в присутствии органического растворителя, чаще всего хлороформа.

Техника определения — навеску экстрагируют как обычно и доводят объем экстракта до 100 см³ раствором щавелевой кислоты. После фильтрования берут пипеткой 5 см³ окрашенного экстракта в пробирку (диаметр 20—25 мм, длина 150 мм) и туда же прибавляют мерным цилиндром 5 см³ химически чистого хлороформа. Затем вытяжку титруют раствором краски при осторожном перемешивании, наклоняя пробирку, прикрытую пробкой. При появлении розового окрашивания в слое хлороформа титрование считают законченным. Одновременно проводят такое же титрование двух контрольных проб с той разницей, что вместо экстракта в пробирку вносят смесь растворов кислот соляной и щавелевой в соотношении объемов 1 : 5.

Содержание аскорбиновой кислоты определяют по следующей формуле:

$$X = \frac{(A-B)TV \cdot 100}{V_1 m},$$

где X — массовая доля аскорбиновой кислоты в 100 г материала, мг%; A — количество раствора краски, пошедшее на титрование экстракта, см³; B — количество раствора краски, пошедшее на титрование чистого растворителя, см³; T — титр краски по аскорбиновой кислоте, мг; V — вместимость мерной колбы, в которой находится навеска, см³; V_1 — количество вытяжки, взятое для титрования, см³; m — масса материала, взятая для извлечения аскорбиновой кислоты, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса материала, взятая для извлечения аскорбиновой кислоты (m)	г
Количество раствора краски (с учетом поправки на титрование чистого растворителя), пошедшее на титрование экстракта ($A-B$)	см ³
Титр краски по аскорбиновой кислоте (T)	мг
Количество материала, содержащееся в экстракте	г

$$\left(m_1 = \frac{mV_1}{V} \right)$$

Количество аскорбиновой кислоты, содержащееся в m , г материала ($A-B$) T	мг
Массовая доля аскорбиновой кислоты в 100 г материала (X)	мг%
Заключение	

ванием прибавляют несколько кристалликов (около 5—10 мг) йодида калия и 5 капель 1%-ного раствора крахмала (более высокие количества йодида калия тормозят окисление аскорбиновой кислоты йодом). Титрование заканчивают при появлении голубого окрашивания.

Рассчитывают титр краски T (в мг) по аскорбиновой кислоте по следующей формуле:

$$T = \frac{0,088a}{c}$$

где 0,088 — количество аскорбиновой кислоты, соответствующее 1 см³ 0,001 н. раствора йодата калия, мг; a — количество точно 0,001 н. раствора йодата калия, пошедшее на титрование раствора аскорбиновой кислоты, см³; c — количество раствора краски, пошедшее на титрование раствора аскорбиновой кислоты, см³.

Определение массовой доли аскорбиновой кислоты в неокрашенных растворах. Техника определения — навеску исследуемого материала, взятую с погрешностью $\pm 0,01$ г, заливают в ступке 20 см³ 1%-ного раствора соляной кислоты и растирают до образования однородной массы. Процесс растирания не должен длиться более 10 мин. При анализе грубых тканей растирание ведут в присутствии 2—3 г хорошо промытого и прокаленного кварцевого песка или стеклянного песка. Полученную массу из ступки через стеклянную палочку и воронку сливают в мерную колбу вместимостью 100 см³. Ступку споласкивают несколько раз 1%-ным раствором щавелевой кислоты, который выливают в ту же мерную колбу. Содержимое доводят до метки 1%-ным раствором щавелевой кислоты и закрывают пробкой, сильно встряхивают и оставляют стоять около 5 мин. Затем содержимое колбы фильтруют через сухой фильтр в сухую колбу. Для титрования из полученного фильтрата пипеткой отбирают 10—20 см³ и наливают в стаканчик вместимостью 50 см³, после чего титруют из микробюретки 0,001 н. раствором 2,6-дихлорфенолиндофенола до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 0,5—1 мин. Титрование проводят в двукратной повторности, результаты параллельных титрований не должны расходиться между собой более чем на 0,03 см³.

Замечание по данному методу — условия анализа подбирают таким образом, чтобы количество пошедшего на титрование 2,6-дихлорфенолиндофенола находилось в пределах 1—2 см³. Продолжительность титрования не более 2 мин.

При необходимости особенно точных анализов следует принять в расчет и другие вещества, которые могут реагировать с 2,6-дихлорфенолиндофенолом. Для этого к 10—20 см³ исследуемой вытяжки прибавляют 0,1 см³ 10%-ного раствора сульфата меди и нагревают 10 мин при 110°C (на бане или в термостате) и после охлаждения титруют краской. В присутствии меди и при

нагревании аскорбиновая кислота полностью разрушается. Полученную поправку вычитают из данных титрования опытных растворов.

Определение массовой доли аскорбиновой кислоты в окрашенных вытяжках. Окрашенные вытяжки затрудняют определение витамина С описанным методом. Аскорбиновую кислоту окрашенных вытяжек титруют 2,6-дихлорфенолиндофенолом в присутствии органического растворителя, чаще всего хлороформа.

Техника определения — навеску экстрагируют как обычно и доводят объем экстракта до 100 см³ раствором щавелевой кислоты. После фильтрования берут пипеткой 5 см³ окрашенного экстракта в пробирку (диаметр 20—25 мм, длина 150 мм) и туда же прибавляют мерным цилиндром 5 см³ химически чистого хлороформа. Затем вытяжку титруют раствором краски при осторожном перемешивании, наклоняя пробирку, прикрытую пробкой. При появлении розового окрашивания в слое хлороформа титрование считают законченным. Одновременно проводят такое же титрование двух контрольных проб с той разницей, что вместо экстракта в пробирку вносят смесь растворов кислот соляной и щавелевой в соотношении объемов 1 : 5.

Содержание аскорбиновой кислоты определяют по следующей формуле:

$$X = \frac{(A-B)TV \cdot 100}{V_1 m},$$

где X — массовая доля аскорбиновой кислоты в 100 г материала, мг%; A — количество раствора краски, пошедшее на титрование экстракта, см³; B — количество раствора краски, пошедшее на титрование чистого растворителя, см³; T — титр краски по аскорбиновой кислоте, мг; V — вместимость мерной колбы, в которой находится навеска, см³; V_1 — количество вытяжки, взятое для титрования, см³; m — масса материала, взятая для извлечения аскорбиновой кислоты, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса материала, взятая для извлечения аскорбиновой кислоты (m)	г
Количество раствора краски (с учетом поправки на титрование чистого растворителя), пошедшее на титрование экстракта ($A-B$)	см ³
Титр краски по аскорбиновой кислоте (T)	мг
Количество материала, содержащееся в экстракте	г

$$\left(m_1 = \frac{mV_1}{V} \right)$$

Количество аскорбиновой кислоты, содержащееся в m_1 г материала ($A-B$) T	мг
Массовая доля аскорбиновой кислоты в 100 г материала (X)	мг%
Заключение	

Примерное содержание аскорбиновой кислоты в продуктах (мг%): молоко — 1; молоко сухое — 4; сыворотка сухая — 5; витаминизированное молоко — 10; мед — 2; халва — 2; орехи — 1,5—2,8; картофель — 10—20; яблоки — 10—26; повидло из яблок — 1; варенье сливовое — 3; капуста белокочанная 45—60; петрушка — 150; черная смородина — 300; плоды шиповника — 2000—4500; виноград — 12; смородина красная — 8—16; лимон — 55.

Контрольные вопросы

1. Каковы основные свойства аскорбиновой кислоты?
2. В чем роль витамина С для организма человека?
3. Как в максимальной степени сохранить витамин С при переработке продуктов?
4. В чем сущность нитрофенольного метода определения массовой доли витамина С?
5. Какие вещества способствуют стойкости выделенного витамина С при его количественном определении?
6. Как установить титр краски?
7. В чем заключаются особенности подготовки образца к анализу при определении содержания аскорбиновой кислоты?
8. В чем состоит особенность определения витамина С в окрашенных вытяжках?

РАБОТА 12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ПЕКТИНОВЫХ ВЕЩЕСТВ

Пектиновые вещества широко распространены в природе. Они входят в состав клеток растений и выполняют важные физиологические функции — регулируют водный баланс, участвуют в создании скелета растения.

Пектиновые вещества — полисахариды, основой которых является полигалактуроновая (пектовая) кислота. В растениях они содержатся в форме водорастворимого пектина, протопектина, а также в форме кальциевых и магниевых солей пектиновой кислоты. Растворимая форма пектиновых веществ — *свободный пектин* — находится в клеточном соке растений.

Протопектин — нерастворимое в воде производное пектиновых веществ, в котором молекулы пектина находятся в химическом соединении с другими компонентами клеточной стенки — целлюлозой, гемицеллюлозой и структурным белком.

При гидролизе протопектин дает водорастворимый пектин. В растительных тканях при созревании сочных плодов пектиновые вещества расщепляются пектолитическими ферментами — протопектина переходят в растворимый пектин, все формы пектина распадаются вплоть до свободной галактуроновой кислоты и глубже. При перезревании плодов разрушаются срединные пла-

стинки между клетками тканей растений, что наблюдается в виде размягчения плодов, ухудшения их товарного вида.

Характерным свойством пектиновых веществ является их студнеобразующая способность, т. е. способность образовывать студень при определенном соотношении пектина, органических кислот и сахара. Это свойство широко используется в кондитерской промышленности при производстве мармелада, пастилы, зефира и т. д. (см. работу 23). В нашей стране пектин получают из отходов свеклосахарного производства (жом) и из яблочных выжимок.

Существует несколько методов определения массовой доли пектиновых веществ: карбазольный, объемный (по С. Я. Райк), метод определения по пектату кальция и др. Все они довольно длительны и требуют высокой квалификации. Наибольшее распространение получил карбазольный метод, так как при точном соблюдении методики он даст наиболее воспроизводимые результаты.

Определение массовой доли пектиновых веществ карбазольным методом. Метод основан на получении специфического фиолетово-розового окрашивания уруновых кислот с карбазолом в кислой среде за счет образования 5-карбоксифурфурола, обладающего максимумом поглощения при 535 нм. Для получения воспроизводимых результатов надо четко соблюдать следующие условия:

1. Опытный раствор не должен содержать сахаров, так как они завышают получаемые результаты. Установлено, что при содержании глюкозы 60 мкг в 1 см³ развивается окраска, эквивалентная 8 мкг галактуроновой кислоты; присутствие лентоз отражается в меньшей степени.

2. Необходимо строго выполнять указанные в методике условия проведения реакции с карбазолом, так как окраска, получаемая после добавления карбазола, не стабильна и чувствительна к перегреву и окислителям. Увеличение длительности нагрева в одних и тех же условиях понижает оптическую плотность раствора пектина.

3. Перед проведением реакции с карбазолом необходимо проводить дemetоксилирование пектиновых веществ, так как различная степень метоксилирования изменяет величины оптической плотности раствора, причем не строго пропорционально.

Определение пектиновых веществ на основе реакции галактуроновой кислоты с карбазолом ведут в три этапа: освобождение навески от сахаров и экстракция водорастворимого пектина; извлечение протопектина; проведение дemetоксилирования и последующее проведение реакции с карбазолом.

Техника определения — освобождение навески от сахаров и экстракция водорастворимого

пектина — навеска испытуемого материала берется с погрешностью 0,01 г (для свежих плодов и овощей — 10—15 г, для фруктовых порошков — 0,5—1 г). Так как опытный раствор не должен содержать сахаров, их тщательно удаляют с помощью этилового спирта (из расчета получения конечной концентрации спирта 80—82%). С этой целью навеску заливают горячим этиловым спиртом и нагревают на кипящей водяной бане с воздушным холодильником 20—30 мин, после чего фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу. Эту операцию проводят 3—5 раз, что обеспечивает практически полное удаление сахаров из навески. Затем фильтр вместе с остатком помещают в коническую колбу вместимостью 150—200 см³, подсушивают при 50°C до исчезновения запаха спирта и приливают 50 см³ воды с температурой 45°C. Экстракцию водорастворимого пектина ведут на водяной бане при температуре 45°C в течение 1 ч. Затем жидкость фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см³ (или 200 см³), остаток промывают в ту же колбу водой той же температуры, колбу охлаждают до 20°C и доводят водой до метки. В полученной вытяжке определяют водорастворимый пектин.

Извлечение протопектина — остаток после извлечения водорастворимого пектина переносят в экстракционную колбу, заливают 50 см³ 0,3 н. раствора соляной кислоты и нагревают полчаса на кипящей водяной бане с обратным воздушным холодильником. Затем содержимое колбы фильтруют в мерную колбу вместимостью 200 см³, остаток промывают горячей водой 2—3 раза в эту же колбу. Фильтр вместе с остатком снова возвращают в экстракционную колбу, приливают 50 см³ 1%-ного раствора цитрата аммония и ставят на кипящую водяную баню на полчаса, а затем фильтруют в ту же мерную колбу, где находится фильтрат солянокислой вытяжки. Фильтр промывают горячей водой, и после охлаждения колбу доводят водой до метки. В полученной вытяжке определяют массовую долю протопектина.

Проведение реакции с карбазолом — перед проведением реакции с карбазолом, как указывалось выше, необходимо провести деметоксирование. С этой целью берут 10 см³ вытяжки (водорастворимого пектина или протопектина) в мерную колбу на 50 см³ и добавляют 10 см³ 0,05 н. раствора гидроксида натрия и через полчаса 10 см³ 0,05 н. раствора соляной кислоты. Раствор доводят водой до метки. Окончательная реакция должна быть нейтральной или слабокислой. В полученном экстракте уже можно определять пектиновые вещества по реакции с карбазолом. С этой целью в три пробирки отбирают по 0,5 см³ экстракта растворимого пектина или протопектина. Пробирки помещают в сосуды со льдом и осторожно, по каплям, по стенке пробирки добавляют в каждую по 3 см³ раствора тетрабората натрия в серной кислоте (250 мг Na₂B₄O₇ · 10 H₂O х. ч. в 100 см³

H_2SO_4 , $\rho=1,84$), охлажденного до температуры не выше 4°C . При отсутствии бората в серной кислоте чувствительность реакции с карбазолом в отношении гексоз и пентоз значительно увеличивается. Нельзя допускать перегрева смеси, так как это отрицательно отражается на достоверности результатов, поэтому пробирки в охлаждаемой смеси (вода со льдом) надо тщательно встряхивать. Затем пробирки вместе со штативом помещают в кипящую водяную баню точно на 6 мин, после чего их переносят (вместе со штативом) для охлаждения в сосуд с водой и льдом.

В каждые две пробирки (из трех) с экстрактом пектина добавляют по $0,1 \text{ см}^3$ 0,2%-ного раствора карбазола и вновь помещают в кипящую водяную баню на 10 мин, затем охлаждают и измеряют оптическую плотность раствора при длине 535 нм в кювете с толщиной слоя раствора 5 мм на ФЭК-56М.

Раствором сравнения служит смесь серной кислоты с тетраборатом натрия и дистиллированной водой в соотношении 3 : 0,5.

Для получения точных результатов концентрация галактуроновой кислоты в экстракте должна быть от 4 до 50 мкг в $0,5 \text{ см}^3$. В этих пределах интенсивность окраски растворов прямо пропорциональна концентрации галактуроновой кислоты (табл. 4).

Таблица 4

Галактуроно- вая кислота (мкг)	Оптическая плотность	Галактуроно- вая кислота (мкг)	Оптическая плотность
4	0,055	25	0,238
6	0,073	30	0,282
8	0,091	35	0,325
10	0,102	40	0,368
15	0,152	45	0,410
20	0,195	50	0,454

Если концентрация пектиновых веществ в экстрактах выше указанной, делают необходимое разведение экстрактов. По калибровочной кривой, построенной по галактуроновой кислоте, находят ее содержание (в мкг) по оптической плотности пробы. Рассчитывают массовую долю водорастворимого пектина или протопектина по формуле

$$X = av_2v \cdot 10^4 / (mv_3v_1 \cdot 10^4) (100 - W),$$

где X — массовая доля водорастворимого пектина или протопектина в пересчете на сухие вещества, %; a — содержание галактуроновой кислоты в пробе, найденное по калибровочной кривой, мкг; v_2 — объем, полученный после разведения, см^3 ; v — объем экстракта, полученного из навески, см^3 ; m — масса навески, г; v_3 — объем пробы, взятой для реакции с карбазолом, см^3 ; v_1 —

объем, взятый для разведения, см³; 10⁴ — коэффициент перевода в проценты; 10⁶ — коэффициент перевода в граммы; 100 — коэффициент пересчета на 100 г сухих веществ; *W* — массовая доля влаги в продукте, %.

Запись в лабораторном журнале

Масса продукта (<i>m</i>)	г
Общее количество экстракта, полученного из навески (<i>v</i>)	см ³
Количество экстракта, взятое для разведения (<i>v</i> ₁)	см ³
Количество раствора, полученное после разведения (<i>v</i> ₂)	см ³
Количество раствора, взятое для реакции с карбазолом (<i>v</i> ₃)	см ³
Массовая доля влаги в продукте (<i>W</i>)	%
Содержание галактуроновой кислоты в пробе, найденное по калибровочной кривой (<i>a</i>)	мкг
Массовая доля водорастворимого пектина (или протопектина) в пересчете на сухие вещества (<i>X</i>)	%
Заключение	

Определение массовой доли пектиновых веществ объемным методом (по С. Я. Райк). В тех случаях, когда нет карбазола, в полученных экстрактах водорастворимого пектина и протопектина пектиновые вещества можно определять объемным методом по С. Я. Райк.

Техника определения — из полученных экстрактов для определения водорастворимого пектина и протопектина берут по две пробы по 50 см³ каждая и переносят в конические колбы на 250 см³. Затем в те две колбы, где находится экстракт водорастворимого пектина, приливают по 50 см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия, а в колбы с экстрактом нерастворимого пектина кроме этого количества гидроксида натрия еще дополнительно столько гидроксида натрия, сколько требуется для нейтрализации соляной кислоты (установить отдельно). Последние остатки эфирных связей омыляются с трудом. Это омыление необходимо проводить не менее 3—4 ч. Раствор удобно оставлять на ночь, так как все последующие операции, включая растворение осадка, следует закончить в один день. После омыления во все пробы добавляют по 50 см³ 1 н. раствора уксусной кислоты и через несколько минут — по 50 см³ 5 %-ного раствора сульфата меди. Через 30—40 мин раствор с осадком фильтруют через беззольный фильтр (белая или красная лента). Осадок тщательно промывают горячей водой до исчезновения в промывной воде голубой окраски. Затем осадок вместе с фильтром помещают в колбу для титрования, заливают 30—40 см³ горячей воды и для растворения добавляют несколько капель аммиака. Раствор приобретает синеватый оттенок из-за окраски комплексного аммиаката меди. Затем приливают 8—10 см³ 2 н. раствора серной кислоты, добавляют 5 г

йодида калия и титруют из микробюретки 0,01 н. раствором тиосульфата натрия в присутствии свежеприготовленного крахмала. Восстановление необходимо проводить в слабокислой среде, так как высокая кислотность приводит к заметному окислению ионов йода кислородом воздуха, а при слишком малой кислотности конечная точка титрования становится неясной — йодкрахмальная окраска после окончания титрования очень быстро появляется вновь, что указывает на возобновление выделения йода.

Рассчитывают массовую долю пектата кальция по формуле

$$X = 6,5vKT \cdot 100 \cdot 100 / m(100 - W),$$

где X — массовая доля пектата кальция в пересчете на сухие вещества, %; 6,5 — коэффициент пересчета на пектат кальция; v — количество тиосульфата натрия, пошедшее на титрование, см³; K — поправочный коэффициент к титру тиосульфата натрия; T — титр тиосульфата натрия по меди, 0,06357 мг/см³; m — навеска продукта в титруемом объеме, г; W — массовая доля влаги в продукте, %; 100 — коэффициент пересчета в проценты.

Запись в лабораторном журнале

Масса продукта (m_1)	г
Количество экстракта, полученного из навески (v_1)	см ³
Количество экстракта, взятое для омыления (v_2)	см ³
Масса навески, соответствующая данному объему (m)	г
Количество тиосульфата натрия, пошедшее на титрование (v)	см ³
Массовая доля влаги в продукте (W)	%
Массовая доля пектата кальция в пересчете на сухие вещества (X)	%
Заключение	

• **Определение пектиновых веществ по пектату кальция.** Этот метод основан на переведении различных пектиновых веществ в раствор, превращении их в пектиновую кислоту, осаждении последней в виде кальциевой соли и учете ее весовым способом. Определение пектинов этим методом длительно, хотя и несложно. В зависимости от цели исследования можно определять отдельно растворимый пектин и протопектин или учитывать сумму пектиновых веществ.

Техника определения — навеску 25 г свежего материала, взятую с погрешностью до 0,01 г, тщательно растирают со стеклом в ступке до совершенно однородной массы и трижды извлекают сахара спиртом (как описано выше). Остаток переносят в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, приливают 100 см³ воды с температурой 45°C и выдерживают при этой температуре на водяной бане 30 мин. Раствор фильтруют через бумажный складчатый фильтр в мерную колбу вместимостью 250 см³. Остаток дважды промывают водой (75 см³ и

60 см³) той же температуры и все экстракты, соединенные в мерной колбе, доводят до метки (если раствор мутный, его еще раз центрифугируют или фильтруют). Таким образом получают вытяжку № 1 водорастворимых пектинов. Затем весь остаток с фильтром переносят в колбу, приливают 50 см³ 0,3 н. раствора соляной кислоты, закрывают колбу пробкой с вертикально поставленным обратным холодильником и нагревают 30 мин в кипящей водяной бане. Экстракт фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³, остаток несколько раз промывают горячей водой, сливая в ту же колбу. Затем фильтр вместе с остатком переносят палочкой в экстракционную колбу, заливают 50—70 см³ 1 %-ного раствора цитрата аммония и также нагревают 30 мин в кипящей водяной бане. Экстракт фильтруют в ту же мерную колбу, промывают горячей водой, охлаждают, доводят до метки. Полученная вытяжка № 2 содержит нерастворимый в воде протопектин и пектиновую кислоту. В дальнейшем весь ход анализа в обеих вытяжках совершенно одинаков.

К 50 или 100 см³ вытяжки № 1 в зависимости от разбавления и от ожидаемого количества пектина прибавляют 50 или 100 см³ 0,4 %-ного раствора гидроксида натрия и оставляют на ночь при комнатной температуре. Утром раствор подкисляют тем же объемом (50 или 100 см³) 1 н. раствора уксусной кислоты и осаждают пектиновую кислоту 50 (или 100) см³ 11,1 %-ного раствора хлорида кальция. Полученный осадок пектата кальция отфильтровывают через заранее высушенный до постоянной массы фильтр. Затем осадок на фильтре промывают 0,5 %-ным раствором хлорида кальция (проверяют на хлор с азотнокислым серебром) и промывают несколько раз горячей водой для удаления солей. Фильтр с осадком пинцетом переносят в бюкс и сушат до постоянной массы при 100—105 °С. Масса осадка пектата не должна превышать 0,03 г. Если осадка больше, то его не удастся высушить и результаты получатся чрезмерно завышенными, анализ надо повторить, уменьшив количество вытяжки. Массовую долю пектиновой кислоты вычисляют по формуле

$$X = 10^4 m_2 v \cdot 0,9235 / m v_1 (100 - W),$$

где X — массовая доля пектиновой кислоты в пересчете на сухие вещества, %; m_2 — масса осадка пектата кальция, г; v — общее количество экстракта, см³; 0,9235 — коэффициент пересчета пектата кальция на пектиновую кислоту; m — масса продукта, г; v_1 — количество экстракта, взятое для определения пектиновых веществ, см³; W — массовая доля влаги в продукте, %.

Помимо описанных выше методов определения пектиновых веществ, достаточно точных, но длительных и трудоемких, существуют более простые методы, однако точность их невелика.

Запись в лабораторном журнале

Масса продукта (m)	г
Массовая доля влаги в продукте (W)	%
Общее количество экстракта (v)	см ³
Количество экстракта, взятое для определения пектиновых веществ (v_1)	см ³
Масса продукта, соответствующая заданному объему ($m_1 = mv_1/v$)	г
Масса осадка пектата кальция (m_2)	г
Массовая доля пектата кальция в пересчете на 100 г продукта ($P = 100 m_2/m_1$)	%
Массовая доля пектата кальция в пересчете на сухие вещества $P_1 = 100 \cdot 100 m_2/m_1 (100 - W)$	%
Коэффициент пересчета пектата кальция на пектиновую кислоту	0,9235
Массовая доля пектиновой кислоты в пересчете на сухие вещества продукта (X)	%
Заключение	

Упрощенный метод определения пектиновых веществ по пектату кальция (видоизмененный метод Карре-Конрада). Метод дает возможность определить сумму всех пектиновых веществ по пектату кальция. Так как пектиновые вещества содержат свободные, нейтрализованные и этерифицированные карбоксильные группы, а при прямом титровании гидроксидом натрия оттитровываются только свободные карбоксильные группы, для определения общего количества карбоксильных групп навеску обрабатывают гидроксидом натрия в течение нескольких часов. Происходит омыление этерифицированных карбоксильных групп с образованием натриевой соли, хорошо растворимой в воде. Далее смесь подкисляют уксусной кислотой, а затем осаждают пектиновую кислоту с помощью хлорида кальция. Пектат кальция отделяют фильтрованием, промывают кипящей водой до исчезновения в стекающей жидкости реакции на хлор и сушат при 100°C до постоянной массы. Коэффициент пересчета пектата кальция на пектиновую кислоту принимают равным 0,92.

Техника определения — берут навеску плодового или ягодного экстракта массой 100 г с погрешностью до 0,01 г, прибавляют 100 см³ дистиллированной воды и доводят водой до метки в мерной колбе вместимостью 200 см³. Смесь тщательно перемешивают и фильтруют. Отбирают пипеткой 10 см³ полученного прозрачного фильтрата и переносят в химический стакан вместимостью 400 см³, прибавляют 100 см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия и оставляют при комнатной температуре на 5—7 ч для омыления. Прибавляют в стакан 50 см³ 1 н. раствора уксусной кислоты и через 5 мин 50 см³ 2 н. раствора хлорида кальция. Полученную смесь оставляют на 1 ч, после чего кипятят 5 мин и фильтруют через предварительно высушенный до постоянной массы беззольный фильтр. Осадок на фильтре про-

мывают кипящей водой до исчезновения в стекающей жидкости реакции на хлор. Фильтр с осадком помещают в бюксу и высушивают до постоянной массы при 100°C (около 12 ч). По массе пектата кальция вычисляют массовую долю пектиновой кислоты в навеске, как указано выше.

Контрольные вопросы

1. Какую роль выполняют пектиновые вещества в растительной ткани?
2. Какова химическая природа пектиновых веществ? Что лежит в основе строения пектина?
3. Какие вы знаете методы определения пектиновых веществ?
4. В чем сущность применяемых методов определения пектиновых веществ?
5. Что представляет собой протопектин? Какой процесс, протекающий в плодах по мере созревания, приводит к их размягчению?
6. Какое свойство пектиновых веществ широко используется в кондитерской промышленности?

АНАЛИЗ СЫРЬЯ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ХЛЕБА, КОНДИТЕРСКИХ, МАКАРОННЫХ ИЗДЕЛИЙ И ПИЩЕКОНЦЕНТРАТОВ

РАБОТА 13. АНАЛИЗ ЗЕРНА

Под *качеством зерна* понимают совокупность биологических, физико-химических, технологических и потребительских (товароведческих) свойств и признаков зерна, определяющих его пригодность к использованию по назначению: на семенные, продовольственные, фуражные и технические цели.

Необходимыми условиями для точной оценки качества зерна являются правильное взятие *проб* и подготовка их к *анализу*, поэтому ГОСТ 13586.3—83 устанавливает правила приемки и методы отбора проб. Для этого в каждой партии зерна анализу подвергается заранее подготовленная средняя проба. Зерно принимают партиями. Под *партией* понимают любое количество зерна, однородного по качеству, предназначенного для одновременной приемки, сдачи, отгрузки или одновременного хранения, например зерно, хранящееся в силосе, эшелон зерна и т. д. Однородность партии устанавливается органолептически по внешнему осмотру партии зерна и по сличению точечных проб, отобранных с доступной глубины.

Отбор средней пробы (рис. 13) начинают с точечной пробы, которая представляет собой небольшое количество зерна, выбранное из партии за один прием из одного места. Количество выемок, их масса, места их взятия из партии устанавливаются стандартами. Для отбора точечных проб используют пробоотборники и ручные щупы. Совокупность точечных проб является объединенной пробой, из которой затем выделяют среднюю пробу, масса которой не должна превышать $2,0 \pm 0,1$ кг. Если масса объединенной пробы не более 2 кг, то она одновременно является средней пробой. Выделение средней пробы из объединенной проводят с использованием делителя БИС-1 или ручным способом. В последнем случае объединенную пробу высыпают на стол с гладкой поверхностью, распределяют зерно в форме квадрата и три раза тщательно перемешивают при помощи двух коротких деревянных планок со скошенным ребром, захватывая его с края и ссыпая в середину. Затем зерно вновь распределяют ровным слоем в виде квадрата и планкой делят по диаго-

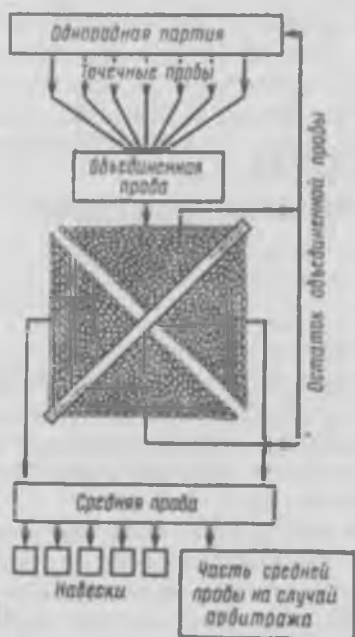


Рис. 13. Схема смешивания и выделения средней пробы и навесок

нали на четыре треугольника. Из двух противоположных треугольников зерно удаляют, а из оставшихся двух собирают вместе, перемешивают и вновь продолжают деление, пока в двух треугольниках не будет 2 кг зерна, которое и составит среднюю пробу. Результаты анализа средней пробы распространяют на всю партию зерна.

Для определения отдельных показателей качества зерна из средней пробы выделяют небольшую часть, которую называют *навеской*. Качество зерна в навеске в наибольшей степени должно соответствовать качеству зерна в средней пробе. Навеску из средней пробы выделяют при помощи зернового делителя, масса выделенной навески должна быть не менее 25 г. Допускается выделение навесок из средней пробы ручным способом. Навеску массой менее 25 г получают ручным способом из 25 г зерна, выделенного на делителе.

Зерно разных культур имеет много аналогичных признаков, что позволяет применять для оценки качества общие методы. Вместе с тем зерно различных культур имеет свои ботанические особенности, химический состав и хозяйственное значение. Особенности технического анализа различных культур отражены в соответствующих стандартах.

На пшеницу установлен один стандарт ГОСТ 9353—85 «Пшеница. Технические условия», который распространяется на зерно пшеницы, заготавливаемое государственной заготовительной системой, а также поставляемое на кормовые цели и для выработки комбикормов.

Пшеница по стандарту делится на шесть типов:

- I — мягкая яровая краснозерная;
- II — яровая твердая;
- III — яровая белозерная;
- IV — озимая краснозерная;
- V — озимая белозерная;
- VI — озимая твердая.

Каждый тип подразделяется на подтипы по цвету и стекловидности.

Существуют базисные и ограничительные нормы качества на заготавливаемую пшеницу. *Базисные нормы* — это показатели качества, которым должно удовлетворять созревшее, здоровое зерно. Закупочные (сдаточные) цены установлены на зерно базисных кондиций. *Ограничительные нормы* — показатели качества, отражающие допустимые пониженные требования к качеству зерна, в пределах которых зерно может быть принято. Эти нормы являются предельными, они устанавливаются, чтобы обеспечить продажу и сдачу государству только доброкачественного зерна. При отклонении качества зерна от базисных кондиций применяют натуральные и денежные скидки и надбавки. В соответствии с базисными нормами натура озимой и яровой мягкой пшеницы должна быть в пределах 730—755 г/л, а влажность — 14—17 % в зависимости от района ее выращивания, содержание зерновой примеси для яровой мягкой, яровой и озимой твердой пшеницы — 2,0 %, для озимой мягкой пшеницы — 3,0 %, содержание сорной примеси — 1 %; зараженность вредителями не допускается. Ограничительные нормы качества на пшеницу следующие: влажность — не более 17—19 % в зависимости от района выращивания; содержание сорной примеси — не более 5,0 %; содержание зерновой примеси — не более 15 %; зараженность вредителями не допускается, кроме зараженности клещом.

При анализе зерна устанавливают соответствие пшеницы базисным или ограничительным нормам качества.

Определение массовой доли влаги. Содержание влаги является одним из важнейших показателей, влияющих на сохранность, энергетическую ценность зерна, выход получаемой из него муки. Нормальным процессом жизнедеятельности зерна при хранении является дыхание, которое сопровождается потерей сухих веществ, выделением теплоты, диоксида углерода и воды. С увеличением массовой доли влаги в зерновой массе интенсивность дыхания возрастает, при этом в зерне появляется свободная вода, что, в свою очередь, создает предпосылки для развития микроорганизмов, вредителей зерна, усиливает гидролитические процессы в результате увеличения активности ферментов.

Зерно пшеницы по содержанию влаги делят на четыре состояния: сухое — до 14,0 % включительно, средней сухости — свыше 14,0 до 15,5 % включительно, влажное — свыше 15,5 до 17,0 % включительно, сырое — свыше 17,0 %.

В зерне сухом и средней сухости почти нет свободной влаги, процессы дыхания протекают незначительно, поэтому такое зерно пригодно для длительного хранения. Влажное зерно требует наблюдения и ухода, так как в нем возможно дальнейшее увлажнение в результате дыхания и, как следствие, постепенное развитие процесса самосогревания. В сыром зерне все физио-

логические процессы могут быстро привести к порче массы зерна за счет создания благоприятных условий для развития микроорганизмов (прежде всего плесеней) и процессов самосогревания. Такое зерно слеживается при хранении и может прорасти. Снижение содержания влаги является единственным условием, ограничивающим возможность прорастания зерна при его хранении. По содержанию воды судят о наличии в зерне сухого вещества и, следовательно, о питательных веществах, определяющих его энергетическую ценность.

Массовая доля влаги влияет на технологические свойства зерна: повышение ее содержания в зерне затрудняет его размол и просеивание продуктов размола, снижает производительность оборудования, увеличивает расход энергии.

Основным методом определения массовой доли влаги в зерне в соответствии с ГОСТ 3040—55 является высушивание навесок размолотого зерна в электрическом сушильном шкафу СЭШ-1 или СЭШ-3М при температуре 130 °С в течение 40 мин при общей продолжительности процесса высушивания 50—55 мин.

Техника определения — зерно, предназначенное для определения массовой доли влаги, в количестве около 30 г размалывают вместе с примесями на лабораторной мельнице.

Размол за один раз должен соответствовать по крупности следующим условиям: проход через проволочное сито с размером ячеек 0,8 мм для пшеницы должен быть не менее 60 %. Во избежание потерь влаги размолотое зерно помещают в банку с притертой пробкой. Перед взятием навесок размолотое зерно тщательно перемешивают. В две предварительно взвешенные металлические бюксы диаметром 48 мм и высотой 20 мм берут навески размолотого зерна массой по 5 г с погрешностью $\pm 0,01$ г. Высушивание проводят ускоренным методом (см. работу 2). Массовую долю влаги рассчитывают по разности между массой навески до и после высушивания, относя ее к массе взятой навески, и выражают в процентах. Из двух определений влажности выводят среднюю, которая и является влажностью пробы.

Если влажность зерна превышает 18 %, его перед определением влажности стандартным методом предварительно подсушивают при температуре 105 °С. Длительность подсушивания зависит от вида зерновой культуры и влажности зерна.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустой бюксы (m_1)	г
Масса бюксы с навеской до высушивания (m_2)	г
Масса размолотого зерна ($m_2 - m_1$)	г
Масса бюксы с навеской после высушивания (m_3)	г

Масса испарившейся влаги ($m_2 - m_1$)
Массовая доля влаги (%)
Заключение

г
%

Определение засоренности. Зерно всегда содержит некоторое количество примесей, попавших при его уборке, перевозках и хранении. Примеси снижают качество зерна и поэтому учитываются при денежных расчетах за зерно. Примеси растительного происхождения (зеленые части растений, семена сорных растений и др.) могут содержать значительно большее количество воды, чем зерно основной культуры, что увеличивает активность физиологических процессов при хранении. В засоренных партиях зерна значительно легче возникает и развивается процесс самосогревания. Наличие примесей, особенно трудноудаляемых, вызывает необходимость сложной очистки зерна перед его использованием. Присутствие примесей морозобойного зерна или зерна, пораженного клопом-черепашкой, снижает хлебопекарные свойства муки и ухудшает качество готовой продукции. Некоторые примеси оказывают вредное влияние на организм человека.

Все примеси подразделяют на две основные фракции: сорную и зерновую.

К сорной относят примеси, не представляющие ценности, а также резко отличающиеся по составу от основного зерна и вредные в пищевом и кормовом отношении.

К зерновой относят примеси, в меньшей степени отражающиеся на качестве зерна и имеющие некоторую пищевую и кормовую ценность. Состав сорной и зерновой примесей для каждой культуры дается в соответствующих стандартах. ГОСТ 9353—85 дает состав сорной и зерновой примесей в зерне пшеницы.

К сорной примеси относят:

весь проход, получаемый при просеивании пшеницы через сито с отверстиями диаметром 1,0 мм;

минеральную примесь (комочки земли, гальку, частицы шлака, руды, песок и т. д.);

органическую примесь (части стеблей, стержней колоса, ости, пленки, части листьев и др.);

семена дикорастущих растений;

семена культурных растений, не относящиеся к зерновой примеси, т. е. все семена, кроме ржи и ячменя;

зерна пшеницы, ржи и ячменя прогнившие, проплевневевшие, обуглившиеся, поджаренные — все с явно испорченным эндоспермом от коричневого до черного цвета;

вредную примесь: головню, спорыню и другие.

К зерновой примеси относят:

зерна пшеницы: битые и изъеденные независимо от характера и размера повреждения в количестве 50 % от их массы (остальные 50 % относят к основному зерну);

сильно недоразвитые — щуплые;

проросшие с вышедшим наружу корешком или ростком либо с утраченным корешком или ростком, но деформированные с явно измененным цветом оболочки вследствие прорастания;

захваченные морозом — сморщенные, белесоватые, сильно потемневшие; поврежденные самосогреванием или сушкой (поджаренные), заплесневевшие с измененным цветом оболочек и затронутым эндоспермом от кремового до светло-коричневого цвета, давленные, раздутые при сушке, зеленые;

зерна ржи, ячменя как целые, так и поврежденные, не отнесенные по характеру повреждений к сорной примеси.

К основному зерну относятся зерна целой пшеницы и поврежденной пшеницы, по характеру повреждений не относящиеся к сорной или зерновой примеси.

Определение засоренности является важнейшим приемом технического анализа. Содержание сорной и зерновой примесей определяется по ГОСТ 13586.2—81.

Техника определения — вначале определяют содержание крупной сорной примеси, для чего среднюю пробу зерна просеивают на сите с отверстиями диаметром 6 мм. Из схода с сита выбирают крупную сорную примесь (по размерам она превышает зерно основной культуры): солому, колосья, крупные семена растений, комочки земли, гальку и т. д. Выделенную крупную сорную примесь взвешивают отдельно по фракциям, учитываемым при определении сорной примеси данной культуры, и выражают в процентах к массе средней пробе.

Из средней пробы, освобожденной от крупной сорной примеси, выделяют навеску * массой 50 г с погрешностью $\pm 0,01$ г и просеивают ее на лабораторных ситах, что облегчает дальнейшую ручную разборку примесей. Для пшеницы рекомендуются следующие наборы металлических сит с размерами отверстий (в мм):

для определения прохода мелких зерен	1,7×20
для определения прохода, относимого к сорной примеси	1,0

Комплект лабораторных сит устанавливают следующим образом. Ставят поддон, на него насаживают сито для отделения

* Величина навесок устанавливается в зависимости от рода культуры. Для пшеницы берется навеска 50 г.

прохода, относящегося к сорной примеси, затем сито для отделения мелких зерен и, наконец, сита, рекомендуемые для облегчения разбора навески $2,5 \times 20$.

Навеску высыпают на верхнее сито, закрыв его крышкой, и просеивают вручную или на механизированном лабораторном сее. Сходы со всех сит отдельно высыпают на разборную доску. Из схода с каждого сита вручную выделяют явно выраженную сорную и зерновую примеси. Проход через сито с наименьшим размером отверстий разделяют на две части: отделяют вредную примесь и в состав сорной примеси не включают; ее содержание определяют по дополнительным навескам. Остальную часть прохода полностью относят к сорной примеси. Выделенные фракции сорной и зерновой примесей отдельно взвешивают и выражают в процентах к массе взятой навески.

Запись в лабораторном журнале

Содержание зерновой примеси (а)

То же

г

%

Содержание сорной примеси (b)

То же

г

%

Закключение: устанавливают соответствие пшеницы базисным или ограничительным нормам качества и определяют ее состояние по засоренности. По засоренности пшеница может быть чистой, средней чистоты и сорной.

Состояние пшеницы: Сорная примесь, %

чистая До 1,0 включительно

средней чистоты Свыше 1,0 до 3,0 включительно

сорная Свыше 3,0

Состояние пшеницы: Зерновая примесь, %

чистая яровой До 1,0

средней чистоты Свыше 1,0 до 5,0

ты включительно

сорная Свыше 5,0

озимой

До 2,0

Свыше 2,0 до 7,0

включительно

Свыше 7,0

Определение натуры (ГОСТ 10840—64). Натура — это масса 1 л зерна, выраженная в граммах. Вместо термина «натура» в прошлом и нередко в настоящем времени употребляют термины «натурный вес», «натурная масса», «объемная масса». Натуру обычно определяют на литровой пурке с падающим грузом. Чем выше натура зерна, тем больше в нем содержится полезных веществ, тем оно качественнее. Натура дает представление о выполненности зерна, имеющей большое технологическое значение. Высоковыполненное зерно хорошо развито, у него большой процент приходится на долю эндосперма. При неблагоприятных условиях формирования зерна масса его оболочек

по сравнению с массой эндосперма возрастает, а масса эндосперма снижается, что ведет, в свою очередь, к снижению выхода готовой продукции (муки, крупы и т. п.).

Натура связана с засоренностью зерна и зависит от количества и характера примесей. Легкие примеси (органические) заметно понижают натуру, а минеральные — увеличивают ее. Однако в подавляющем большинстве партий зерна присутствие примесей в целом уменьшает натуру.

При увлажнении натура зерна уменьшается, так как происходит увеличение объема зерна за счет его набухания, а плотность уменьшается, приближаясь к единице. Кроме того, влажность снижает сыпучесть зерна. Это влечет за собой более рыхлое заполнение объема, что снижает натуру.

Натура зависит от состояния поверхности зерна: шероховатая поверхность снижает плотность его укладки и, следовательно, уменьшает натуру. Кроме того, морщинистое зерно обычно менее полноценно и содержит больший процент оболочек.

На натуре отражается форма зерна: зерно округлое укладывается плотнее, а удлиненное — более рыхло.

Учитывая влияние многих факторов на натуру, обычно этот показатель дает полную оценку качества зерна в комплексе с другими, как, например, масса 1000 зерен, влажность, засоренность.

На натуру влияет плотность укладки зерна: чем она больше, тем выше натура. Для исключения этого субъективного фактора при определении натуры пользуются пуркой, в которой независимая от исполнителя плотность укладки достигается при помощи цилиндра-наполнителя, цилиндра с воронкой и падающего груза.

Техника определения — среднюю пробу зерна освобождают от крупных примесей, просеивая ее на сите с диаметром отверстий 6 мм, и тщательно перемешивают. При отступлении от этих условий искажается действительная величина натуры.

Собирают пурку, приводя ее в рабочее состояние, как показано на рис. 14. В щель мерки вставляют нож, на который помещают падающий груз. На мерку надевают наполнитель, а сверху на наполнитель устанавливают цилиндр с воронкой с находящимся в нем зерном (уровень зерна не должен доходить до верхнего края цилиндра на 1 см). Открывают задвижку воронки и после пересыпания зерна в наполнитель цилиндр с воронкой снимают. Быстро вынимают нож из щели мерки и после того, как груз вытеснит воздух, упадет вниз, а за ним пересыпется в мерку зерно, нож снова вставляют в щель, отделяя таким образом ровно 1 л зерна. Мерку с наполнителем

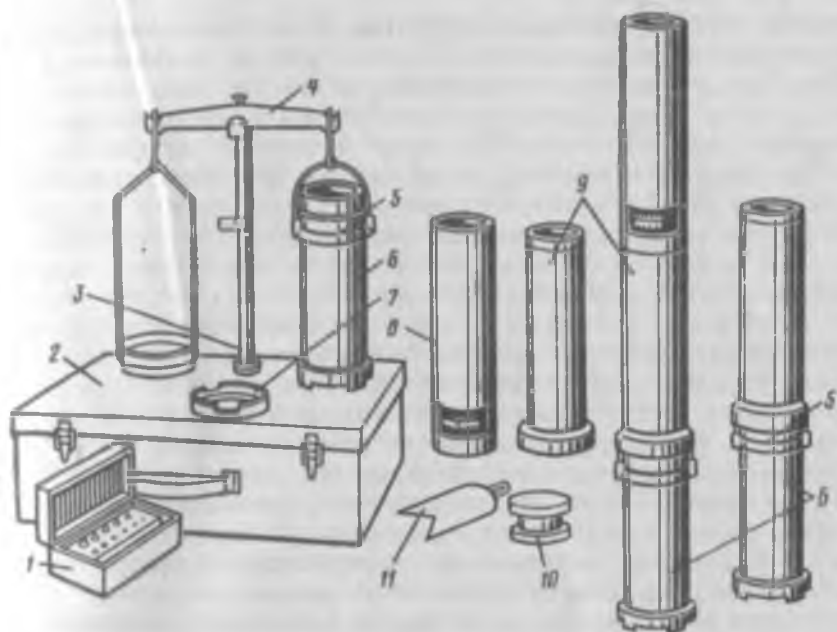


Рис. 14. Литровая пурка с падающим грузом

1 — развес; 2 — ящик футляр для хранения частей пурки; 3 — нарезка для винчивания стойки весов; 4 — коромысло весов; 5 — щель в мерке; 6 — мерка; 7 — гнездо для мерки; 8 — цилиндр с воронкой; 9 — цилиндр накопитель; 10 — падающий груз; 11 — нож

вынимают из гнезда ящика, придерживая нож, переворачивают, высыпая излишек зерна из накопителя. Снимают наполнитель и сбрасывают с ножа оставшиеся отдельные зерна. Вынимают нож из щели и мерку с зерном взвешивают. Взвешивание ведут с погрешностью $\pm 0,5$ г, результат выражают с точностью до 1 г.

Запись в лабораторном журнале

Средняя величина двух опре- г
делений (г)
Закключение

Натура пшеницы считается высокой, если масса 1 л зерна составляет 785 г и выше; выше средней, если натура лежит в пределах от 784 до 765 г; средней — от 764 до 725 и низкой — ниже 725 г.

Определение массы 1000 зерен (ГОСТ 10842—76). Масса 1000 зерен является дополнительным показателем при оценке выполненности и крупноты зерна. Чем крупнее зерно, чем лучше оно выполнено, тем больше численное значение массы 1000 зерен. У плохо выполненного зерна эндосперм сморщен, между ним и оболочками могут находиться воздушные про-

слойки, что снижает массу 1000 зерен. Этот показатель связан с натурой, чаще всего с увеличением природы возрастает масса 1000 зерен, хотя это соотношение не всегда соблюдается, особенно если зерно резко отличается формой и состоянием поверхности.

Чем больше масса 1000 зерен, тем плотнее зерно, тем больше в нем содержание питательных веществ.

Важен этот показатель при оценке качества семенного зерна: чем он выше, тем качественнее зерно, тем больше гарантия получить крупное, мощное растение.

Техника определения — освобожденное от сорной и зерновой примесей зерно перемешивают, распределяют ровным слоем в виде квадрата, который делят на четыре треугольника, из каждого треугольника отсчитывают подряд без выбора 250 зерен. Зерна, отсчитанные из двух противоположных треугольников, объединяют и получают две навески по 500 зерен каждая. Каждую навеску взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г. Если разница между массой двух навесок зерна не более 5 % их средней массы, определение считают правильным. В противном случае определение массы 1000 зерен повторяют.

Массы двух навесок по 500 зерен суммируют, получая массу 1000 зерен при фактической влажности зерна. Далее проводят пересчет на сухое вещество, конечный результат дается с погрешностью до 0,1 г.

Массу 1000 зерен рассчитывают по формуле

$$m_d = \frac{m(100 - W)}{100},$$

где m_c — масса 1000 зерен на сухое вещество, г; m — масса 1000 зерен при фактической массовой доле влаги в зерне, г; W — массовая доля влаги, %.

Запись в лабораторном журнале

Масса первой партии 500 зерен (m_1)	г
Масса второй » 500 » (m_2)	г
Средняя масса ($m_{cp} = \frac{m_1 + m_2}{2}$)	г
Разница между массами первой и второй партии по отношению к средней массе ($\frac{m_1 - m_2}{m_{cp}} 100$)	%
Масса 1000 зерен при фактической влажности зерна ($m = m_1 + m_2$)	г
Массовая доля влаги зерна (W)	%
Масса 1000 зерен на сухое вещество (m_c)	г
Заключение	

Для ускорения отсчета зерна предложены приборы, механизующие эту операцию. Наиболее перспективны три прибора:

счетчик-раскладчик СР-100, представляющий собой электрический пылесос, гибкий шланг от которого заканчивается снимающейся насадкой (с углублениями и отверстиями), насадка присасывает 100 зерен;

прибор для механизированного отбора и подсчета 100 зерен, работающий по тому же принципу с той лишь разницей, что вместо электровентилятора пневматический эффект достигается при помощи водоструйного, масляного или какого-либо другого насоса;

электронный аппарат, автоматически отбирающий и отсчитывающий зерна.

Масса 1000 зерен одной и той же культуры колеблется в больших пределах в зависимости от сорта, года урожая, района выращивания, степени выполненности зерна и т. п. Масса 1000 зерен пшеницы может колебаться от 15 до 88 г.

Определение стекловидности зерна. Стекловидность зерна является признаком, характеризующим строение эндосперма и его консистенцию. В зависимости от степени стекловидности зерно делят на стекловидное, частично стекловидное и мучнистое. Стекловидные зерна имеют прозрачную консистенцию с роговидной структурой в разрезе, а мучнистые — непрозрачную консистенцию, рыхлые, белые в разрезе. К стекловидным относят зерна полностью стекловидные или с легким помутнением; они не должны иметь мучнистой части больше $\frac{1}{4}$ своего размера. К мучнистым относят зерна как полностью мучнистые, так и частично стекловидные при условии, если у последних стекловидные участки в совокупности составляют не более $\frac{1}{4}$ плоскости поперечного разреза зерна. Частично стекловидными считаются зерна пшеницы, не отнесенные к указанным двум группам.

Стекловидное зерно пшеницы содержит больше белковых веществ, чем мучнистое. Стекловидные зерна крупнее и тяжелее мучнистых, они отличаются большей механической прочностью.

Консистенция зерна в очень большой степени зависит от почвенно-климатических условий произрастания злака и количества осадков. Формированию стекловидной структуры эндосперма способствует недостаток влаги при выращивании и созревании зерна, большее содержание азота в почве, а также континентальный климат с жарким летом и знойными ветрами.

Стекловидность — важный показатель качества зерна, так как она характеризует определенные технологические свойства зерна, его целевое назначение. Стекловидность наблюдается в зерне пшеницы, ржи, ячменя, риса, кукурузы. Стекловидная пшеница особенно ценится для производства макаронной муки. Мука из мучнистых пшениц используется для производства мучных кондитерских изделий.

Стекловидному рису, ячменю отдают предпочтение: при производстве круп, так как такие крупы меньше развариваются, не теряют при варке свою форму. Пивоваренная промышленность, наоборот, выше ценит мучнистые сорта ячменя. Мучнистая кукуруза является лучшим сырьем для крахмало-паточной промышленности.

Мукомольная промышленность учитывает стекловидность зерна при выборе режимов и схем помола. Стекловидные зерна легче вымалываются, чем мучнистые, т. е. полнее отделяется эндосперм от отрубистых частиц, это позволяет получать большие выходы лучших сортов муки (крупчатки, высшего и первого сортов), состоящих практически из чистого эндосперма.

Стекловидность является основным показателем при делении пшеницы на подтипы. Как правило, темноокрашенное зерно обладает и большей стекловидностью. Например, пшеница 1-го типа — яровая мягкая краснозерная в зависимости от оттенка цвета и стекловидности подразделяется на следующие подтипы:

1-й подтип	Темно-красная стекловидная	Общая стекловидность не менее 75%			
2-й »	Красная	»	»	»	60%
3-й »	Светло-красная	»	»	»	40%
4-й »	Желто-красная	»	»	»	40%
5-й »	Желтая	»	»	»	40%

Техника определения — из очищенного зерна выделяют без выбора 100 целых зерен. Каждое зерно разрезают бритвенным лезвием поперек и в зависимости от консистенции среза относят к одной из трех групп по стекловидности. На поверхность сомнительных по стекловидности зерен наносят тонкий слой растительного или минерального масла. Через 10—15 с четко проявляются различия между стекловидной и мучнистой частями эндосперма.

Стекловидность пшеницы характеризуется общей стекловидностью и выражается в процентах. При вычислении процента общей стекловидности к количеству (проценту) полностью стекловидных зерен прибавляют половину количества (процентов) частично стекловидных.

Запись в лабораторном журнале

Количество стекловидных зерен (a)	шт.
Количество частично стекловидных зерен (b)	шт.
Общая стекловидность $(a + b/2)$	%
Заключение	

Возможно определение стекловидности с помощью диафаноскопа ДСЗ-2 с кассетой и счетчиком. Кассету вынимают из прибора и на нее насыпают некоторое количество очищенного зер-

на пшеницы. При круговом вращении кассеты в горизонтальной плоскости 100 ячеек решетки заполняются зернами, по одному в каждой ячейке. Слегка наклоняя кассету, излишнее зерно ссыпают. Проверяют заполнение кассеты зерном. Если окажутся незаполненные ячейки кассеты, в них вносят зерна, если в ячейках по два зерна — одно из них удаляют. Кассету вставляют в прорезь корпуса прибора и включают лампу. С помощью рукоятки управления кассету перемещают в корпусе так, чтобы в поле зрения был первый ряд ячеек с зернами. Счетчик подготавливают при помощи ручки сброса отсчета таким образом, чтобы на верхнем табло было 00, на нижнем — 50. Наклоняются к маске, защищающей от попадания постороннего света, и просматривают через линзу первый ряд зерен. Подсчитывают количество стекловидных зерен и отдельно — мучнистых. На счетчике откладывают число полностью стекловидных зерен поворотом ручки управления по часовой стрелке, а поворотом ручки против часовой стрелки — число мучнистых зерен. Число частично стекловидных зерен не учитывают. Затем кассету перемещают так, чтобы в поле зрения передвинулся второй ряд зерен; его просматривают аналогично. Так поступают со всеми десятью рядами зерен. О последнем ряде предупреждает красная полоса на кассете. На нижнем табло счетчика будет указан процент общей стекловидности, а на верхнем — содержание полностью стекловидных зерен в процентах.

Контрольные вопросы

1. Как проводится отбор средней пробы?
2. Что такое базисные и ограничительные нормы качества зерна?
3. Какие показатели качества определяют при оценке зерна?
4. Какое значение имеет показатель массовой доли влаги? Как он определяется?
5. Какие существуют виды примесей зерна?
6. Что такое натура зерна? Какие факторы влияют на натуру?
7. Какое значение имеет показатель «масса 1000 зерен»? Какие факторы влияют на этот показатель? В чем он выражается?
8. Какое значение имеет показатель стекловидности зерна? Какие существуют способы его определения?

РАБОТА 14. АНАЛИЗ МУКИ

Мука является основным видом сырья в производстве хлебобулочных, макаронных и мучных кондитерских изделий.

Мукой называют продукт, получаемый путем размола зерна злаков. Мукомольная промышленность выпускает муку различных видов, типов и сортов. Вид муки определяется родом зерна: пшеница, рожь, ячмень и т. п. Тип муки зависит от ее назначения: хлебопекарная, макаронная, кондитерская и т. д. Сорт муки зависит от ее химического состава, соотношения в ней

составных частей зерна (оболочки, эндосперма, зародыша и др.), цвета и т. п.

Отбор образцов и анализ муки осуществляют в соответствии с ГОСТ 9404—60 и ГОСТ 20239—74. По показателям качества мука должна соответствовать требованиям стандарта на данный вид муки. Мука пшеничная хлебопекарная должна соответствовать ГОСТ 26574—85 (табл. 5).

Таблица 5

Показатель	Характеристика и норма для муки сортов			
	высшего	I	II	обойной
Цвет	Белый или белый с кремовым оттенком	Белый или белый с желтоватым оттенком	Белый с желтоватым или сероватым оттенком	Белый с желтоватым или сероватым оттенком с заметными частицами оболочек зерна
Запах	Свойственный пшеничной муке, без посторонних запахов, не затхлый, не плесневый			
Вкус	Свойственный пшеничной муке, без посторонних привкусов, не кислый, не горький			
Влажность, %, не более	15,0	15,0	15,0	15,0
Зольность в пересчете на сухое вещество, % не более	0,55	0,75	1,25	Не менее чем на 0,07% ниже зольности зерна до очистки, но не более 2,0%
Клейковина сырая: количество, %, не менее	28,0	30,0	25,0	20,0
качество		Ниже 2-й группы		
Металломагнитная примесь, мг на 1 кг, не более	3,0	3,0	3,0	3,0
Крупность помола, %:				
остаток на шелковом сите, не более	5, сито № 43	2, сито № 35	2, сито № 27	—
проход через шелковое сито	—	Не менее 80, сито № 43	Не менее 65, сито № 38	Не менее 35, сито № 38

В муке не допускаются хруст при разжевывании и зараженность вредителями или следы такой зараженности.

В оценке качества пшеничной муки большое значение имеет также ряд показателей, характеризующих ее хлебопекарное достоинство.

При органолептической оценке качества муки определяют запах и вкус.

Определение запаха и вкуса. Запах муки обусловлен в основном наличием в ней летучих веществ: эфирных масел, альдегидов, спиртов и эфиров. Сразу после размола мука почти не имеет запаха. При хранении, особенно при неблагоприятных условиях, в муке образуются продукты распада ее составных частей (углеводов, белков, жиров) и их взаимодействия, которые могут придавать муке неприятный кислый или затхлый запах. Такой запах может быть связан с продуктами жизнедеятельности плесневых грибов или с наличием в муке нежелательных примесей (головни, донника, полыни и др.). Запах может быть связан с хранением или транспортированием муки вместе с неприятно пахнущими веществами.

Техника определения — для определения запаха берут около 20 г муки, высыпают на чистую бумагу, согревают дыханием и исследуют на запах.

Для усиления ощущения это количество муки переносят в стакан, обливают горячей (60°C) водой, воду сливают и определяют запах.

Вкус муки нормального качества — пресный, с ощущением при длительном разжевывании приятной сладковатости. Кислый или горький вкус свидетельствует о порче муки, в основном связанной с распадом жира. Чем ниже сорт муки, тем легче она подвергается порче, так как в муке низших сортов больше жира. Мука, полученная из проросшего зерна, обладает сладковатым вкусом.

Ощущение хруста при разжевывании является следствием наличия в муке минеральных примесей (глины, песка и др.).

Вкус и наличие хруста в муке определяют путем разжевывания 1—2 порций муки массой около 1 г каждая.

При оценке качества муки по физико-химическим показателям в соответствии со стандартом в муке определяют белизну, массовую долю влаги, массовую долю сырой клейковины и ее качество, крупноту помола, массовую долю золы, кислотность и др.

Определение белизны муки. Белизна муки определяется по ГОСТ 26361—84 и зависит от количества темноокрашенных частиц оболочек, от каротина, растворенного в жире муки, а также от крупноты помола. Чем больше размеры частичек муки, тем больше отбрасываемая ими тень и тем более темный цвет имеет мука. Сущность метода определения белизны заключается в измерении отражательной способности уплотненно-сглаженной поверхности муки с применением фотоэлектрического прибора РЗ-БПЛ.

Определение массовой доли влаги. Массовую долю влаги определяют высушиванием навески муки при температуре 130°C в сушильном шкафу в течение 40 мин (см. работу 2). Для быст-

рого определения массовой доли влаги в муке можно использовать прибор ВЧ. При этом пакетик с навеской около 4 г высушивают в течение 5 мин.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,2 %.

Определение качества сырой клейковины и ее массовой доли. Клейковиной принято называть связную, упругую, эластичную массу, которая образуется высокомолекулярными белковыми веществами муки при замесе теста. Количество и качество клейковины характеризуют состояние белково-протеиназного комплекса муки и в значительной степени определяют структурно-механические свойства теста.

Оценка качества муки по количеству и качеству сырой клейковины и освоение методов определения этих показателей изложены в курсе «Технология хлебопекарного производства» и осуществляются при его изучении.

Определение зольности муки. Зольность муки имеет большое значение при оценке ее качества и контроле технологического процесса помола.

Главными минеральными элементами муки являются калий и фосфор. Около 60 % золы пшеничной муки составляет оксид фосфора (V) (P_2O_5) и примерно 30 % — оксид калия (K_2O). В золе муки содержится также сера, магний, хлор, кальций, натрий и др. Из микроэлементов зола муки содержит железо, цинк, марганец, медь и др. Зола, получающаяся при сжигании муки, образуется в основном не из неорганических веществ муки, а из органических соединений, в состав которых входят те или иные элементы. Так, оксид фосфора (V), составляющий основную часть золы, образуется главным образом из нуклеопротеидов, фосфолипидов и фитина (кальций — магниевая соль инозитфосфорной кислоты). Оксид серы (VI) (SO_3) образуется в результате сгорания белков муки, в состав которых входят серосодержащие аминокислоты.

Зольность муки является основным показателем ее сорта. Это связано с тем, что зольность отдельных анатомических частей зерна неодинакова. Наиболее высока зольность оболочек и алейронового слоя, несколько меньше — зародышей и самая низкая — эндосперма. Чем ниже сорт муки, тем больше в ней частиц оболочек, имеющих высокую зольность, тем выше зольность муки. Мука высшего сорта, представляющая собой чистый эндосперм, имеет невысокую зольность.

Стандарт предусматривает, что мука определенного сорта должна иметь массовую долю золы не выше установленного процента: для муки пшеничной высшего сорта — не более 0,55 %, I сорта — не более 0,75 %, II сорта — не более 1,25 %. Массовая доля золы в ржаной сеяной муке должна составлять

0,75 %, для обдирной — 1,45 %, для обойной — 2 %, но не менее чем на 0,07 % ниже, чем в зерне до очистки.

Определение массовой доли золы муки по ГОСТ 27494—87 осуществляют одним из трех методов: без применения ускорителя — основной (арбитражный) метод и озоление с ускорителями — азотной кислотой или спиртовым раствором ацетата магния. Описание первых двух методов см. в работе 4.

Техника определения — предварительно выделенную из среднего образца навеску муки массой 20—30 г переносят на стеклянную пластинку размером 20×20 см и при помощи двух плоских совочков смешивают, распределяют ровным слоем и прикрывают другим стеклом такого же размера так, чтобы слой получился не толще 3—4 мм. Удалив верхнее стекло, берут из разных мест муку (не менее чем из 10) совочком в количестве 1,5—2,0 г и помещают в заранее прокаленные до постоянной массы и взвешенные с погрешностью $\pm 0,0002$ г тигли. Тигель с мукой взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г и вносят в него пипеткой 3 см³ ускорителя — спиртового раствора ацетата магния (1,61 г ацетата магния растворяют в 100 см³ этилового 96 %-ного спирта, вносят 1—2 кристалла йода и фильтруют через бумажный фильтр). Тигель оставляют на 1—2 мин для того, чтобы вся навеска пропиталась ускорителем, помещают на металлическую или фарфоровую подставку в вытяжном шкафу, а затем содержимое тигля поджигают горячей ватой, надетой на металлический стержень и смоченной предварительно спиртом. После окончания выгорания спирта тигли переносят на откидную дверцу муфеля, нагретого до 600—900 °С (ярко-красное горение), и после прекращения горения постепенно задвигают в глубь муфеля. Прокаливание ведут около 1 ч до полного исчезновения черных частиц. Продолжительность озоления в присутствии ацетата магния существенно сокращается вследствие того, что образующийся оксид магния имеет пористую структуру, которая сдерживает уплотнение продукта при сжигании и облегчает проникновение кислорода, необходимого для горения. После окончания озоления тигли охлаждают в эксикаторе, взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г и делают расчет. При расчете нужно учесть, что масса золы становится больше на величину массы золы ускорителя (MgO). Поэтому из массы золы нужно вычесть массу золы ускорителя. Массу золы ускорителя определяют заранее, для чего в два прокаленных до постоянной массы и взвешенных с погрешностью $\pm 0,0002$ г тигля вносят по 3 см³ ускорителя, поджигают и после сгорания спирта тигли ставят в муфельную печь и прокаливают 20 мин. После охлаждения в эксикаторе их взвешивают и находят массу золы ускорителя. Среднее арифметическое двух определений используют затем при расчете результата анализа.

Для пересчета на сухие вещества определяют массовую долю влаги по ГОСТ 9404—60.

Массовую долю золы в пересчете на сухие вещества Z (в %) с точностью 0,01 % рассчитывают по формуле

$$Z = (m_1 - m_0 - m_y) 100 \cdot 100 / (m - m_0) (100 - W),$$

где m_1 — масса тигля с золой, г; m_0 — масса пустого тигля, г; m_y — масса золы ускорителя, г; m — масса тигля с мукой, г; W — массовая доля влаги в муке, %.

Запись в лабораторном журнале

Масса тигля (m_0)	г
Масса тигля с мукой (m)	г
Масса муки ($m - m_0$)	г
Масса тигля с золой (m_1)	г
Масса золы ускорителя (m_y)	г
Масса золы муки ($m_1 - m_0 - m_y$)	г
Массовая доля влаги в муке (W)	%
Массовая доля золы (Z)	%
Заклучение	

Определение кислотности муки. Кислотность муки — важный показатель качества муки, свидетельствующий о ее свежести.

Кислотность муки обусловлена присутствием белков, имеющих кислую реакцию, наличием свободных жирных кислот и различных соединений фосфорной кислоты. Кроме того, в муке в небольшом количестве содержатся такие органические кислоты, как яблочная, уксусная, молочная и др.

При хранении муки кислотность ее повышается, что связано в первую очередь с гидролитическими процессами, происходящими с высокомолекулярными соединениями муки. Так, содержащиеся в муке жиры расщепляются под действием фермента липазы на свободные жирные кислоты и глицерин, под действием протеолитических ферментов идет гидролиз белков с образованием аминокислот, а при распаде фосфатидов образуются кислые фосфаты. Хранение муки при повышенной температуре и влажности приводит к ускорению этих процессов из-за роста активности ферментов муки. Кроме того, неблагоприятные условия хранения муки активизируют жизнедеятельность бактерий, за счет чего в муке возрастает количество органических кислот.

Мука, полученная из проросшего, морозобойного, самосогревавшегося зерна, имеет более высокую кислотность.

Таким образом, мука с высокой кислотностью либо хранилась длительное время, либо хранилась в неблагоприятных условиях, либо получена из зерна с пониженными хлебопекарными свойствами. Такая мука должна тщательно контролироваться по органолептическим показателям, особенно вкусу.

Различают титруемую кислотность (общую) и активную

(рН). Титруемая кислотность характеризует общее количество свободных кислот и кислых солей. Ее принято выражать в градусах. Под градусом кислотности понимают количество 1 н. раствора гидроксида натрия, требующееся для нейтрализации кислот и кислых солей, содержащихся в 100 г муки.

ГОСТ 27493—87 предусматривает определение титруемой кислотности по болтушке (по водно-мучной суспензии). Кроме того, существуют и другие методы определения титруемой кислотности: титрование водного экстракта из муки (вытяжки), титрование спиртового или водно-спиртового экстракта из муки. Во всех методах в качестве индикатора используется фенолфталенин. Если полученная вытяжка темноокрашена, что затрудняет фиксацию конца реакции, то можно применять метод потенциометрического титрования.

При определении кислотности по болтушке оттитровывают все кислореагирующие соединения, но результаты получают несколько завышенными, так как вследствие адсорбционной способности крахмала и белка последние связывают некоторое количество гидроксида натрия. Определение кислотности по водному экстракту дает заниженные результаты, так как жирные кислоты нерастворимы в воде, остаются на фильтре и не участвуют в реакции нейтрализации.

Располагая величинами кислотности муки, определенными этими двумя способами, можно косвенно судить о доле свободных жирных кислот в общем количестве кислореагирующих соединений.

При экстрагировании муки спиртом в экстракт не переходят фосфаты, поэтому, сравнивая результаты титрования водно-мучной суспензии и спиртового экстракта, можно судить о доле кислых фосфатов.

Наиболее точные результаты о содержании кислореагирующих соединений муки дает метод титрования водно-спиртового экстракта, в котором оттитровывают как растворимые в воде, так и растворимые в спирте вещества кислой природы. Кроме того, в этом методе исключена адсорбция гидроксида натрия частицами муки.

Определение титруемой кислотности муки по болтушке. Техника определения — из испытуемой пробы берут навеску муки массой 5 г с погрешностью не более 0,01 г, переносят ее в сухую коническую колбу вместимостью 100—150 см³ и приливают цилиндром 50 см³ дистиллированной воды. Содержимое колбы перемешивают до исчезновения комков муки и добавляют три капли 3 %-ного раствора фенолфталенина, а в болтушку из ржаной муки — пять капель индикатора. Затем болтушку титруют 0,1 н. раствором гидроксида натрия до появления ясного розового окрашивания, не

исчезающего при спокойном стоянии колбы в течение 20—30 с.

При исчезновении розового окрашивания по истечении указанного времени прибавляют еще 3—4 капли раствора фенолфталеина. Появление розового окрашивания свидетельствует об окончании титрования. В противном случае титрование продолжают.

Если исходная болтушка интенсивно окрашена, то для сравнения готовят другую болтушку из испытуемой пробы муки и при титровании постоянно сравнивают получаемый оттенок с начальным цветом болтушки.

Кислотность муки X в градусах кислотности вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 100K}{m \cdot 10}$$

где V — количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование, см³; m — масса навески муки, г; K — поправочный коэффициент к 0,1 н. раствору гидроксида натрия; $1/10$ — коэффициент пересчета 0,1 н. раствора гидроксида натрия на 1 н.

Вычисления проводят с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать для муки 0,2 градуса кислотности.

Запись в лабораторном журнале

Масса навески муки (m)	г
Количество 0,1 н. раствора NaOH, израсходованное на 5 г муки (V)	см ³
Количество 1 н. раствора NaOH, израсходованное на 5 г муки ($V/10$)	см ³
Поправочный коэффициент к 0,1 н. раствору NaOH (K)	
Кислотность муки (X)	град
Заключение	

Определение титруемой кислотности муки по водному экстракту (по водной вытяжке). Техника определения — взвешивают с погрешностью не более 0,01 г навеску муки массой 25 г и помещают ее в коническую колбу или банку вместимостью 300—500 см³, приливают мерной колбой 250 см³ дистиллированной воды, тщательно размешивают и оставляют на 2 ч для диффузии экстрактивных веществ. Затем фильтруют в сухую колбу, возвращая первые порции фильтрата на фильтр. Из полученного фильтрата отбирают пипеткой 25 см³ в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 3—4 капли 1 %-ного раствора фенолфталеина и тит-

руют 0,1 н. раствором гидроксида натрия или калия. Рассчитывают кислотность по среднему арифметическому двух определенных.

Запись в лабораторном журнале

Масса навески муки (m)	г
Количество воды, взятое для экстракции (V)	см ³
Количество 0,1 н. раствора NaOH, израсходованное на 25 см ³ фильтрата (V_1)	см ³
Масса муки, соответствующая 25 см ³ фильтрата	г
$\left(a = \frac{m \cdot 25}{V}\right)$	
Поправочный коэффициент к 0,1 н. раствору NaOH (K)	
Кислотность муки $\left(\bar{X} = \frac{V_1 \cdot 100K}{10a}\right)$	град
Заключение	

Показатель кислотности не регламентируется соответствующими стандартами, поэтому пользуются ориентировочными данными. Кислотность муки зависит также от ее сорта. При одинаковой длительности и условиях хранения титруемая кислотность при снижении сортности муки повышается. Так, показатель титруемой кислотности по болтушке не должен превышать для пшеничной муки высшего сорта 3°, для муки I и II сортов — 3,5; 4,5°, для ржаной сеяной муки — 4°, для обдирной — 5°, обойной — 5,5°.

Определение активной кислотности муки. В технологии хлебопечения важную роль играют биохимические процессы, скорость которых зависит от активной или истинной кислотности (рН). Кроме того, от концентраций водородных ионов зависит изменение свойств белковых веществ — их набухание, растяжимость, эластичность и др.

Как правило, мука имеет активную кислотность 5,9—6,2. Такой узкий предел изменения рН муки связан с большой буферной способностью белковых веществ и фосфатов.

Для определения рН существуют различные методы, основанные на электрометрических и колориметрических принципах. Существующие в настоящее время приборы — потенциометры, рН-метры — позволяют определять рН достаточно быстро и точно (с погрешностью до 0,01).

Из колориметрических методов удобны для пользования методы с индикаторными бумажками или с набором индикаторных карандашей. Эти методы широко используются в тех случаях, когда погрешность определения рН допускается до 0,1—0,2 и для быстрых ориентировочных определений.

Для точных измерений рН используют потенциометрические методы, основанные на определении потенциала между водо-

родным электродом и жидкостью, имеющей водородные ионы. Между ними возникает скачок потенциала, зависящий от концентрации водородных ионов. Потенциал электрода определяют с помощью другого электрода, имеющего постоянный потенциал, измерением электродвижущей силы, возникающей между этими электродами с помощью потенциометра.

Техника определения — для получения вытяжки берут навеску муки массой 10 г с погрешностью не более 0,01 г, добавляют 100 см³ горячей дистиллированной воды и нагревают до кипения для инактивации ферментов. Настаивают в течение часа, перемешивают, дают отстояться и набирают надосадочную жидкость пипеткой с обрезанным и оплавленным кончиком, в который вставлен плотный тампон, через который осуществляется фильтрация. Для определения отбирают от 2—3 до 20—30 см³ фильтрата, помещают в пробирку с коническим дном или стаканчик вместимостью 50 см³ и измеряют на приборе рН-121 или других марок. Установленный и заземленный прибор включают в сеть, прогревают в течение 25 мин и проверяют по стандартному буферному раствору. Электроды перед погружением в буферный или исследуемый раствор промывают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой. После проверки рН-метра измеряют рН исследуемого фильтрата.

Определение автолитической активности муки. Для определения хлебопекарных свойств ржаной муки и распознавания муки, полученной из зерна с пониженными хлебопекарными свойствами, определяют автолитическую активность муки.

Автолитическая активность («авто» — само, «лизис» — растворение) — это способность муки образовывать при прогреве водно-мучной суспензии определенное количество водорастворимых веществ. Выражают автолитическую активность количеством водорастворимых веществ в % на сухие вещества. Эта величина характеризует доброкачественность муки.

Переход сухих веществ в водорастворимое состояние связан с действием ферментов муки на высокомолекулярные соединения, в результате чего образуются легко растворимые в воде вещества. Скорость этих процессов зависит как от активности ферментов, так и от податливости (атакуемости) высокомолекулярных соединений (в первую очередь крахмала и белка). Основную массу водорастворимых веществ составляют сахара, декстрины, аминокислоты, водорастворимые белки, глицерин, кислые фосфаты и др., образовавшиеся в результате действия ферментов. Часть водорастворимых веществ (собственные) переходит в муку из зерна.

Чем выше активность ферментов муки, тем выше автолитическая активность. Поэтому для выявления дефектной муки

с высокой активностью ферментов используют определение автолитической активности.

Чем ниже сорт муки, тем больше в ней содержится ферментов и тем выше ее автолитическая активность.

В пшеничной муке высшего, I и II сортов нормального качества должно содержаться не более 20—30 % водорастворимых веществ (в пересчете на сухие вещества).

Более высокая автолитическая активность пшеничной муки свидетельствует о повышенной активности ферментов, в особенности α -амилазы. Чаще всего такую муку получают из проросшего или морозобойного зерна. Присутствующая в таком зерне и муке, полученной из него, α -амилаза способна в ходе технологического процесса гидролизовать крахмал до декстринов с высокой скоростью, что приводит к получению хлеба с липким заминающимся мякишем вследствие пониженной способности декстринов связывать воду. Распознавание такой муки — важная задача технологического контроля.

Ржаная мука имеет существенные отличия от пшеничной по химическому и биохимическому составу. В ржаной муке выше активность амилолитических ферментов. Даже в муке из нормального зерна ржи всегда присутствует не только β -амилаза, но и α -амилаза. Крахмал ржи легче расщепляется амилазами и имеет более низкую температуру клейстеризации. В ржаной муке содержится значительно больше собственных водорастворимых веществ (сахаров, белков и др.). Все это обуславливает более высокую автолитическую активность ржаной муки и важность этого показателя для оценки хлебопекарных свойств ржаной муки. Для правильного установления технологического режима приготовления ржаных сортов хлеба в зависимости от автолитической активности муки приняты следующие ориентировочные нормы содержания водорастворимых веществ, в % на сухие вещества, не более:

ржаная обойная	55
ржаная обдирная, сеяная,	50
ржано-пшеничная	

При переработке ржаной муки с автолитической активностью выше 55 % для предотвращения появления дефектов в хлебе, обусловленных присутствием активной α -амилазы, рекомендуется применять способы тестоведения, обеспечивающие более высокую кислотность теста с укороченным брожением и устойчивой.

Определение автолитической активности муки в соответствии с ГОСТ 27495—87 проводится путем постепенного прогрева водно-мучной суспензии с последующим измерением количества образовавшихся водорастворимых веществ на рефрактометре.

родным электродом и жидкостью, имеющей водородные ионы. Между ними возникает скачок потенциала, зависящий от концентрации водородных ионов. Потенциал электрода определяют с помощью другого электрода, имеющего постоянный потенциал, измерением электродвижущей силы, возникающей между этими электродами с помощью потенциометра.

Техника определения — для получения вытяжки берут навеску муки массой 10 г с погрешностью не более 0,01 г, добавляют 100 см³ горячей дистиллированной воды и нагревают до кипения для инактивации ферментов. Настанавают в течение часа, перемешивают, дают отстояться и набирают надосадочную жидкость пипеткой с обрезанным и оплавленным кончиком, в который вставлен плотный тампон, через который осуществляется фильтрация. Для определения отбирают от 2—3 до 20—30 см³ фильтрата, помещают в пробирку с коническим дном или стаканчик вместимостью 50 см³ и измеряют на приборе рН-121 или других марок. Установленный и заземленный прибор включают в сеть, прогревают в течение 25 мин и проверяют по стандартному буферному раствору. Электроды перед погружением в буферный или исследуемый раствор промывают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой. После проверки рН-метра измеряют рН исследуемого фильтрата.

Определение автолитической активности муки. Для определения хлебопекарных свойств ржаной муки и распознавания муки, полученной из зерна с пониженными хлебопекарными свойствами, определяют автолитическую активность муки.

Автолитическая активность («авто» — само, «лизис» — растворение) — это способность муки образовывать при прогреве водно-мучной суспензии определенное количество водорастворимых веществ. Выражают автолитическую активность количеством водорастворимых веществ в % на сухие вещества. Эта величина характеризует доброкачественность муки.

Переход сухих веществ в водорастворимое состояние связан с действием ферментов муки на высокомолекулярные соединения, в результате чего образуются легко растворимые в воде вещества. Скорость этих процессов зависит как от активности ферментов, так и от податливости (атакуемости) высокомолекулярных соединений (в первую очередь крахмала и белка). Основную массу водорастворимых веществ составляют сахара, декстрины, аминокислоты, водорастворимые белки, глицерин, кислые фосфаты и др., образовавшиеся в результате действия ферментов. Часть водорастворимых веществ (собственные) переходит в муку из зерна.

Чем выше активность ферментов муки, тем выше автолитическая активность. Поэтому для выявления дефектной муки

с высокой активностью ферментов используют определение автолитической активности.

Чем ниже сорт муки, тем больше в ней содержится ферментов и тем выше ее автолитическая активность.

В пшеничной муке высшего, I и II сортов нормального качества должно содержаться не более 20—30 % водорастворимых веществ (в пересчете на сухие вещества).

Более высокая автолитическая активность пшеничной муки свидетельствует о повышенной активности ферментов, в особенности α -амилазы. Чаше всего такую муку получают из проросшего или морозобойного зерна. Присутствующая в таком зерне и муке, полученной из него, α -амилаза способна в ходе технологического процесса гидролизовать крахмал до декстринов с высокой скоростью, что приводит к получению хлеба с липким заминающимся мякишем вследствие пониженной способности декстринов связывать воду. Распознавание такой муки — важная задача технологического контроля.

Ржаная мука имеет существенные отличия от пшеничной по химическому и биохимическому составу. В ржаной муке выше активность амилолитических ферментов. Даже в муке из нормального зерна ржи всегда присутствует не только β -амилаза, но и α -амилаза. Крахмал ржи легче расщепляется амилазами и имеет более низкую температуру клейстеризации. В ржаной муке содержится значительно больше собственных водорастворимых веществ (сахаров, белков и др.). Все это обуславливает более высокую автолитическую активность ржаной муки и важность этого показателя для оценки хлебопекарных свойств ржаной муки. Для правильного установления технологического режима приготовления ржаных сортов хлеба в зависимости от автолитической активности муки приняты следующие ориентировочные нормы содержания водорастворимых веществ, в % на сухие вещества, не более:

ржаная обойная	55
ржаная обдирная, сеяная,	50
ржано-пшеничная	

При переработке ржаной муки с автолитической активностью свыше 55 % для предотвращения появления дефектов в хлебе, обусловленных присутствием активной α -амилазы, рекомендуется применять способы тестоведения, обеспечивающие более высокую кислотность теста с укороченным брожением и расстойкой.

Определение автолитической активности муки в соответствии с ГОСТ 27495—87 проводится путем постепенного прогрева водно-мучной суспензии с последующим измерением количества образовавшихся водорастворимых веществ на рефрактометре.

Этот метод прост в исполнении, не требует сложной аппаратуры, но условен, так как режим прогрева оказывает большое влияние на результаты определения. В процессе прогрева активность ферментов постепенно возрастает, достигает максимума при определенной температуре (оптимальной для данного фермента), потом снижается, а затем происходит инактивация ферментов. Чтобы во всех пробах интенсивность и скорость прогрева были одинаковыми, ГОСТ строго регламентирует размеры и материал посуды, в которой проводится определение, размеры водяной бани, глубину погружения проб в гнезда бани, длительность прогрева и другие условия.

Для анализа используются только фарфоровые стаканчики вместимостью 50 см³, высотой около 7 см, диаметром примерно 3,5 см и массой 30—40 г. Рекомендуется использовать стеклянную палочку длиной 10 см и диаметром около 0,5 см. Водяная баня должна быть с электрическим обогревом, диаметром около 18 см и высотой 9—10 см, иметь крышку с шестью гнездами, размер отверстий которых должен соответствовать диаметру стаканчиков. Уровень жидкости в погруженных в баню стаканчиках должен быть на 0,75—1 см ниже уровня воды в бане. Расстояние между дном бани и стаканчиками должно быть 2—3 см.

Техника определения — взвешивают стаканчик вместе со стеклянной палочкой, остающейся в нем в течение всего определения. Затем в стаканчик отвешивают 1 г анализируемой муки. Все взвешивания осуществляют с погрешностью не более 0,01 г.

Приливают пипеткой 10 см³ дистиллированной воды и тщательно перемешивают палочкой. После этого все анализируемые пробы одновременно погружают в кипящую водяную баню. При числе проб меньше шести в свободные гнезда погружают стаканчики с 10 см³ воды. Прогревают в течение 15 мин, причем в первые 1—2 мин содержимое стаканчиков перемешивают палочкой для равномерной клейстеризации крахмала. Помешивание ведут одновременно в двух стаканчиках. Затем стаканчики накрывают одной большой стеклянной воронкой или каждый стаканчик отдельной воронкой для уменьшения испарения воды. После 15 мин прогревания одновременно все стаканчики (вместе с крышкой) вынимают из бани и к содержимому каждого стаканчика немедленно приливают по 20 см³ дистиллированной воды, энергично перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Затем массу содержимого стаканчиков доводят на весах до 30 г (с погрешностью не более 0,01 г), добавляя дистиллированную воду из пипетки, тщательно перемешивают палочкой до появления пены и фильтруют через складчатый фильтр диаметром около 8 см из среднефильтрую-

щей бумаги (ГОСТ 12026—76). Из-за высокой вязкости автолизата рекомендуется сливать только слой жидкости, а осадок не переносить на фильтр. Первые две капли фильтрата отбрасывают, а последующие 2—3 капли наносят на призму прецизионного рефрактометра марки РПЛ-2. Измеряют согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

Вычисления проводят с точностью до первого десятичного знака. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 3 %.

Запись в лабораторном журнале

Показания рефрактометра при °C	ед. прибора
Поправка на температуру	ед. прибора
Показания рефрактометра при 20 °C	ед. прибора
Массовая доля водорастворимых веществ в фильтрате (по таблице) (Б)	%
Массовая доля водорастворимых веществ в 100 г муки	%
Массовая доля сухих веществ в муке (100—W)	%
Массовая доля водорастворимых веществ в муке	%

в пересчете на сухие вещества $\left(\frac{Б \cdot 30 \cdot 100}{100 - W} \right)$

Заключение

Определение сахарообразующей способности муки. Сахарообразующая способность муки косвенно характеризует одно из основных хлебопекарных свойств пшеничной муки — способность теста из муки, воды и дрожжей образовывать определенное количество диоксида углерода. От газообразующей способности зависит интенсивность брожения теста, ход расстойки и качество готового хлеба (пористость мякиша, окраска корки, вкус, аромат и объем изделия).

Газообразующая способность обусловлена интенсивностью спиртового брожения, вызываемого дрожжами. Под действием комплекса ферментов дрожжевой клетки гексозы разлагаются с образованием диоксида углерода и этилового спирта по следующему уравнению:



Скорость спиртового брожения зависит от наличия в муке и тесте сбраживаемых сахаров, если остальные условия одинаковые (качество и количество дрожжей, температура и т. д.). В пшеничной муке содержится от 0,7 до 1,8 % сахаров, главным образом сахарозы, которая в тесте быстро расщепляется (инвертируется) выделяемым дрожжами ферментом β-фруктофуранозидазой (инвертазой). Образующаяся смесь глюкозы и

фруктозы легко сбраживается дрожжами. Однако того количества сахара, которое содержится в муке, недостаточно для длительного брожения. Как правило, расход сахаров на брожение теста составляет 1,5—3 % массы муки. Кроме того, присутствие сахара необходимо для нормального протекания в процессе выпечки реакции меланонидинообразования, в результате которой формируются приятный вкус, запах и окраска корки хлеба. Для нормального протекания процессов, происходящих при выпечке хлеба с участием сахаров, требуется наличие в тесте перед выпечкой 2—3 % сахаров от массы муки.

Таким образом, для получения пшеничного хлеба высокого качества необходимо, чтобы в тесте содержалось около 5—5,5 % сахара.

Собственные сахара муки (перешедшие из зерна) сбраживаются дрожжами в первые часы брожения теста. На следующих этапах брожения дрожжи начинают сбраживать мальтозу, образующуюся из крахмала муки под действием амилаз. Способность муки образовывать при определенных условиях мальтозу и называется *сахарообразующей способностью муки*. Она зависит от активности амилалитических ферментов, их вида и атакваемости крахмала муки.

В муке из нормальной пшеницы находится только один амилалитический фермент — β -амилаза, который, действуя на крахмал, образует мальтозу.

В пшеничной муке из проросшего зерна и в ржаной муке наряду с β -амилазой присутствует α -амилаза, расщепляющая крахмал с образованием главным образом декстринов и небольшого количества мальтозы (см. работу 29).

Эти два фермента отличаются не только характером действия на крахмал, но и различаются по своим свойствам. β -Амилаза кислотоустойчива, а α -амилаза в кислой среде быстро теряет свою активность; β -амилаза — термолabile, а α -амилаза термостабильна и может действовать во время выпечки хлеба.

Содержащейся в муке β -амилазы достаточно для высокой степени осахаривания крахмала, но действие фермента лимитируется состоянием крахмала. На нативный крахмал β -амилаза действует с трудом. Чем меньше размер зерен крахмала и выше степень их механического разрушения, тем выше атакемость крахмала β -амилазой. С наибольшей скоростью осахаривается клейстеризованный крахмал. В присутствии α -амилазы скорость осахаривания крахмала β -амилазой резко возрастает, так как образующиеся под действием α -амилазы декстрины расщепляются β -амилазой с высокой скоростью.

При переработке муки с низкой сахарообразующей способностью брожение теста идет медленно, готовые изделия имеют

бледную корку, низкий объем и пористость. Такую муку называют «крепкой на жар». Для улучшения качества готовых изделий из такой муки используют улучшители, содержащие активные амилалитические ферменты (солод, ферментные препараты из плесневых грибов и бактерий), или повышают атакуемость крахмала путем заваривания части муки, что способствует частичной клейстеризации крахмала. Увеличить сахарообразующую способность муки можно также путем интенсивного измельчения муки при помоле, что приводит к нарушению структуры крахмальных зерен и повышению его атакуемости.

Изделия из муки с повышенной сахарообразующей способностью («слабой на жар») имеют темноокрашенную корку, сильно заминающийся мякиш, как бы непропеченный. Это обусловлено присутствием в такой муке α -амилазы и накоплением в результате ее действия большого количества декстринов, особенно в период выпечки хлеба, когда в результате клейстеризации крахмала резко повышается его атакуемость, а α -амилаза вследствие высокой термостабильности достаточно активна. Улучшить качество изделий из такой муки возможно путем повышения кислотности теста, что способствует снижению активности α -амилазы. С этой целью в тесто добавляют молочную кислоту, молочную сыворотку или полуфабрикаты, заквашенные молочнокислыми бактериями.

Определение сахарообразующей способности муки по количеству миллиграммов мальтозы, образующейся из 10 г муки за 1 ч настаивания с 50 см³ воды при температуре 27 °C.

Техника определения — 10 г муки, взвешенные с погрешностью не более 0,05 г, количественно переносят в сухую мерную колбу вместимостью 100 см³. Колбу с навеской помещают на водяную баню или термостат температурой 27 °C на 15 мин для прогревания. Затем в колбу добавляют пипеткой 50 см³ дистиллированной воды температурой 27 °C, быстро и тщательно перемешивают до однородного состояния (без комков) и термостатируют при той же температуре в течение 1 ч, взбалтывая смесь каждые 15 мин. В этот период происходит гидролиз крахмала муки под действием собственных амилалитических ферментов.

По истечении 1 ч проводят инактивацию ферментов, добавляя в колбу цилиндром 15 см³ 15 %-ного $ZnSO_4$ и 15 см³ 1 н. раствора $NaOH$, непрерывно размешивая смесь. Затем доводят водой до метки, перемешивают в течение 3 мин, отстаивают 3—5 мин и фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу.

В прозрачном фильтрате определяют количество образовав-

шегося сахара, для чего могут быть использованы различные методы.

Определение йодометрическим полумикрометодом. Это один из рекомендуемых методов, сущность которого та же, что и в методе Шорля (см. работу 32).

Техника определения — в коническую колбу вместимостью 50 см³ отмеривают пипеткой 3 см³ полученного фильтрата, 1 см³ 6,9 %-ного раствора CuSO₄, 1 см³ щелочного раствора калия—натрия виннокислого (346 г калия—натрия виннокислого + 100 г NaOH в 1 дм³ раствора). Колбу помещают на электроплитку, доводят в течение 3 мин до кипения, кипятят 2 мин с момента закипания и охлаждают. Затем в колбу добавляют 1 см³ 30 %-ного йодида калия и 1 см³ 25 %-ного раствора серной кислоты и титруют выделившийся йод 0,1 н. раствором тиосульфата натрия (из микробюретки) до светло-желтого окрашивания. Затем добавляют 3—4 капли 1 %-ного раствора растворимого крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски. В тех же условиях проводят контрольный опыт, беря вместо фильтрата 3 см³ дистиллированной воды. Разность результатов титрования, полученных в контрольном опыте и при определении сахара в фильтрате, умноженная на поправку к титру тиосульфата натрия, показывает количество восстановленной сахаром меди, выраженное в см³ 0,1 н. раствора тиосульфата натрия (М).

Данный метод дает требуемую точность при разности результатов титрования в контрольном и основном определениях в пределах 0,7—1,2 см³ 0,1 н. раствора тиосульфата натрия. Поэтому при высоком содержании сахара в фильтрате его берут в объеме 1 см³ или 2 см³, добавляя до 3 см³ соответствующее количество дистиллированной воды.

Количество сахара во взятом фильтрате вычисляют путем умножения М на фактор пересчета (Ф) для данного сахара, установленный экспериментально: для глюкозы — 3,3; фруктозы — 3,7; сахарозы — 3,4; мальтозы — 5,4. Пересчет делают на 10 г муки.

Для установления истинной сахарообразующей способности следует из полученной величины вычесть содержание собственных сахаров муки, перешедших в нее при помоле зерна. Такая поправка необходима при анализе муки из проросшего зерна, в остальных случаях определение ее нецелесообразно ввиду незначительности величины такой поправки.

Содержание собственных сахаров определяют следующим образом: 10 г муки нагревают в колбе вместимостью 100 см³ с 20 см³ 96 %-ного этилового спирта на водяной бане при 78 °С в течение 10 мин, затем доводят температуру до 100 °С, выпаривают спирт и ведут определение как в основном опыте.

Сахарообразующая способность доброкачественной муки I и II сортов составляет 210—280 ед.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, эквивалентное всей двухвалентной меди, взятой на определение (контрольный опыт) (V) см³

Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, эквивалентное остатку двухвалентной меди после взаимодействия с сахаром (V_1) см³

Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, эквивалентное восстановленной сахаром двухвалентной меди (M) см³

Фактор пересчета (Φ)

Содержание мальтозы в 3 см³ вытяжки ($M\Phi$) мг

Сахарообразующая способность муки $\left(\frac{M\Phi \cdot 100}{3} \right)$ ед.

Закключение

Контрольные вопросы

1. Какие показатели качества муки предусматривает ГОСТ?
2. Каково значение показателя массовой доли золы в муке?
3. Чем обусловлена зольность муки?
4. Какова роль ацетата магния в озолении?
5. Какие факторы обуславливают кислотность муки?
6. Как изменяется показатель кислотности муки при хранении?
7. В каких единицах выражают общую кислотность?
8. Какие есть методы определения кислотности?
9. Что понимается под общей и активной кислотностью?
10. Что характеризует автолитическую активность муки?
11. От каких факторов зависит автолитическая активность муки?
12. В чем заключается принцип метода определения автолитической активности муки по ГОСТ 27 495—87?
13. Какие факторы оказывают влияние на точность метода определения автолитической активности муки?
14. Что такое сахарообразующая способность, в каких единицах выражается?
15. Какое влияние оказывает сахарообразующая способность на качество хлеба?
16. Какие факторы влияют на сахарообразующую способность?
17. Какова роль α - и β -амилазы в формировании качества хлеба?
18. Какая существует связь между сахаро- и газообразующей способностями муки?
19. Что надо предпринять для улучшения качества хлеба из муки с низкой сахарообразующей способностью?
20. Какие меры можно рекомендовать при переработке муки с высокой сахарообразующей способностью?
21. В чем принцип йодометрического полумикрометода определения сахара?

РАБОТА 15. АНАЛИЗ ПРЕССОВАННЫХ ДРОЖЖЕЙ

Дрожжи прессованные вырабатываются специализированными предприятиями — дрожжевыми заводами для хлебопекарной промышленности, использующей их в качестве разрыхлителя.

лей теста, витаминной промышленности для получения витаминов D и B₂, медицинской — для получения ряда лекарственных препаратов, нуклеиновых кислот и ферментов и микробиологической промышленности для приготовления питательных сред.

Дрожжи — это почкующиеся или делящиеся одноклеточные микроорганизмы, относящиеся к классу грибов. В производстве хлебопекарных дрожжей культивируют дрожжи рода *Saccharomyces* вида *cerevisiae*, называемые сахаромнцетами. Они состоят из клеток круглой или овальной формы размером от 5 до 14 мкм. Такие дрожжи сбраживают и усваивают глюкозу, галактозу, сахарозу, раффинозу и мальтозу.

1 г прессованных дрожжей содержит около 15 млрд дрожжевых клеток. Химический состав хлебопекарных дрожжей непостоянен и может колебаться в широких пределах, он зависит от условий культивирования дрожжей, состава питательной среды и физиологического состояния клетки. В среднем прессованные дрожжи содержат 67—75 % воды и 25—33 % сухих веществ. Часть воды содержится внутри клеток, в цитоплазме дрожжей, другая часть — в межклеточных пространствах.

В сухих веществах дрожжей содержатся азотсодержащие белковые и небелковые вещества — 50 %, жиры — 1,6 %, углеводы — 40,8 %, зола — 7,6 %.

Азотсодержащие вещества дрожжей состоят из белковых веществ (64 %), нуклеопротеидов (26 %), амидов и пептонов (10,1 %). Из небелковых азотистых веществ дрожжи содержат трипептид глутатион (0,1 %). Глутатион может находиться в окисленной или восстановленной форме. Сульфгидрильная группа (—SH) глутатиона активизирует протеиназы. Количество восстановленного глутатиона увеличивается при хранении дрожжей в неблагоприятных условиях, при повышенной температуре, что приводит к их разжижению. Восстановленный глутатион усиливает протеолиз в тесте, резко ухудшая его физические свойства.

Дрожжи содержат 35—40 % углеводов в пересчете на сухие вещества. Они входят в состав протоплазмы и оболочек дрожжевых клеток. Из полисахаридов это гликоген, маннан и глюкан.

Гликоген — запасное вещество. В дрожжах содержатся несколько фракций гликогена. Растворимая в основаниях фракция входит в состав цитоплазмы, кислоторастворимая является структурным компонентом оболочки и связана с маннаном.

Маннан составляет 30 % от общего числа углеводов. Это опорный полисахарид клетки, он входит в состав стенки клетки дрожжей и состоит в основном из маннозы. Глюкан-полиглюкозид также является компонентом стенки, ответственным за ее форму.

Дрожжи содержат дисахарид трегалозу, используемую клеткой, как и гликоген, в качестве энергетического материала.

Около 2 % сухих веществ дрожжей составляет жир. Жир входит в состав протоплазмы клеток в виде сложных комплексов, представляющих собой основной структурный материал клетки. Он необходим клетке и как запасное вещество для получения энергии. В состав жиров входят различные жирные кислоты, такие, как пальмитиновая и стеариновая, обнаружены также лауриновая и олеиновая кислоты. Из жироподобных веществ дрожжи содержат липоиды, фосфатиды и эргостерин, из которого под действием ультрафиолетовых лучей образуется витамин D. Зола составляет от 6,5 до 12,0 % общей массы сухих веществ дрожжей. В ее состав входят фосфор, калий, кальций, магний, железо, натрий, сера и др. Примерно 50 % массовой доли всей золы приходится на P_2O_5 и около $1/3$ на K_2O . Дрожжи содержат целый ряд витаминов и витаминоподобных веществ: витамины B_1 , B_2 , B_3 , B_5 , PP — никотинамид, B_6 , провитамин D — эргостерин, парааминобензойную и фолиевую кислоты, биотин. Обязательной составной частью протоплазмы дрожжевых клеток являются ферменты, осуществляющие разнообразные биохимические превращения в дрожжевой клетке. Многие из ферментов дрожжевой клетки (сахароза, мальтаза, лактаза и др.) входят в состав так называемого зимазного комплекса, сбраживающего сахара.

В настоящее время дрожжевые заводы выпускают *дрожжевое молоко*. Это суспензия дрожжей в воде, полученная отделением культуральной среды после выращивания в ней дрожжей. Дрожжевое молоко применяется в хлебопекарном производстве для разрыхления теста. Использование дрожжевого молока экономически выгодно. Дрожжевые клетки в нем более активны, так как не подвергаются охлаждению. Из-за большей активности дрожжевых клеток расход дрожжей для приготовления теста несколько снижается, ликвидируется ряд операций по формованию и упаковке прессованных дрожжей, последующему их растариванию, приготовлению дрожжевой суспензии. В 1 dm^3 дрожжевого молока должно содержаться не менее 450 г дрожжей в пересчете на прессованные дрожжи с массовой долей влаги 75 %. Подъемная сила и кислотность дрожжевого молока должны соответствовать показателям прессованных дрожжей по ГОСТу.

Для тех районов страны, где нет дрожжевых заводов, выпускают *сушеные дрожжи*. Их получают из прессованных дрожжей, высушивая в виде гранул или вермишелин. Сушеные дрожжи имеют массовую долю влаги 8—10 %, благодаря этому могут храниться длительное время (5—12 мес). Качество сушеных дрожжей зависит от исходного качества прессованных дрож-

жей, режимов сушки и хранения. Сушеные дрожжи выпускают двух сортов — высшего и I. Подъемная сила (по сортам) должна быть не более 70 и 90 мин. При хранении допускается ежемесячное ухудшение подъемной силы на 5 %.

Качество прессованных дрожжей оценивают по средней пробе. При наличии в партии до 4 ящиков проверке подвергаются все ящики, если в партии более 4 ящиков — отбирают 5 % ящиков, но не менее 4 и не более 20. Из каждого ящика отбирают точечные пробы массой не менее 40 г и смешивают их для получения объединенной пробы массой не менее 300 г. Объединенную пробу сокращают до средней пробы массой 200 г. Среднюю пробу оценивают по органолептическим и физико-химическим показателям. Товарные хлебопекарные прессованные дрожжи должны отвечать требованиям ГОСТ 171—81.

Органолептические показатели качества прессованных дрожжей приведены ниже:

Показатель	Характеристика
Цвет	Равномерный, без пятен, светлый, допускается сероватый или кремовый оттенок
Консистенция	Плотная, дрожжи должны легко ломаться и не мазаться
Запах	Свойственный дрожжам, не допускается запах плесени и другие посторонние запахи
Вкус	Пресный, свойственный дрожжам, без постороннего привкуса

Физико-химические показатели качества прессованных дрожжей приведены ниже:

Показатель	Норма
Массовая доля влаги, %, не более	75
Подъемная сила (подъем теста до 70 мм), мин, не более	70
Кислотность 100 г дрожжей в пересчете на уксусную кислоту в день выработки, мг, не более	120
Кислотность 100 г дрожжей в пересчете на уксусную кислоту на 12-е сут хранения при температуре от 0 до +4 °С, мг, не более	300
Стойкость, ч, не менее:	
для дрожжей, вырабатываемых специализированными заводами	60
для дрожжей, вырабатываемых спиртовыми заводами	48

При оценке качества дрожжей методами физико-химического анализа определяют массовую долю влаги, кислотность, подъемную силу, стойкость.

Определение массовой доли влаги в дрожжах. Массовая доля влаги является одним из важных показателей качества дрожжей. Чем она выше, тем дрожжи менее стойки при хране-

нии. ГОСТ рекомендует два метода определения массовой доли влаги — высушиванием до постоянной массы и ускоренным методом с помощью прибора марки ВЧМ (влагомер Чижовой модернизированный). Первый метод более точный, является арбитражным; второй — используется для внутрипроизводственного контроля.

Определение массовой доли влаги в дрожжах высушиванием до постоянной массы. Техника определения — часть средней пробы (не менее 10 г) дрожжей измельчают ножом или протирают через сетку с отверстиями 2—3 мм, взвешивают две навески по 1,5 г каждая с погрешностью до 0,0002 г в заранее высушенных до постоянной массы металлических или стеклянных бюксах с крышками. Высушивают в сушильном шкафу при 105°C до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 4 ч после начала высушивания, последующие — через 1 ч. Перед каждым взвешиванием бюксы закрывают крышками и помещают в эксикатор для охлаждения не менее чем на 20 мин и не более чем на 2 ч. Постоянной считают массу, если разница между двумя взвешиваниями не превышает 0,001 г.

Запись в лабораторном журнале

Масса навески с бюксой до высушивания	г
(m)	
Масса навески с бюксой после высушивания	г
(m_1)	
Масса бюксы	г
(m_2)	
Массовая доля влаги (X)	%
$X = (m - m_1) 100 / (m - m_2)$	
Заключение	

Вычисления проводят с точностью до целого числа. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми в одной лаборатории не должно превышать 0,5 %, в разных лабораториях — 1 %.

Определение массовой доли влаги ускоренным методом. Техника определения — высушивание ведут в приборе ВЧМ в пакетах, приготовленных из газетной или ротаторной бумаги размером 20×15 см. Пустые пакеты сушат в течение 3 мин при 160°C, затем помещают в эксикатор на 2—3 мин для охлаждения и взвешивают с погрешностью до 0,01 г. Массу пакета записывают. Часть средней пробы (не менее 20 г) протирают через сетку с отверстиями 2—3 мм и от нее отбирают в каждый пакет навеску массой 5 г с погрешностью до 0,01 г, закрывают пакеты и высушивают при температуре 160—162°C в течение 7 мин. После этого пакеты помещают на 2—3 мин в эксикатор для охлаждения, взвешивают.

Запись в лабораторном журнале

Масса пакета с навеской до высушивания	г
(m_1)	
Масса пустого пакета (m_2)	г
Масса пакета с навеской после высушивания (m_3)	г
Массовая доля влаги (X)	%
$X = (m_1 - m_3)100 / (m_1 - m_2)$	
Заключение	

Определение кислотности дрожжей методом титрования. Повышение кислотности прежде всего свидетельствует о зараженности дрожжей кислотообразующими бактериями. Кислотность выражают в миллиграммах уксусной кислоты на 100 г дрожжей.

Техника определения — от средней пробы отбирают и взвешивают с погрешностью до 0,01 г 10 г дрожжей в фарфоровой чашке, добавляют 50 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают, взбалтывая до получения однородной массы, и титруют 0,1 н. раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора фенолфталеина до появления розового окрашивания.

Кислотность дрожжей рассчитывают по формуле

$$X = v \cdot 6 \cdot 100K / 10,$$

где X — кислотность дрожжей, мг уксусной кислоты на 100 г дрожжей; v — количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, израсходованные на титрование, см³; 6 — количество уксусной кислоты, соответствующее 1 см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия, мг; K — поправочный коэффициент 0,1 н. раствора гидроксида натрия.

При вычислении результатов анализа доли до 0,5 единицы отбрасывают, а доли, равные 0,5 и более, округляют до единицы.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, израсходованное на титрование	см ³
(v)	
Поправочный коэффициент 0,1 н. раствора гидроксида натрия (K)	мг/100 г
Кислотность дрожжей (X)	
Заключение	

Определение стойкости и бродильной активности дрожжей.

В связи с внедрением в хлебопекарной промышленности ускоренных способов тестоведения к качеству дрожжей предъявляются повышенные требования. Дрожжи используют для разрыхления теста за счет сбраживания сахаров — глюкозы, фруктозы, мальтозы. Способность дрожжей сбраживать глюкозу и фруктозу определяют по величине подъемной силы и зимазной

активности, а способность их сбраживать мальтозу — по величине мальтазной активности. Различают два типа дрожжей: дрожжи с нормальной подъемной силой, сбраживающие сахарозу быстрее, чем мальтозу, и дрожжи с повышенной подъемной силой, сбраживающие мальтозу почти так же активно, как сахарозу. Дрожжи первого типа рекомендуют использовать для приготовления обычных сортов хлеба, а второго — для приготовления высокорецептурных хлебобулочных изделий. С увеличением в тесте массовой доли сахара и жира возрастает осмотическое давление среды, в которой находятся дрожжи. Только хорошая осмочувствительность дрожжей обеспечивает требуемый подъем сдобного теста. Поэтому определяют показатель осмочувствительности, или осмоустойчивость дрожжей.

Так как дрожжи приходится часто транспортировать на большие расстояния, особое значение приобретает показатель стойкости дрожжей, характеризующий их сохранность. Дрожжи с пониженной стойкостью быстро теряют свое качество. Согласно ГОСТ 171—81 хлебопекарные прессованные дрожжи должны иметь подъемную силу не более 70 мин; стойкость — не менее 60 ч; зимазную активность — не более 100 мин, осмочувствительность — не более 20 мин.

Определение стойкости прессованных дрожжей. Стойкость дрожжей выражают в часах. Это время, прошедшее с момента помещения дрожжей в термостат ($t = (35 \pm 2)^\circ\text{C}$) до их полного размягчения.

Техника определения — пачку дрожжей массой 1,0 кг, предварительно охлажденную до $t = 4^\circ\text{C}$, помещают в термостат при $t = 35 \pm 2^\circ\text{C}$ и хранят до полного размягчения. По ГОСТ 171—81 стойкость дрожжей, вырабатываемых дрожжевыми заводами, должна быть не менее 60 ч.

Определение подъемной силы дрожжей. ГОСТ 171—81 предусматривает два метода: по скорости подъема теста в термостате, замешенного по определенной рецептуре и помещенного в формочку определенных размеров, и ускоренный метод — по скорости всплывания шарика теста, предложенный А. И. Островским.

1) Определение подъемной силы дрожжей по скорости подъема теста в термостате.

Техника определения — 280 г хлебопекарной пшеничной муки II сорта, 160 см³ водного раствора хлорида натрия с массовой долей NaCl 2,5 % и металлическую форму, смазанную маслом, подогревают в термостате при 35°C 2 ч. Отвешивают 5 г дрожжей с погрешностью до 0,01 г и переносят в фарфоровую чашку. Затем приливают 15—20 см³ раствора хлорида натрия и перемешивают до исчезновения комочков. Разведенные дрожжи переносят в эмалированную чашку. Оставшимся

количеством раствора хлорида натрия ополаскивают фарфоровую чашку, переносят раствор в эмалированную чашку, после чего туда же добавляют 280 г пшеничной муки с температурой 35°C. Этот момент отмечают по песочным часам и в течение 5 мин интенсивно замешивают тесто вручную. Затем ему придают форму батона по размеру формочки и переносят в металлическую форму. На длинные борта формы навешивают поперечную железную перекладину, входящую в форму на 1,5 см. Форму с тестом помещают в термостат с температурой $35 \pm 2^\circ \text{C}$.

Подъемная сила дрожжей характеризуется временем, прошедшим с момента внесения теста в форму до момента прикосновения его к нижнему краю перекладины, т. е. подъемом на высоту 70 мм. По ГОСТ 171—81 подъемная сила дрожжей должна быть не более 70 мин.

Запись в лабораторном журнале

Время внесения теста в форму	мин
Время прикосновения теста к нижнему краю перекладины	мин
Быстрота подъема теста	мин
Заключение	

2) Определение подъемной силы дрожжей ускоренным методом.

Техника определения — отвешивают 0,31 г дрожжей с погрешностью до 0,01 г и переносят их в фарфоровую чашку, приливают 4,8 см³ нагретого до 35°C водного раствора хлорида натрия с массовой долей NaCl 2,5 % и тщательно перемешивают шпателем или пестиком. К полученной смеси добавляют 7 г муки, замешивают тесто и придают ему форму шарика. Шарик опускают в стакан с водой, нагретой до температуры 35°C, и помещают в термостат с той же температурой. Подъемная сила дрожжей характеризуется временем, прошедшим с момента опускания шарика в воду до момента его всплытия. Для сравнения результатов, полученных по первому и второму методу определения подъемной силы дрожжей, время подъема шарика в минутах умножают на коэффициент 3,5.

Запись в лабораторном журнале

Время опускания шарика в воду	мин
Время всплытия шарика	мин
Быстрота подъема шарика	мин
Заклучение	

Определение осмочувствительности прессованных дрожжей. Под осмочувствительностью понимают способность дрожжей не снижать ферментативную активность в среде с повышенным осмотическим давлением. Метод определения осмочувствительности основан на сравнительной оцен-

ке подъемной силы в тесте без соли и с повышенным содержанием соли.

Разница в подъемной силе дрожжей в зависимости от осмотического давления среды, выраженная в минутах, характеризует осмоустойчивость, которую рассматривают как косвенный показатель стойкости дрожжей. Дрожжи с осмоустойчивостью в пределах 10—15 мин стойки при хранении и пригодны для сушки.

Техника определения — отвешивают две навески дрожжей по 0,31 г каждая с погрешностью до 0,01 г. К первой навеске добавляют 4,8 см³ водопроводной воды с температурой 35°C и 7 г муки. Замешивают тесто и формуют его в виде шарика. Время опускания шарика в воду записывают. Ко второй навеске дрожжей добавляют 4,8 см³ 3,35 %-ного раствора хлорида натрия, имеющего температуру 35°C, и 7 г муки. Тесто также формуют в виде шарика и опускают в стакан с водой, имеющей температуру 35°C. Отмечают время всплытия шариков. Быстроту подъема каждого шарика, выраженную в минутах, умножают на коэффициент 3,5. Разница между полученными значениями подъемной силы для теста без соли и с повышенным содержанием соли характеризует степень осмочувствительности дрожжей.

Примерные нормы величины осмочувствительности прессованных дрожжей (в мин) приведены ниже.

Хорошая	1—10
Удовлетворительная	10—20
Плохая	Свыше 20

Запись в лабораторном журнале

Быстрота подъема шарика теста без соли	мин
Быстрота подъема шарика теста без соли, умноженная на коэффициент 3,5	мин
Быстрота подъема шарика теста с солью	мин
Быстрота подъема шарика теста с солью, умноженная на коэффициент 3,5	мин
Осмочувствительность	мин
Закключение	

Определение мальтазной активности прессованных дрожжей. Способность дрожжей сбраживать глюкозу и мальтозу неодинакова, ее называют соответственно зимазной или мальтазной активностью дрожжей и выражают временем в минутах, затраченным для выделения 10 см³ диоксида углерода при сбраживании 5 %-ного раствора соответствующего сахара. Мальтазную (или зимазную) активность дрожжей определяют на микрогазомере Елецкого (рис. 15). Прибор состоит из стаканчика 4 и манометрической крышки, соединяемых на шлифе. Манометрическая крышка состоит из чашки 5

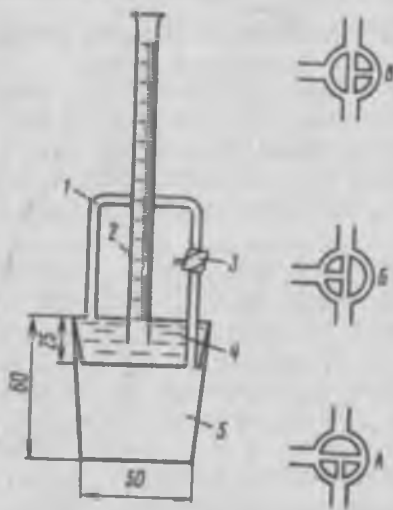


Рис. 15. Микрогазометр Елецкого:

1 — газоотводная трубка; 2 — измерительная трубка; 3 — трехходовой кран; 4 — стаканчик; 5 — чашка

и измерительной трубки 2 высотой 250 мм и внутренним диаметром 8—10 мм. В ней имеется изогнутая газоотводная трубка 1 с внутренним диаметром 3 мм, снабженная трехходовым краном 3, при помощи которого она соединяется со стаканчиком и внешней средой. Перед началом работы в манометрическую крышку заливают насыщенный раствор поваренной соли, подкрашенный метиленовым синим. Раствор наливают до основания измерительной трубки и этот уровень принимают за нуль. Измерительную трубку градуируют с точностью до 1 см³. Высоту h (в см³) на измерительной трубке вычисляют по формуле:

$$h = 1000 \cdot 4 / \pi d^2,$$

где d — диаметр измерительной трубки, мм, если он равен 8 мм, то h равно 20 мм.

Техника определения — 0,5 г прессованных дрожжей помещают в стаканчик прибора, заливают 10 см³ водопроводной воды с температурой 35°C и размешивают. К полученной суспензии добавляют 10 мл 10 %-ного раствора мальтозы (или глюкозы соответственно), быстро закрывают стаканчик манометрической крышкой (трехходовой кран в положении А). Для выравнивания давления внутри прибора с атмосферным кран переводят в положение Б, затем его ставят в положение В и прибор помещают в термостат при температуре 35°C. Засекают время и наблюдают за прибором, пока не выделится 10 см³ диоксида углерода и жидкость в измерительной трубке не поднимется на соответствующую высоту. После окончания анализа кран на газоотводной трубке переводят в положение Б, чтобы жидкость в трубке опустилась, и разъединяют манометрическую трубку и стаканчик.

Примерные нормы величины мальтазной активности прессованных дрожжей (в мин) приведены ниже.

Удовлетворительная	110—160
Хорошая	101—110

Определение качества дрожжевого молока (концентрата).
В соответствии с ОСТ 18-369—81 контроль качества дрожже-

вого молока заключается в определении его органолептических показателей: массовой доли дрожжей в дрожжевом молоке, их подъемной силы и кислотности. Для оценки качества дрожжевого молока отбирают среднюю пробу массой 1 кг, перемешивают и сразу берут необходимые навески.

Оценка качества дрожжевого молока по органолептическим показателям. Вкус и запах дрожжевого молока должны быть свойственны прессованным дрожжам. Не допускаются горький и кислый привкус, запах плесени, гнилостный и другие посторонние запахи и привкусы.

Цвет дрожжевого молока должен быть беловато-сероватый с желтоватым оттенком.

Консистенция — жидкая, с оседающим на дно при отстаивании слоем дрожжевых клеток.

Определение подъемной силы и кислотности дрожжевого молока. Определяют по методикам, рекомендованным ГОСТ 171—81 для хлебопекарных прессованных дрожжей. Для анализа берут количество дрожжевого молока, соответствующее содержанию сухих веществ в навеске стандартных прессованных дрожжей. Это количество рассчитывают или находят по имеющимся таблицам (табл. 6).

Определение подъемной силы дрожжевого молока по скорости подъема теста в термостате. Берут навеску муки пшеничной II сорта 280 г с погрешностью 0,01 г, 4 г хлорида натрия и воды ($160 - a$) см³, где a — количество дрожжевого молока, см³, соответствующее 5 г прессованных дрожжей (определяется по табл. 6). Весь ход определения аналогичен описанному выше для прессованных дрожжей.

Определение кислотности дрожжевого молока. По табл. 6 определяют количество дрожжевого молока, соответствующее 10 г прессованных дрожжей. Отбирают пробу дрожжевого молока в коническую колбу вместимостью 150—200 см³ и приливают дистиллированную воду так, чтобы общее количество суспензии составляло 50 см³. Смесь хорошо перемешивают, приливают 3—5 капель фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором гидроксида натрия до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Расчет кислотности и форма записи в лабораторном журнале аналогичны приведенным для прессованных дрожжей.

Определение содержания дрожжей в дрожжевом молоке. Техника определения — 200 г дрожжевого молока, взятые с погрешностью до 1 г, фильтруют через воронку Бюхнера с двумя фильтрами до прекращения выделения капель жидкости. Консистенция дрожжей на фильтре должна соответствовать консистенции прессованных дрожжей.

Таблица 6

Показатель сахара-метра при 20% (концентрация сухих веществ)	Количество дрожжей при содержании сухих веществ 25%, г/дм ³	Дрожжевое молоко (в дм ³) на 100 кг муки при дозировке дрожжей по рецептуре, %				Дрожжевое молоко (в см ³) для определения		
						подъемной силы		кислотность
		0,7	1,0	1,25	1,5	арбитражным методом	по шарикку	
6,0	300	2,33	3,33	4,17	5,0	17	—	33
6,1	306	2,29	3,37	4,08	4,90	16	—	33
6,2	312	2,24	3,20	4,01	4,81	16	—	32
6,3	319	2,19	3,13	3,92	4,70	16	—	31
6,4	325	2,15	3,08	3,85	4,61	15	9,6	31
6,5	331	2,11	3,02	3,78	4,53	15	9,4	30
6,6	337	2,08	2,97	3,71	4,45	15	9,3	30
6,7	344	2,03	2,91	3,63	4,36	15	9,1	29
6,8	350	2,00	2,86	3,57	4,29	14	8,9	29
6,9	355	1,97	2,82	3,52	4,22	14	8,8	28
7,0	359	1,95	2,79	3,48	4,18	14	8,7	28
7,1	364	1,92	2,75	3,43	4,12	14	8,6	27
7,2	369	1,90	2,71	3,39	4,06	14	8,4	27
7,3	373	1,88	2,68	3,35	4,02	13	8,4	27
7,4	378	1,85	2,65	3,31	3,97	13	8,2	26
7,5	383	1,83	2,61	3,26	3,92	13	8,1	26
7,6	388	1,80	2,58	3,22	3,87	13	8,0	26
7,7	393	1,78	2,54	3,18	3,82	13	7,9	25
7,8	397	1,76	2,52	3,15	3,78	13	7,8	25
7,9	402	1,74	2,49	3,11	3,73	12	7,8	25
8,0	407	1,72	2,46	3,07	3,69	12	7,7	25
8,1	413	1,69	2,42	3,03	3,63	12	7,6	24
8,2	419	1,67	2,39	2,98	3,58	12	7,4	24
8,3	426	1,64	2,35	2,93	3,52	12	7,3	23
8,4	432	1,62	2,31	2,89	3,47	12	7,2	23
8,5	436	1,61	2,29	2,87	3,44	12	7,2	23
8,6	440	1,59	2,27	2,84	3,41	11	7,1	23
8,7	444	1,58	2,25	2,81	3,38	11	6,9	22
8,8	449	1,56	2,23	2,78	3,34	11	6,9	22
8,9	453	1,54	2,21	2,76	3,31	11	6,8	22
9,0	457	1,53	2,19	2,73	3,28	11	6,7	22
9,1	465	1,50	2,15	2,69	3,23	11	6,6	21
9,2	474	1,48	2,11	2,64	3,16	11	6,5	21
9,3	482	1,45	2,07	2,59	3,11	10	6,4	21
9,4	490	1,43	2,04	2,55	3,06	10	6,3	20
9,5	498	1,41	2,01	2,51	3,01	10	6,2	20
9,6	507	1,38	1,97	2,46	2,96	10	6,2	20
9,7	511	1,37	1,96	2,45	2,93	10	6,1	20
9,8	514	1,36	1,95	2,43	2,92	10	6,1	19
9,9	518	1,35	1,93	2,41	2,90	10	6,1	19
10,0	521	1,34	1,92	2,40	2,88	10	6,0	19
10,1	525	1,33	1,90	2,38	2,86	10	5,9	19
10,2	528	1,32	1,89	2,37	2,84	9	5,9	19
10,3	532	1,31	1,88	2,35	2,82	9	5,8	19

Показатель сахара при 20% (концентрация сухих веществ)	Количество дрожжей при содержании сухих веществ 25%, г/дм ³	Дрожжевое молоко (в дм ³) на 100 кг муки при дозировке дрожжей по рецептуре, %				Дрожжевое молоко (в см ³) для определения		
						подъемной силы		кислотности
		0,7	1,0	1,25	1,5	арбитражным методом	по шарикку	
10,4	538	1,30	1,86	2,32	2,79	9	5,8	19
10,5	544	1,29	1,84	2,30	2,76	9	5,7	18
10,6	551	1,27	1,81	2,27	2,79	9	5,7	18
10,7	557	1,26	1,79	2,24	2,69	9	5,6	18
10,8	562	1,25	1,78	2,22	2,67	9	5,6	18
10,9	567	1,23	1,76	2,20	2,65	9	5,6	18
11,0	572	1,22	1,75	2,18	2,62	9	5,5	17
11,1	577	1,21	1,73	2,17	2,60	9	5,5	17
11,2	582	1,20	1,72	2,15	2,58	9	5,4	17
11,3	587	1,19	1,70	2,13	2,56	9	5,4	17
11,4	592	1,18	1,69	2,11	2,53	8	5,3	17
11,5	598	1,17	1,67	2,09	2,51	8	5,3	17
11,6	603	1,16	1,66	2,07	2,49	8	5,2	17
11,7	608	1,15	1,64	2,06	2,47	8	5,2	16
11,8	613	1,14	1,63	2,04	2,45	8	5,1	16
11,9	618	1,13	1,62	2,02	2,43	8	5,1	16
12,0	623	1,12	1,60	2,00	2,41	8	5,0	16
12,1	628	1,11	1,59	1,99	2,39	8	5,0	16
12,2	633	1,10	1,58	1,97	2,37	8	5,0	16
12,3	638	1,09	1,57	1,96	2,35	8	4,9	16
12,4	643	1,08	1,56	1,94	2,33	8	4,9	16
12,5	648	1,08	1,54	1,92	2,31	8	4,8	15
12,6	653	—	—	—	—	8	4,8	15
12,7	658	—	—	—	—	8	4,7	15
12,8	663	—	—	—	—	8	4,7	15
12,9	668	—	—	—	—	8	4,7	15
13,0	674	—	—	—	—	8	4,6	15
13,1	679	—	—	—	—	7	4,6	15
13,2	684	—	—	—	—	7	4,6	15
13,3	689	—	—	—	—	7	4,6	15
13,4	694	—	—	—	—	7	4,5	14
13,5	699	—	—	—	—	7	4,5	14
13,6	704	—	—	—	—	7	4,4	14
13,7	709	—	—	—	—	7	4,4	14

Отфильтрованные дрожжи взвешивают вместе с одним кружком фильтровальной бумаги, второй (нижний) кружок служит для уравнивания первого, то есть его помещают на чашку весов с гириями. Затем методом высушивания до постоянной массы или ускоренным методом на приборе ВЧМ определяют массовую долю влаги отфильтрованного продукта. Массовую долю дрожжей в дрожжевом молоке рассчитывают по формуле

$$X = (100 - W) \cdot B \cdot 100 \cdot 1000 / (100 \cdot 2,5 \cdot 200) = B(100 - W) / 5,$$

где X — массовая доля дрожжей в 1 дм³ дрожжевого молока, г; W — массовая доля влаги в отфильтрованном продукте, %; B — количество дрожжей, отфильтрованных из 200 г дрожжевого молока; 2,5 — массовая доля сухих веществ в 100 г стандартных прессованных дрожжей, г; 200 — количество дрожжевого молока, взятое для анализа, г.

Контрольные вопросы

1. Каков средний химический состав прессованных дрожжей?
2. Какими показателями характеризуется качество прессованных дрожжей и дрожжевого молока?
3. Какими методами определяют влажность прессованных дрожжей?
4. Каким методом определяют кислотность прессованных дрожжей и в каких единицах она выражается?
5. Какие показатели характеризуют бродительную активность дрожжей?
6. Что понимают под мальтазной активностью и осмочувствительностью дрожжей?
7. От чего зависит стойкость дрожжей при хранении и как ее определяют?

РАБОТА 16. АНАЛИЗ СОЛОДА

Зерна злаков, проросшие в искусственно созданных условиях при определенной температуре и влажности и подвергнутые специальной обработке, называют *солодом*. Для его приготовления используют различные зерновые культуры: ячмень, овес, рожь, просо, пшеницу. Солод используют в производстве пива, этанола, хлеба и кваса. В хлебопекарной промышленности применяют следующие виды солода: ржаной ферментированный и неферментированный солод и ячменный пивоваренный солод и препараты, получаемые из него.

Ржаной ферментированный солод используется как добавка, улучшающая цвет мякиша ржаного хлеба, его вкус и аромат. Он входит в рецептуру таких русских национальных сортов изделий, как хлеб ржаной заварной, хлеб московский, бородинский, карельский, чайный, любительский в целлофане и др.

Для получения ржаного ферментированного солода рожь после очистки замачивают при температуре 13—18°C в течение 30—32 ч до влажности 50—52 % и затем проращивают в течение 3—4 сут при температуре 13—19°C. Проросшую рожь подвергают процессу ферментации (томления), заключающемуся в том, что влажное зерно выдерживают 4—5 сут при температуре 55—65°C, периодически перемешивая и при необходимости дополнительно увлажняя. Ферментацию солода проводят в барабанах или ящиках. Толщина слоя солода составляет 1 м и более. Барабаны обогреваются паром.

Процесс ферментации характеризуется интенсивным ферментативным гидролизом углеводов, белков и других сложных органических веществ. В солоде накапливается много аминокислот

Таблица 7

Показатель качества	Неферментированный солод	Ферментированный солод
Массовая доля влаги солода тонкоразмолотого, %, не более	10,0	10,0
Экстрактивность солода в пересчете на сухие вещества, мас. %, не менее:		
при горячем экстрагировании (экстракт осахаривания)	80,0	—
при холодном экстрагировании (экстракт вытяжки)	—	48,0
Продолжительность осахаривания, мин, не более	25,0	—
Кислотность, см ³ 1 н. раствора гидроксида натрия в пересчете на 100 г сухого солода, не более:		
при определении методом горячего экстрагирования	17,0	—
при определении методом холодного экстрагирования	—	35,0
Цвет солода, мл 1 н. раствора йода в пересчете на 100 г сухого солода:		
при определении методом горячего экстрагирования	Не менее 5,0	—
при определении методом холодного экстрагирования	—	10—20

и сахаров, при взаимодействии которых образуются меланоидины, обуславливающие специфический аромат и окраску ржаного ферментированного солода. На следующей стадии — сушке солода — продолжается процесс меланоидинообразования, развивается приятный хлебный аромат, кисло-сладкий вкус и коричневый цвет солода. Сушку ведут при высоких температурах (до 90—100°C в самом зерне), ферменты при этом инактивируются, поэтому солод ржаной ферментированный называют неактивным, он должен отвечать требованиям ОСТ 18-218—81 (табл. 7). Процесс приготовления ржаного ферментированного солода длителен и трудоемок, потери сухих веществ зерна составляют до 20 %.

Ячменный пивоваренный солод, также используемый в хлебопечении, должен отвечать требованиям ОСТ 18-305—77 (табл. 8). Такой солод вырабатывается в больших количествах, так как является основным сырьем при производстве пива. Благодаря своей ферментативной активности, и в частности активности α -амилазы, ячменный пивоваренный солод обладает осахаривающей способностью и применяется в хлебопечении для следующих целей:

как улучшитель муки с низкой сахарообразующей способностью;

Показатель качества	Нормы		
	Светлый солод		Темный солод
	I класса	II класса	
Массовая доля влаги, %, не более	5,0	6,0	5,0
Экстрактивность в пересчете на сухие вещества, %, не менее	77,5	75,0	74,0
Продолжительность осахаривания, мин, не более	20,0	25,0	30,0

для осахаривания мучных заварок при изготовлении жидких дрожжей;

для осахаривания заварки при производстве некоторых сортов хлеба (рижского, витебского и др. из ржаной сортовой муки).

Его получают следующим образом: зерно ячменя очищают от примесей, сортируют по размеру и замачивают при температуре 12—14 °С до содержания массовой доли влаги в нем 42—48 %. Проращивание зерна ведут в солодовнях различных типов при обязательном ворошении и аэрации зерна при температуре 10—12 °С в течение 7 сут. В зерне в процессе проращивания активизируются цитолитические, амилалитические, протеолитические и другие ферменты, происходит гидролиз полисахаридов (гемилцеллюлоз, крахмала и др.), белков и других сложных органических веществ. Сушку солода ведут при мягких температурных режимах, позволяющих сохранить его ферментативную активность. Такой солод называют активным.

При приготовлении хлеба из пшеничной муки высшего и I сортов вместо ячменного пивоваренного солода можно использовать *солодовый экстракт*. Солодовый экстракт получают путем уваривания (при пониженном давлении и температуре) водной вытяжки солода. Он представляет собой густую сиропобразную массу, содержащую все составные водорастворимые компоненты солода (ферменты сахара, декстрины и др.). Солодовый экстракт обладает не только амилалитической, но и протеолитической активностью, это необходимо учитывать при работе с пшеничной мукой средней и слабой по «силе». Дозировка солодового экстракта может колебаться от 1 до 3 % к массе муки.

Анализ ржаного сухого ферментированного солода. При оценке качества солода по органолептическим показателям согласно требованиям стандарта (ОСТ 18-218—81) ржаной ферментированный солод должен обладать кисло-сладким вкусом,

приближающимся к вкусу ржаного хлеба, без горького и пригорелого привкуса. Запах солода должен быть свойственным данному виду солода, без запаха плесени и гнили, цвет от коричневого до темно-бурого с красноватым оттенком. Вкус и запах солода определяют в вытяжке, приготовленной настаиванием солода с дистиллированной водой в соотношении 1:5 при температуре 60°C в течение 2 мин.

При оценке качества солода по физико-химическим показателям в ржаном ферментированном солоде определяют массовую долю влаги, экстрактивность, кислотность, цвет и др.

Определение массовой доли влаги. Солод богат растворимыми в воде веществами, которые являются хорошей питательной средой для микроорганизмов. При содержании массовой доли влаги выше 10 % в солоде могут начаться микробиологические процессы, приводящие к его порче. Массовую долю влаги в солоде, согласно требованиям стандарта, определяют двумя методами: высушивание в сушильном шкафу при 105°C в течение 3 ч (арбитражный метод) или на приборе марки ВЧМ при температуре 160°C.

1) Определение массовой доли влаги методом высушивания в сушильном шкафу (арбитражный метод).

Техника определения — навеску солода 5 г, взвешенную с погрешностью до 0,01 г, помещают в предварительно высушенную и взвешенную бюксу, после чего сушат ровно 3 ч в сушильном шкафу при 105°C. После высушивания бюксу с солодом охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями влажности $\pm 0,5\%$ (форму записи в лаб. журнале см. работу 2).

2) Определение массовой доли влаги высушиванием в приборе ВЧМ.

Техника определения проводится по методике, изложенной в работе 2. Навеску солода (4 г), взвешенную с погрешностью до 0,01 г, помещают в предварительно высушенный и взвешенный бумажный пакет. Обезвоживание проводят в течение 10 мин при 160°C.

Согласно стандарту массовая доля влаги в тонкоразмолотом солоде не должна превышать 10 %, а для солода в зернах — 8 % (форму записи в лаб. журнале см. работу 2).

Определение экстрактивности солода. Солод ржаной сухой ферментированный при всех прочих равных условиях считается тем лучше, чем выше содержание в нем водорастворимых (экстрактивных) веществ. Низкое содержание экстрактивных веществ свидетельствует о неправильной технологии приготовления солода и отрицательно сказывается на его качестве (вкусе, аромате). Водорастворимые вещества солода

Показатель качества	Нормы		
	Светлый солод		Темный солод
	I класса	II класса	
Массовая доля влаги, %, не более	5,0	6,0	5,0
Экстрактивность в пересчете на сухие вещества, %, не менее	77,5	75,0	74,0
Продолжительность осахаривания, мин, не более	20,0	25,0	30,0

для осахаривания мучных заварок при изготовлении жидких дрожжей;

для осахаривания заварки при производстве некоторых сортов хлеба (рижского, витебского и др. из ржаной сортовой муки).

Его получают следующим образом: зерно ячменя очищают от примесей, сортируют по размеру и замачивают при температуре 12—14°C до содержания массовой доли влаги в нем 42—48 %. Проращивание зерна ведут в солодовнях различных типов при обязательном ворошении и аэрации зерна при температуре 10—12°C в течение 7 сут. В зерне в процессе проращивания активизируются цитолитические, амилалитические, протеолитические и другие ферменты, происходит гидролиз полисахаридов (гемицеллюлоз, крахмала и др.), белков и других сложных органических веществ. Сушку солода ведут при мягких температурных режимах, позволяющих сохранить его ферментативную активность. Такой солод называют активным.

При приготовлении хлеба из пшеничной муки высшего и I сортов вместо ячменного пивоваренного солода можно использовать *солодовый экстракт*. Солодовый экстракт получают путем уваривания (при пониженном давлении и температуре) водной вытяжки солода. Он представляет собой густую сиропообразную массу, содержащую все составные водорастворимые компоненты солода (ферменты сахара, декстрины и др.). Солодовый экстракт обладает не только амилалитической, но и протеолитической активностью, это необходимо учитывать при работе с пшеничной мукой средней и слабой по «силе». Дозировка солодового экстракта может колебаться от 1 до 3 % к массе муки.

Анализ ржаного сухого ферментированного солода. При оценке качества солода по органолептическим показателям согласно требованиям стандарта (ОСТ 18-218—81) ржаной ферментированный солод должен обладать кисло-сладким вкусом,

приближающимся к вкусу ржаного хлеба, без горького и пригорелого привкуса. Запах солода должен быть свойственным данному виду солода, без запаха плесени и гнили, цвет от коричневого до темно-бурого с красноватым оттенком. Вкус и запах солода определяют в вытяжке, приготовленной настаиванием солода с дистиллированной водой в соотношении 1:5 при температуре 60°C в течение 2 мин.

При оценке качества солода по физико-химическим показателям в ржаном ферментированном солоде определяют массовую долю влаги, экстрактивность, кислотность, цвет и др.

Определение массовой доли влаги. Солод богат растворимыми в воде веществами, которые являются хорошей питательной средой для микроорганизмов. При содержании массовой доли влаги выше 10 % в солоде могут начаться микробиологические процессы, приводящие к его порче. Массовую долю влаги в солоде, согласно требованиям стандарта, определяют двумя методами: высушивание в сушильном шкафу при 105°C в течение 3 ч (арбитражный метод) или на приборе мар-ки ВЧМ при температуре 160°C.

1) Определение массовой доли влаги методом высушивания в сушильном шкафу (арбитражный метод).

Техника определения — навеску солода 5 г, взвешенную с погрешностью до 0,01 г, помещают в предварительно высушенную и взвешенную бюксу, после чего сушат ровно 3 ч в сушильном шкафу при 105°C. После высушивания бюксу с солодом охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями влажности $\pm 0,5$ % (форму записи в лаб. журнале см. работу 2).

2) Определение массовой доли влаги высушиванием в приборе ВЧМ.

Техника определения проводится по методике, изложенной в работе 2. Навеску солода (4 г), взвешенную с погрешностью до 0,01 г, помещают в предварительно высушенный и взвешенный бумажный пакет. Обезвоживание проводят в течение 10 мин при 160°C.

Согласно стандарту массовая доля влаги в тонкоразмолотом солоде не должна превышать 10 %, а для солода в зернах — 8 % (форму записи в лаб. журнале см. работу 2).

Определение экстрактивности солода. Солод ржаной сухой ферментированный при всех прочих равных условиях считается тем лучше, чем выше содержание в нем водорастворимых (экстрактивных) веществ. Низкое содержание экстрактивных веществ свидетельствует о неправильной технологии приготовления солода и отрицательно сказывается на его качестве (вкусе, аромате). Водорастворимые вещества солода

не только влияют на вкус, но и задерживают процесс черствения, если солод входит в рецептуру хлеба в качестве вкусовой или ароматической добавки. Определение экстрактивности в ржаном сухом ферментированном солоде заключается в пикнометрическом определении плотности вытяжки, полученной методом горячего или холодного экстрагирования. При горячем экстрагировании из солода извлекают больше водорастворимых веществ, чем при холодном, поэтому норма содержания экстракта различна в зависимости от применяемого метода экстракции. Экстрактивность солода рассчитывается по формуле

$$E = e(1000 + W) 100 / (100 - e)(100 - W),$$

где E — массовая доля экстракта в пересчете на сухие вещества солода, %; e — массовая доля сухих веществ в фильтрате или лабораторном сусле, определяемая по табл. 9, мас. % в зависимости от d_{20}^{20} — относительной плотности фильтрата, определяемой пикнометром; W — массовая доля влаги в солоде, %.

Получение вытяжки настоящим методом горячего экстрагирования осуществляется так, как описано для ячменного солода.

1) Получение вытяжки методом холодного экстрагирования.

Техника определения — 10 г тонкоизмельченного солода с заранее определенной массовой долей влаги взвешивают с погрешностью до 0,01 г и помещают в коническую колбу вместимостью 200—250 см³ с хорошо пригнанной пробкой, приливают пипеткой 100 см³ дистиллированной воды при 18—20 °С и настаивают в течение 15 мин, взбалтывая каждые 5 мин в продолжение 1 мин. Затем все содержимое колбы (за исключением осадка) фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу. Первые порции фильтрата возвращают на фильтр, фильтрацию прекращают, когда набирается 60—70 мл фильтрата (солодового экстракта). Полученный указанным выше способом солодовый экстракт используют как для определения показателя экстрактивности, так и для определения кислотности солода и его цвета.

Запись в лабораторном журнале

Относительная плотность фильтрата, определяемая пикнометрическим методом (d_{20}^{20})

Массовая доля сухих веществ в фильтрате (e) (по табл. 9) мас. %

Массовая доля влаги в солоде (W) %

Массовая доля экстракта в пересчете на сухие вещества (E) %

Допустимое расхождение между двумя параллельными определениями ± 1 %.

2) Определение экстрактивности солода рефрактометрическим методом.

При контроле качества сырья в хлебопекарном производстве используют менее трудоемкий и более быстрый рефрактометрический метод определения массовой доли сухих веществ в солодовой вытяжке.

Техника определения — исследуемый фильтрат помещают между призмами прецизионного рефрактометра марок РПЛ или РПЛ-2 и, руководствуясь инструкцией, приложенной к рефрактометру, осуществляют на нем 2—3 отсчета. По средней арифметической величине этих замеров, выраженных в единицах прибора, находят (по таблице) рефрактометрический показатель массовой доли сухих веществ в исследуемом фильтрате. Умножив полученную величину на 10 (разведение), находят величину рефрактометрического показателя массовой доли водорастворимых веществ в 100 г солода. Затем эту величину пересчитывают на 100 г сухих веществ солода Y и вносят поправку, учитывающую завышение рефрактометрического показателя за счет содержания в солоде декстринов и других веществ, влияющих на показания рефрактометра, после чего рассчитывают массовую долю экстрактивных веществ в солоде по формуле

$$E = 0,901Y - 0,11.$$

Запись в лабораторном журнале

Показания рефрактометра при °C

Поправка на температуру

Показание рефрактометра при 20 °C

Рефрактометрический показатель содержания сухих веществ в фильтрате (по табл. 9) (a) %

Рефрактометрический показатель массовой доли экстрактивных веществ в солоде ($10a$) %

Массовая доля влаги в солоде (W) %

Рефрактометрический показатель массовой доли экстрактивных веществ в пересчете на сухие вещества солода [$Y = 10a \cdot 100 / (100 - W)$] %

Массовая доля экстрактивных веществ в солоде в пересчете на сухие вещества (E) %

Заключение

Определение кислотности. В процессе проращивания и томления (ферментации) ржаного солода происходит заметное нарастание в нем содержания кислот и кислореагирующих веществ. Известно, что высокая кислотность положительно влияет на образование окраски солода во время сушки. На показателе кислотности хлеба кислотность солода сказывается незначительно.

Кислотность солода выражается в см³ 1 н. раствора гидроксида натрия, пошедшего на титрование кислот и кислореагирующих веществ, находящихся в 100 г сухих веществ солода.

Кислотность солода рассчитывают по кислотности солодового фильтрата, полученного при определении экстрактивных веществ, и определяют двумя методами: титриметрическим (арбитражный метод) или потенциометрическим на рН-метре.

1) Определение кислотности солода титриметрическим методом.

Техника определения — в коническую колбу вместимостью 100 см³ вносят 2 см³ испытуемого фильтрата, 50 см³ дистиллированной воды, 2 капли 1 %-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором гидроксида натрия до появления розового окрашивания.

Кислотность солода рассчитывают по формуле

$$X = 100 \cdot 50nK / (100 - W),$$

где X — кислотность солода, см³ 1 н. раствора гидроксида натрия в пересчете на сухие вещества солода; n — количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование фильтрата, полученного методом холодного экстрагирования, см³; K — поправочный коэффициент 0,1 н. раствора гидроксида натрия; W — массовая доля влаги в солоде, %.

2) Определение кислотности солода потенциометрическим методом.

Техника определения — в сосуд для анализа вносят 20 см³ вытяжки и титруют 0,1 н. раствором гидроксида натрия при постоянном помешивании до рН 8,3, что соответствует точке перехода окраски фенолфталеина при титриметрическом определении кислотности. Кислотность солода рассчитывается по формуле

$$X = 500nK \cdot 100 / (100 - W),$$

где n — количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование фильтрата, см³.

Определение цвета солода. От цвета солода зависит окраска мякиша готовых изделий. Кроме того, высокий показатель цвета при правильной технологии приготовления солода обычно соответствует высокому содержанию в нем ароматических веществ. Выражают цвет солода в см³ 1 н. раствора йода в пересчете на 100 г сухих веществ солода. Цвет солода определяют на фотоэлектроколориметре.

Техника определения — в мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 10 см³ фильтрата, доводят дистиллированной водой до метки и хорошо перемешивают. Полученный раствор помещают в кювету фотоэлектроколориметра ФЭК-56М с толщиной слоя раствора 10 мм и определяют оптическую плотность раствора при длине волны 550 нм (светофильтр № 6).

Цвет солода рассчитывают по формуле

$$X = D \cdot 100 / 0,0075 (100 - W),$$

где X — цвет солода, см^3 1 н. раствора йода в пересчете на 100 г сухих веществ солода; D — величина оптической плотности; W — массовая доля влаги, %.

Цвет ржаного ферментированного солода должен быть в пределах 10—20 см^3 1 н. раствора йода в пересчете на 100 г сухих веществ солода.

Запись в лабораторном журнале

Величина оптической
плотности раствора (D)

Массовая доля влаги в
солоде (W)

%

Цвет солода (X)

см^3 1 н. I_2 в пересчете на
100 г сухих веществ со-
лода

Анализ сухого пивоваренного ячменного солода. Пивоваренный ячменный солод — это основное сырье при производстве пива, его качество и режим переработки определяют качество пива. Поэтому важно знать органолептические и физико-химические показатели сухого пивоваренного ячменного солода. В соответствии с ОСТ 18-305—77 (табл. 7) солод должен отвечать определенным требованиям по ряду органолептических и физико-химических показателей.

При оценке качества пивоваренного ячменного солода по органолептическим показателям определяют:

внешний вид — чистый, без примесей ростков, плесневелых зерен, зерновых вредителей;

цвет — равномерный от светло-желтого до желтого, не допускаются зеленоватый и темные тона, обусловленные плесенью;

запах — солодовый, чистый, более сильный у темного солода. Не допускаются кислый, плесневелый и другие посторонние запахи;

вкус — характерный солодовый, сладковатый, не допускается кислый и горький.

По физико-химическим показателям в пивоваренном ячменном солоде определяют натуру, абсолютную массу, массовую долю влаги и экстрактивность.

Натура солода определяется в соответствии с ГОСТ 10840—64. Она зависит от качества ячменя, продолжительности солодоращения и т. д. По натуре солод делится на четыре группы: очень легкий — 450—500 г/дм³, легкий — 500—530 г/дм³, нормальный — 530—560 г/дм³, тяжелый — 570 г/дм³ и выше. Темный солод имеет натуру 550—530 г/дм³.

Абсолютная масса (ГОСТ 10842—76) зависит от степени растворения солода: чем лучше солод растворен, тем мень-

ше его абсолютная масса. Она может быть от 25—35 г на сухое вещество. Абсолютная масса определяется теми же методами, что и для любого зерна.

Определение тонкости помола солода. Такие показатели, как массовая доля влаги и экстрактивность, определяются в солоде тонкого помола с содержанием муки (90 ± 1) %. Содержание муки (тонкость помола) устанавливают путем просеивания измельченного солода через сита Планзихтера, представляющие собой набор 5 круглых сит с крышкой и поддоном, установленных в специальном стакане с приводом.

Техника определения — 100 г измельченного солода помещают на верхнее сито и просеивают 5 мин со скоростью 300 ± 20 встряхиваний в мин, после чего собирают остатки помола с каждого сита и поддона и взвешивают. Содержание муки в тонком помоле должно быть 90 ± 1 %, в грубом помоле — 25 ± 1 %.

Массовую долю влаги в солоде определяют путем высушивания навески измельченного сухого солода в сушильном шкафу при температуре 105°C в течение 3 ч (см. работу 2).

Экстрактивность солода определяется двумя методами — стандартным и отварочным.

1) Определение экстрактивности солода стандартным методом.

Сущность метода заключается в переводе в раствор экстрактивных веществ солода под действием собственных ферментов при условиях, близких к оптимальным, с последующей фильтрацией сусла и определением его относительной плотности пикнометрическим методом.

Техника определения — в предварительно взвешенный химический стакан отвешивают 50 г исследуемого солода с погрешностью до 0,01 г и заливают 200 см^3 воды температурой 47°C . Стакан помещают в заторный аппарат или на водяную баню с температурой 45°C и выдерживают 30 мин, периодически помешивая. Затем температуру затора повышают до 70°C с интенсивностью нагревания 1°C в мин, т. е. за 25 мин. В момент достижения в заторе температуры 70°C в стакан вливают 100 см^3 дистиллированной воды температурой 70°C и при этой температуре ведут осахаривание затора в течение 1 ч, затем затор охлаждают в течение 10—15 мин до комнатной температуры, а массу содержимого стакана доводят водой до 450 г. Затор хорошо перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр диаметром 30—32 см в сухую колбу. Первые порции (примерно 100 см^3) перефильтровывают, добываясь полной прозрачности. Воронка должна вмещать весь затор. Во время

Относительная плотность d_{20}^{20}	Экстракт вытяжки в г, мас. %	Относительная плотность d_{20}^{20}	Экстракт вытяжки в г, мас. %	Относительная плотность d_{20}^{20}	Экстракт вытяжки в г, мас. %	Относительная плотность d_{20}^{20}	Экстракт вытяжки в г, мас. %	Относительная плотность d_{20}^{20}	Экстракт вытяжки в г, мас. %
1,0134	3,421	5	3,951	6	4,479	7	5,005	8	5,530
5	3,447	6	3,977	7	4,505	8	5,030	9	5,555
6	3,472	7	4,002	8	4,529	9	5,055	1,0220	5,580
7	3,497	8	4,027	9	4,555	1,0200	5,080	1	5,605
8	3,523	9	4,052	1,0180	4,580	1	5,106	2	5,629
9	3,548	1,0160	4,077	1	4,605	1,0202	5,130	3	5,654
1,0140	3,573	1	4,102	2	4,630	3	5,155	4	5,679
1	3,598	2	4,128	3	4,655	4	5,180	5	5,704
2	3,624	3	4,153	4	4,680	5	5,205	6	5,729
3	3,649	4	4,178	5	4,705	6	5,230	7	5,754
4	3,674	5	4,203	6	4,730	7	5,255	8	5,779
5	3,699	6	4,228	7	4,755	8	5,280	9	5,803
6	3,725	7	4,256	8	4,780	9	5,305	1,0230	5,828
7	3,750	1,0168	4,275	9	4,805	1,0210	5,330	1	5,853
8	3,775	9	4,304	1,0190	4,830	1	5,355	2	5,878
9	3,800	1,0170	4,329	1	4,855	2	5,380	3	5,903
1,0150	3,826	1	4,354	2	4,880	3	5,405	4	5,928
1	3,851	2	4,379	3	4,905	4	5,430	5	5,952
2	3,876	3	4,404	4	4,930	5	5,455		
3	3,901	4	4,429	5	4,955	6	5,480		
4	3,926	5	4,454	6	4,980	7	5,505		

Примечание. При d_{20}^{20} сусла, равной 1,0321, экстракт вытяжки (в) равен 8,073 мас. %.

фильтрации воронку накрывают часовым стеклом. В полученном лабораторном сусле — заторе с помощью пикнометра определяют относительную плотность и по табл. 9 находят соответствующее ей содержание сухих веществ (экстракта вытяжки).

Экстрактивность солода рассчитывают по формуле

$$E = e(800 + W) 100 / (100 - e)(100 - W),$$

где E — экстрактивность солода в пересчете на сухие вещества, %; e — экстракт вытяжки (по табл. 9), мас. %; W — массовая доля влаги в солоде, %.

а) Определение относительной плотности солодового сусла (затора) пикнометрическим методом.

Техника определения — пикнометр тщательно моют, высушивают и взвешивают с погрешностью до 0,0002 г. Потом в него наливают дистиллированной воды и помещают в водяную баню с температурой воды 20°C так, чтобы вода доходила до шейки пикнометра. Через 30 мин, не вынимая пикнометр из бани, точно доводят в нем уровень воды до метки. Затем пикнометр вынимают, тщательно вытирают, ставят около весов и

считают нормальной. Если фильтрация длится более 1 ч, ее оценивают как медленную или очень медленную. Этот показатель очень важен, так как он определяет производительность варочного отделения. Полученный фильтрат оценивают как прозрачный, опалесцирующий или мутный. Сусло из светлого солода должно быть прозрачным, из темного — может слегка опалесцировать.

Определение кислотности солода. Активная кислотность солода оказывает большое влияние на скорость и интенсивность протекания ферментативных процессов при затировании. Обычно активная кислотность в заторе составляет 5,5—5,6. Ее определяют с помощью потенциометров. Общую или титруемую кислотность лабораторного сусла выражают в см³ 1 н. раствора гидроксида натрия на 100 г экстрактивных веществ солода. Обычно она составляет 10,5—14 см³ 1 н. NaOH на 100 г экстракта.

Техника определения — кислотность лабораторного сусла определяют методом выноса капель, т. е. 50 см³ сусла титруют в конической колбе 0,1 н. раствором гидроксида натрия до тех пор, пока четыре капли сусла, перенесенные из колбы стеклянной палочкой на фарфоровую пластинку и смешанные с двумя каплями красного фенолфталеина, не перестанут его обесцвечивать. Кислотность сусла рассчитывают по формуле

$$K = a \cdot 0,2 \cdot 100 / d^{20}_{20} e,$$

где K — кислотность лабораторного сусла, см³ 1 н. NaOH на 100 г экстракта; a — количество 0,1 н. раствора NaOH, пошедшего на титрование 50 см³ сусла, см³; d^{20}_{20} — относительная плотность сусла, определяемая с помощью пикнометра.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора NaOH, пошедшее на титрование 50 см³ лабораторного сусла (a)

см³

Относительная плотность сусла, определяемая с помощью пикнометра (d^{20}_{20})

Экстракт вытяжки (по таблице) (e)

мас. %

Кислотность сусла (K)

мл 1 н.
NaOH/
/100 г

Заключение

Определение цветности сусла методом колориметрического титрования. Техника определения — для определения цветности сусла берут два химических стакана вместимостью по 150 см³ каждый. В один стакан наливают 100 см³ дистиллированной воды, а в другой 100 см³ лабораторного сусла. Воду титруют 0,1 н. раствором

йода до достижения одинакового цвета в обоих стаканах. Цветность солода выражают в см^3 0,1 н. раствора йода на 100 см^3 лабораторного сусла. Обычно для светлого солода она составляет 0,2—0,4, для темного — 0,50—1,30 см^3 .

Определение цветности солода фотоэлектроколориметрическим методом. Для этого предварительно необходимо построить калибровочную кривую по раствору йода известной концентрации. С этой целью готовят растворы йода, содержащие 0,5; 0,75; 1,00; 1,25; 1,5; 1,75 и 2,00 мл 0,1 н. раствора йода в 100 мл воды и находят их оптическую плотность при светофильтре № 3 или № 4 и кювете с толщиной слоя раствора 1 см. Для определения цветности солода определяют оптическую плотность лабораторного сусла и по калибровочной кривой находят его цветность.

Определение массовой доли редуцирующих веществ в сусле. Основную часть экстрактивных веществ ячменя составляют углеводы. В процессе проращивания солода крахмал под действием амилаз расщепляется с образованием сбраживаемых сахаров. Количество редуцирующих веществ в сусле (в пересчете на мальтозу) может быть определено йодометрическим методом Вильштеттера и Шудля. Метод подробно описан в работе 21.

Техника определения — массовая доля сахаров в растворе при определении их методом Вильштеттера и Шудля должна быть не более 0,5%. Поэтому сусло разбавляют дистиллированной водой: в мерную колбу вместимостью 250 см^3 приливают пипеткой 10 см^3 сусла, содержимое доводят до метки дистиллированной водой. В коническую колбу вместимостью 200—250 см^3 вносят пипеткой 50 см^3 разбавленного сусла, добавляют из бюретки 25 см^3 0,1 н. раствора йода и 3 см^3 1 н. раствора гидроксида натрия. Содержимое колбы хорошо перемешивают, колбу накрывают часовым стеклом и оставляют на 15 мин. Затем в нее добавляют 4,5 см^3 1 н. раствора серной кислоты и титруют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия. В качестве индикатора используют 1%-ный раствор крахмала. Титруют до исчезновения синего окрашивания. Параллельно проводят контрольное титрование, при котором вместо раствора сусла берется 50 см^3 дистиллированной воды. Массовую долю редуцирующих веществ в сусле рассчитывают по формуле

$$X = a \cdot 0,0171 \cdot 2n \cdot 100/d_{20}^{20}e = 3,42an/d_{20}^{20}e,$$

где X — массовая доля редуцирующих веществ в сусле в пересчете на мальтозу, г; a — количество 0,1 н. раствора йода, израсходованное на окисление альдегидных групп сахаров, см^3 ; n — степень разбавления сусла; e — эквивалент вытяжки (по табл. 9), мас. %; d_{20}^{20} — относительная плотность сусла, определяемая пикнометрически.

Запись в лабораторном журнале

Количество тиосульфата натрия, пошедшее на титрование 25 мл 0,1 н. раствора йода (контрольный опыт) (v)	см ³
Количество тиосульфата натрия, пошедшее на титрование остатка йода после реакции с сахарами (v ₁)	см ³
Количество 0,1 н. раствора йода, израсходованное на окисление альдегидных групп сахаров ($a = v - v_1$)	см ³
Степень разбавления сусла (n)	25
Концентрация сусла до разбавления (по табл. 9) (e)	мас. %
Относительная плотность сусла, определяемая стандартным методом (d_{20}^{20})	
Массовая доля редуцирующих веществ (X)	г
Заключение	

Контрольные вопросы

1. В чем заключаются основные отличия ржаного сухого ферментированного солода от пивоваренного ячменного солода?
2. Как получают ржаной сухой ферментированный и неферментированный солод и для каких целей его используют?
3. Какие вещества образуются в процессе ферментации ржаного ферментированного солода?

РАБОТА 17. АНАЛИЗ МОЛОКА

Молоко и продукты, вырабатываемые из него, благодаря высокой питательности, вкусовым достоинствам и хорошей усвояемости являются одним из важнейших источников питания. Они входят в рецептуры различных хлебобулочных и кондитерских изделий и широко используются в производствах пищевых концентратов, продуктов детского и диетического питания. Молоко содержит 87,5% воды. Из 12,5% сухих веществ в среднем 3,5% приходится на жир, 3,2% — на белки, 0,04% — на небелковые азотистые соединения, 4,7% — на лактозу, 0,7% — на минеральные вещества.

Кроме перечисленных основных компонентов, в молоке содержатся витамины, ферменты, пигменты.

Вода в молоке, как и в других биологических жидкостях животных организмов, находится в свободном и связанном состояниях. Большая часть воды (84—84,5%) содержится в свободном состоянии, являясь растворителем для водорастворимых компонентов — молочного сахара, минеральных веществ, витаминов, кислот.

Связанная вода (3—3,5%) входит в состав различных гидрофильных коллоидов молока: белков, фосфатидов.

Молочный жир неоднороден по составу и состоит преимущественно из смеси различных триглицеридов; в небольшом количестве обнаружены ди- и моноглицериды. Наряду с ними молочный жир содержит фосфолипиды и стерины.

Свойства молочного жира определяются составом и структурой жирных кислот триглицеридов. В молочном жире обнаружено свыше 100 жирных кислот, из которых количественно преобладают 10—12. Среди насыщенных жирных кислот в большом количестве содержатся пальмитиновая, миристиновая и стеариновая, из ненасыщенных кислот преобладает олеиновая.

Молочный жир характеризуется высоким содержанием низкомолекулярных летучих жирных кислот — масляной, капроновой, каприловой, каприновой, придающих молоку специфический вкус и аромат. Наличие в составе молочного жира низкомолекулярных жирных кислот обуславливает его низкую температуру плавления — ниже температуры плавления бараньего, говяжьего, свиного жира, которая составляет 28—33 °С.

Жир в молоке находится в виде шариков, окруженных защитными пленками (лецитиново-белковыми оболочками), препятствующими их слипанию, и представляет собой эмульсию в воде. Жировая эмульсия в молоке устойчива. Как правило, при технологической переработке молока (нагревании, охлаждении, механическом воздействии) оболочки жировых шариков не разрушаются.

Молочный жир обладает высокой усвояемостью, так как имеет низкую температуру плавления и тонко диспергирован в молоке. Биологическая ценность его высока благодаря наличию полиненасыщенной арахидоновой кислоты, лецитина, холестерина. Молочный жир является существенным источником β-каротина, витаминов А и D.

Белки молока можно разделить на 2 группы: казеин и сывороточные белки; казеин составляет 80%, сывороточные белки — 20% от массовой доли белков молока. Казеин является фосфопroteinом и представляет собой смесь нескольких фракций, различающихся по химическому составу, находящихся в молоке в виде коллоидного раствора. Важным свойством казеина является способность к коагуляции, при которой происходит разрушение его коллоидного состояния. При выработке молочных продуктов коагуляцию казеина осуществляют с помощью кислот, сычужного фермента и хлорида кальция.

Основную часть сывороточных белков составляют β-лактоглобулин и α-лактальбумин, содержащиеся в молоке в тонкодиспергированном состоянии. Благодаря значительному содержанию незаменимых аминокислот белки молока являются полноценными. Особенно богаты незаменимыми аминокислотами сывороточные белки, в которых содержание таких дефицитных аминокислот как лизин, триптофан, метионин и треонин, наиболее высоко. Белки молока обладают высокой усвояемостью (95—96%). Небелковые азотистые соединения содержатся в молоке в малых количествах.

Лактоза является основным углеводом молока. Она положительно влияет на организм человека: помогает усвоению кальция и фосфора пищи, улучшает состав микрофлоры кишечника благодаря тому, что образующаяся при сбраживании лактозы молочная кислота подавляет развитие гнилостных бактерий. Кроме того, ее компонент галактоза необходима для построения нервных и мозговых тканей человека.

Лактоза подвергается сбраживанию после предварительного расщепления β -галактозидазой на составляющие ее моносахара: глюкозу и галактозу.

При нагревании молока до температуры 95°C и выше происходит его побурение, обусловленное реакцией меланоидинообразования, возникающей между лактозой и аминокислотами. Наиболее активно эта реакция протекает при стерилизации, сгущении и сушке молока.

Минеральные вещества представлены в молоке макро- и микроэлементами.

К основным макроэлементам относят кальций, фосфор, натрий, калий и хлор.

Содержание кальция в молоке составляет в среднем 120 мг%.

Кальций имеет большое значение в технологии переработки молока. Например, низкое количество кальция замедляет сычужное свертывание казеина при выработке сыра и творога, а его избыток вызывает свертывание белков молока при тепловой обработке.

Кальций и фосфор находятся в молоке в легкоусвояемой и хорошо сбалансированной форме.

Микроэлементы в молоке представлены чрезвычайно широко. Молоко содержит ионы меди, железа, цинка, марганца, йода, кобальта и др. Их количество зависит от рационов кормления, стадии лактации, состояния здоровья животных и т. д. В молоке микроэлементы связаны с белками или оболочками жировых шариков.

Ферменты молока различают истинные, или нативные, образуемые в клетках молочной железы, или переходящие в молоко из крови животного и ферменты микроорганизмов. Наиболее важными в технологии переработки молока являются представители оксиредуктаз — редуктаза, пероксидаза, каталаза и гидролаз — липаза, фосфатаза, β -галактозидаза.

Редуктаза накапливается в молоке по мере обсеменения его микроорганизмами, и потому редуктазная проба служит показателем общей бактериальной обсемененности молока.

Пероксидаза является нативным ферментом. Этот фермент характеризуется термостабильностью и инактивируется при температуре около 80°C . Каталаза окисляет пероксид водорода с образованием молекулярного кислорода. По количеству выде-

дившегося кислорода судят о содержании каталазы в молоке. Каталаза переходит в молоко из тканей молочной железы. В молоке, полученном от здоровых животных, каталазы мало, а в молоке больных животных активность каталазы возрастает.

Молоко содержит липазу: нативную и микробную. Нативная липаза связана с казеином и оболочками жировых шариков и не обладает высокой активностью, тогда как микробная очень активна и может вызывать прогорклый вкус молока и молочных продуктов. Некоторые плесневые липазы обуславливают образование вкуса и аромата сыров (рокфор, камамбер и др.).

Фосфатаза является нативным ферментом молока. Высокая чувствительность ее к температуре положена в основу метода контроля эффективности пастеризации молока и молочных продуктов (ГОСТ 3623—73).

Лактаза (β -галактозидаза) выделяется молочнокислыми бактериями и некоторыми дрожжами. Она катализирует расщепление лактозы на глюкозу и галактозу.

В молоке содержатся нативные и бактериальные протеазы. Микрофлора сырого молока выделяет активные протеазы, которые могут вызвать различные пороки молока и молочных продуктов.

Витамины в молоке представлены широко. Молоко содержит практически все витамины, необходимые для нормального развития организма. Содержание витаминов колеблется в зависимости от времени года, стадии лактации, кормового рациона, породы и индивидуальных особенностей животных. К водорастворимым витаминам молока относят: тиамин (B_1), рибофлавин (B_2), ниацин (PP), пиридоксин (B_6), цианкобаламин (B_{12}), аскорбиновую кислоту (C), биотин (H).

Содержание витаминов B_1 , B_2 , PP, C в молоке относительно постоянно и практически не зависит от вида корма, так как эти витамины синтезируются микрофлорой рубца и кишечника животных.

Из представителей жирорастворимых витаминов — ретинола (A), кальциферола (D), токоферола (E) и филлохинона (K) — наибольший дефицит в молоке составляет кальциферол. Летом его содержание в молоке выше, чем зимой.

Окраска молока и молочного жира обусловлена наличием в нем пигмента оранжевого цвета — каротина. Содержание каротина в молоке зависит от состава корма, времени года и породы животного.

Желто-зеленая окраска молочной сыворотки объясняется наличием в ней рибофлавина.

Все молоко, поступающее на переработку и в торговую сеть для непосредственного потребления, проходит пастеризацию. Среднюю пробу молока для анализа отбирают в соответствии

Таблица 10

Показатель	Нормы для молока с содержанием жира, %			
	2,5	3,2	6,0	нежирное
Внешний вид и консистенция	Однородная жидкость без осадка			
Вкус и запах	Чистые, без посторонних, несвойственных свежему молоку привкусов и запахов			
Цвет	Белый со слегка желтоватым оттенком			Со слегка синеватым оттенком
Массовая доля жира, %, не менее	2,5	3,2	6,0	—
Плотность, кг/м³, не ниже	1027	1027	1024	1030
Кислотность, °Т, не более	21	21	20	21

с ГОСТ 26809—86. Выделенный средний образец тщательно перемешивают. Если на стенках бутылки, пробки, пакета остаются сливки, то их нагревают на водяной бане до 30—40 °С, после чего снова перемешивают молоко и охлаждают до 20 °С.

Оценку качества молока определяют органолептически и методами физико-химического анализа.

В табл. 10 приведены требования к молоку по основным органолептическим и физико-химическим показателям.

При органолептической оценке внешний вид, цвет, наличие или отсутствие видимых примесей определяют на основании осмотра образцов молока.

Определение внешнего вида, цвета, вкуса и запаха. Внешний вид молока — обращают внимание на однородность консистенции и отсутствие осадка. Однородность консистенции устанавливают при перемешивании молока, а наличие осадка — осмотром дна тары.

При определении цвета, вкуса и запаха молоко наливают в стакан и рассматривают при рассеянном свете, обращая внимание на отсутствие посторонних оттенков. Вкус молока исследуют лишь в том случае, если продукт не имеет посторонней окраски. Нельзя пробовать молоко от больных животных.

Оценку качества молока физико-химическими методами проводят в соответствии с ГОСТами по следующим показателям: кислотности, плотности, содержанию массовой доли влаги и сухих веществ, а также жира. Массовая доля белка, лактозы и минеральных веществ не нормируется стандартами. Однако по содержанию этих компонентов можно судить более полно о пищевой ценности молока.

Определение кислотности. Кислотность молока является одним из важных показателей его качества, характеризующим

присутствие в нем кислых солей, в первую очередь дегидрофосфатов натрия и калия, свободных органических кислот (молочной, лимонной), частично белков (казеина в форме аниона), продуктов расщепления некоторых соединений, например липидов и растворенной в молоке углекислоты.

Молоко вследствие разнообразия своего химического состава является хорошей питательной средой для развития различной микрофлоры, в том числе бактерий, вызывающих молочнокислое и маслянокислое брожение, плесневых грибов, дрожжей. В результате их жизнедеятельности в молоке накапливается кислореагирующие вещества, повышается титруемая кислотность. Таким образом, величина показателя титруемой кислотности характеризует свежесть молока и в значительной степени его чистоту.

Кислотность молока выражается в градусах Тернера, означающих количество см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия или калия, расходуемых на нейтрализацию кислореагирующих веществ, содержащихся в 100 см³ продукта.

Кислотность молока определяют по ГОСТ 3624—67.

Техника определения — предварительно готовят эталон окраски, до которой необходимо титровать испытуемый образец. Для этого в коническую колбу вместимостью 150—200 см³ отмеривают пипеткой 10 см³ молока, прибавляют 20 см³ дистиллированной воды и отбирают пипеткой 1 см³ 2,5%-ного раствора сульфата кобальта. Свежий эталон при производственном контроле готовят 1 раз в смену. Для увеличения срока его хранения можно добавить 1 каплю формалина.

Для проведения основного опыта в коническую колбу вместимостью 150—200 см³ отмеривают пипеткой 10 см³ хорошо перемешанного молока, приливают 20 см³ дистиллированной воды, 3 капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина, тщательно перемешивают и титруют 0,1 н. раствором гидроксида натрия или калия до появления слабо-розового окрашивания, соответствующего контрольному эталону, не исчезающего в течение 1 мин.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 1°Т.

Допустимо проводить титрование без добавления воды, тогда от полученных данных (при любом градусе кислотности) вычитают 2°Т.

Запись в лабораторном журнале

Количество 1 н. раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование 10 см ³ молока (v)	см ³
Кислотность молока (10v)	°Т
Заключение	

Кислотность молока можно выразить в процентах молочной кислоты умножением значения кислотности (в °Т) на коэффициент 0,009.

0,009 — количество молочной кислоты (г), соответствующее 1 см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия или калия.

Титруемая кислотность свежесвыдоенного молока составляет 16—18 °Т.

Определение плотности. Под плотностью понимают массу, заключенную в единице объема. В соответствии с требованиями ГОСТ 3625—84 плотность молока определяют с помощью ареометра и выражают в килограммах на м³. Для проведения анализа используют специальные ареометры типа АМТ с термометром и ценой деления 1 кг/м³. Может быть использован ареометр марки АМ с ценой деления 0,5 кг/м³. Стандартом допускается определение плотности пикнометрическим методом при проведении научных и экспериментальных исследований.

Молоко является многокомпонентной жидкостью, поэтому его плотность будет зависеть от соотношения основных составных веществ: жира, белков, лактозы, минеральных солей. Плотность является средневзвешенной величиной плотности отдельных компонентов молока.

По плотности можно судить о составе молока и контролировать его натуральность.

Так, если из молока удалить часть жира — легкого компонента молока, то плотность повысится. По этой же причине плотность обезжиренного молока выше плотности цельного молока. Превышение плотности сверх допустимой нормами стандарта при низкой жирности говорит о фальсификации: снятии сливок или добавлении обезжиренного молока. Если к молоку добавить воду, то его плотность снижается. Установлено, что каждые 10% добавленной к молоку воды снижают его плотность на 3 кг/м³.

Техника определения — пробу объемом 0,25 или 0,5 дм³ тщательно перемешивают и осторожно во избежание образования пены переливают по стенке в сухой цилиндр, держа его в слегка наклонном положении.

Цилиндр устанавливают на ровной горизонтальной поверхности и измеряют температуру пробы. Отсчет показаний температуры проводят не ранее чем через 2—4 мин после опускания термометра в пробу.

Сухой и чистый ареометр опускают медленно в исследуемую пробу, погружая его до тех пор, пока до предполагаемой отметки шкалы ареометра не останется 3—4 мм, затем оставляют его свободно плавающим. Ареометр не должен касаться стенок цилиндра. Первый отсчет показаний плотности проводят через 3 мин после установления ареометра в неподвижном положении.

Затем ареометр осторожно поднимают на высоту до уровня балласта в нем и снова опускают, оставляя его свободно плавающим. После установления ареометра в неподвижном состоянии проводят второй отсчет показаний плотности. При отсчете показаний плотности глаз должен находиться на уровне мениска. Отсчитывают по верхнему краю мениска.

Отсчет показаний по ареометрам типов АМ и АМТ проводят до половины цены наименьшего деления шкалы.

Расхождение между повторными определениями плотности не должно превышать $0,5 \text{ кг/м}^3$.

Ареометр градуирован при температуре 20°C , поэтому если замеры производят при температуре выше или ниже 20°C , то необходимо внести поправку к найденному значению плотности в соответствии с табл. 11, т. е. привести величину плотности к 20°C .

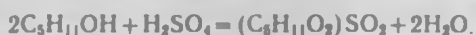
Запись в лабораторном журнале

Температура молока	$^\circ\text{C}$
Плотность молока при данной температуре	кг/м^3
Плотность молока при 20°C	кг/м^3
Заключение о составе молока	

Определение массовой доли жира. Наиболее распространенным методом является стандартизованный кислотный метод (ГОСТ 5867—69), основанный на выделении жира из молока и молочных продуктов концентрированной серной кислотой и изоамиловым спиртом в виде сплошного слоя, объем которого измеряют в градуированной части жироскопа. Для выделения жира из молока необходимо разрушить адсорбционные оболочки вокруг жировых шариков. С этой целью приливают серную кислоту, переводящую казеинат кальция в растворимое комплексное соединение казеина с серной кислотой. Схематически реакция идет по уравнению:



Изоамиловый спирт уменьшает поверхностное натяжение жировых шариков, ускоряя удаление с них липопротеиновых оболочек, вступает в реакцию с серной кислотой, образуя сложный эфир, растворимый в серной кислоте по реакции:



Жироскопы изготавливают в соответствии с требованиями ГОСТ 1962—66.

Техника определения — в сухой жироскоп, стараясь не смачивать горлышко, вносят цилиндром 10 см^3 серной кис-

Таблица 11

Плотность молока, кг/м³	Плотность, приведенная к 20 °С, кг/м³ при температуре молока, °С						
	15,0	15,5	16,0	16,5	17,0	17,5	18,0
1025,0	1023,4	1023,6	1023,7	1023,9	1024,0	1024,2	1024,4
1025,5	1023,9	1024,1	1024,2	1024,4	1024,5	1024,7	1024,9
1026,0	1024,4	1024,6	1024,7	1024,9	1025,0	1025,2	1025,4
1026,5	1024,9	1025,1	1025,2	1025,4	1025,5	1025,7	1025,9
1027,0	1025,4	1025,6	1025,7	1025,9	1026,0	1026,2	1026,4
1027,5	1025,9	1026,1	1026,2	1026,4	1026,5	1026,7	1026,9
1028,0	1026,4	1026,6	1026,7	1026,9	1027,0	1027,2	1027,4
1028,5	1026,9	1027,1	1027,2	1027,4	1027,5	1027,7	1027,9
1029,0	1027,4	1027,6	1027,7	1027,9	1028,0	1028,2	1028,4
1029,5	1027,9	1028,1	1028,2	1028,4	1028,5	1028,7	1028,9
1030,0	1028,4	1028,6	1028,7	1028,9	1029,0	1029,2	1029,4
1030,5	1028,9	1029,1	1029,2	1029,4	1029,5	1029,7	1029,9
1031,0	1029,4	1029,6	1029,7	1029,9	1030,0	1030,2	1030,4
1031,5	1029,9	1030,1	1030,2	1030,4	1030,5	1030,7	1030,9
1032,0	1030,4	1030,6	1030,7	1030,9	1031,0	1031,2	1031,4
1032,5	1030,9	1031,1	1031,2	1031,4	1031,5	1031,7	1031,9
1033,0	1031,4	1031,6	1031,7	1031,9	1032,0	1032,2	1032,4
1033,5	1031,9	1032,1	1032,2	1032,4	1032,5	1032,7	1032,9
1034,0	1032,4	1032,6	1032,7	1032,9	1033,2	1033,2	1033,4
1034,5	1032,9	1033,1	1033,2	1033,4	1033,5	1033,7	1033,9
1035,0	1033,4	1033,6	1033,7	1033,9	1034,0	1034,2	1034,4
1035,5	1033,9	1034,1	1034,2	1034,4	1034,5	1034,7	1034,9
1036,0	1034,4	1034,6	1034,7	1034,9	1035,0	1035,2	1035,4

Плотность молока, кг/м³	Плотность, приведенная к 20 °С, кг/м³, при температуре молока, °С						
	18,5	19,0	19,5	20,0	20,5	21,0	21,5
1025,0	1024,5	1024,7	1024,8	1025,0	1025,2	1025,3	1025,5
1025,5	1025,0	1025,2	1025,3	1025,5	1025,7	1025,8	1026,0
1026,0	1025,5	1025,7	1025,8	1026,0	1026,2	1026,3	1026,5
1026,5	1026,0	1026,2	1026,3	1026,5	1026,7	1026,8	1027,0
1027,0	1026,5	1026,7	1026,8	1027,0	1027,2	1027,3	1027,5
1027,5	1027,0	1027,2	1027,3	1027,5	1027,7	1027,8	1028,0
1028,0	1027,5	1027,7	1027,8	1028,0	1028,2	1028,3	1028,5
1028,5	1028,0	1028,2	1028,3	1028,5	1028,7	1028,8	1029,0
1029,0	1028,5	1028,7	1028,8	1029,0	1029,2	1029,3	1029,5
1029,5	1029,0	1029,2	1029,3	1029,5	1029,7	1029,8	1030,0
1030,0	1029,5	1029,7	1029,8	1030,0	1030,2	1030,3	1030,5
1030,5	1030,0	1030,2	1030,3	1030,5	1030,7	1030,8	1031,0
1031,0	1030,5	1030,7	1030,8	1031,0	1031,2	1031,3	1031,5
1031,5	1031,0	1031,2	1031,3	1031,5	1031,7	1031,8	1032,0
1032,0	1031,5	1031,7	1031,8	1032,0	1032,2	1032,3	1032,5
1032,5	1032,0	1031,2	1032,2	1032,5	1032,7	1032,8	1033,0
1033,0	1032,5	1032,7	1032,8	1033,0	1033,2	1033,3	1033,5
1033,5	1033,0	1033,2	1033,3	1033,5	1033,7	1033,8	1034,0

Плотность молока, кг/м³	Плотность, приведенная к 20 °С, кг/м³, при температуре молока, °С						
	18,5	19,0	19,5	20,0	20,5	21,0	21,5
1034,0	1033,5	1033,7	1033,8	1034,0	1034,2	1034,3	1034,5
1034,5	1034,0	1034,2	1034,3	1034,5	1034,7	1034,8	1035,0
1035,0	1034,5	1034,7	1034,8	1035,0	1035,2	1035,3	1035,5
1035,5	1035,0	1035,2	1035,3	1035,5	1035,7	1035,8	1036,0
1036,0	1035,5	1035,7	1035,8	1036,0	1036,2	1036,3	1036,5

Плотность молока, кг/м³	Плотность, приведенная к 20 °С, кг/м³, при температуре молока, °С						
	22,0	22,5	23,0	23,5	24,0	24,5	25,0
1025,0	1025,6	1025,8	1026,0	1026,1	1026,3	1026,4	1026,6
1025,5	1026,1	1026,3	1026,5	1026,6	1026,8	1026,9	1027,1
1026,0	1026,6	1026,8	1027,0	1027,1	1027,3	1027,4	1027,6
1026,5	1027,1	1027,3	1027,5	1027,6	1027,8	1027,9	1028,1
1027,0	1027,6	1027,8	1028,0	1028,1	1028,3	1028,4	1028,6
1027,5	1028,1	1028,3	1028,5	1028,6	1028,8	1028,9	1029,1
1028,0	1028,6	1028,8	1029,0	1029,1	1029,3	1029,4	1029,6
1028,5	1029,1	1029,3	1029,5	1029,6	1029,8	1029,9	1030,1
1029,0	1029,6	1029,8	1030,0	1030,1	1030,3	1030,4	1030,6
1029,5	1030,1	1030,3	1030,5	1030,6	1030,8	1030,9	1031,1
1030,0	1030,6	1030,8	1031,0	1031,1	1031,3	1031,4	1031,6
1030,5	1031,1	1031,3	1031,5	1031,6	1031,8	1031,9	1032,1
1031,0	1031,6	1031,8	1032,0	1032,1	1032,3	1032,4	1032,6
1031,5	1032,1	1032,3	1032,5	1032,6	1032,8	1032,9	1033,1
1032,0	1032,6	1032,8	1033,0	1033,1	1033,3	1033,4	1033,6
1032,5	1033,1	1033,3	1033,5	1033,6	1033,8	1033,9	1034,1
1033,0	1033,6	1033,8	1034,0	1034,1	1034,3	1034,4	1034,6
1033,5	1034,1	1034,3	1034,5	1034,6	1034,8	1034,9	1035,1
1034,0	1034,6	1034,8	1035,0	1035,1	1035,3	1035,4	1035,6
1034,5	1035,1	1035,3	1035,5	1035,6	1035,8	1035,9	1036,1
1035,0	1035,6	1035,8	1036,0	1036,1	1036,3	1036,4	1036,6
1035,5	1036,1	1036,3	1036,5	1036,6	1036,8	1036,9	1037,1
1036,0	1036,6	1036,8	1037,0	1037,1	1037,3	1037,4	1037,6

лоты плотностью 1,81—1,82 г/см³. Затем отмеривают пипеткой 10,77 см³ исследуемого молока. Наклонив пипетку под углом и приложив ее к внутренней стенке горлышка жиroma, дают медленно стекать молоку так, чтобы оно не омешивалось с серной кислотой, а наслаивалось на нее. Когда из пипетки стечет последняя капля молока, делают выдержку 3 с, не отнимая пипетку от жиroma. Оставшуюся в кончике пипетки каплю не выдувают. Далее приливают 1 см³ изоамилового спирта. Необходимо соблюдать указанную последовательность внесения жидкостей, так как если нарушить ее и внести вначале молоко, то



Рис. 16. Пример отсчета содержания жира по шкале жиромера

образующиеся в узкой части прибора сгустки свернувшегося белка затрудняют определение. Смешивание кислоты и молока приводит к сильному нагреванию смеси, поэтому необходимо держать жиромер в момент его заполнения реактивами в штативе.

Жиромер закрывают пробкой, переворачивают несколько раз до полного растворения белков, обернув его при этом полотенцем и поддерживая пробку указательным пальцем. Затем помещают жиромеры в водяную баню с температурой $65 \pm 2^\circ\text{C}$ на 5 мин пробками вниз, после чего вставляют симметрично в гнезда центрифуги. В случае нечетного числа жиромеров добавляют еще один, заполненный водой. Жиромеры должны размещаться градуированной частью к центру (в горизонтальной центрифуге) либо кверху (в вертикально размещенных патронах). Длительность центрифугирования 5 мин при частоте вращения 1000—1200 об/мин.

Во время центрифугирования температура смеси в жиромерах снижается, а так как шкала жиромера отградуирована при температуре 65°C , то после центрифугирования их снова помещают в водяную баню с температурой 65°C на 5 мин. Затем, сохраняя вертикальное положение прибора, вынимают их из воды, вытирают полотенцем, поддерживая пробку, и производят отсчет содержания жира.

При отсчете жиромер держат вертикально, граница жира должна находиться на уровне глаза. Движением пробки вверх и вниз устанавливают нижнюю границу столбика жира на целом делении шкалы жиромера и от него ведут отсчет до нижней точки мениска верхней части столбика жира (рис. 16). Граница раздела жира и кислоты должна быть четкой, а столбик жира прозрачным.

При наличии кольца (пробки) буроватого или темно-желтого цвета, а также различных примесей в жировом столбике анализ повторяют.

Показание жиромера соответствует содержанию жира в молоке в %. Объем десяти малых делений шкалы молочного жиромера соответствует 1% жира в продукте. Отсчет жира проводят с точностью до 0,1%. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,1% жира.

Определение массовой доли белка. Содержание белка в молоке и молочных продуктах является фактором, обуславливающим пищевое достоинство. От количества белка в молоке зависит в значительной мере выход молочных продуктов, например творога, сыров. Поэтому содержание белка в молоке, полуфабрикатах его переработки и готовых молочных продуктах является важным показателем их качества. В настоящее время наиболее распространенными методами являются: метод формольного титрования и рефрактометрический. Для проведения государственных испытаний приборов, а также при разработке ускоренных методов определения белка используют метод Кьельдаля (ГОСТ 23327—78).

Рефрактометрический метод определения белка в молоке. Он основан на установлении разности показателей преломления исследуемого молока и раствора, полученного после осаждения белков раствором хлористого кальция при кипячении.

Техника определения — отмеривают пипеткой 5 см³ молока в пробирку, добавляют 5—6 капель 4%-ного раствора хлорида кальция. Пробирку помещают в баню с кипящей водой на 10 мин. Затем содержимое пробирки фильтруют через складчатый фильтр. В прозрачном фильтрате, а также в исходном молоке определяют на рефрактометре ИРФ-22 показатель преломления при 20 °С. Массовую долю белка a (в %) в молоке рассчитывают по формуле

$$a = \frac{n_{D_M}^{20} - n_{D_F}^{20}}{0,002045}$$

где $n_{D_M}^{20}$ — показатель преломления молока при 20 °С; $n_{D_F}^{20}$ — показатель преломления фильтрата при 20 °С; 0,002045 — коэффициент, позволяющий выразить полученную разность показателей преломления в % от общего белка.

Запись в лабораторном журнале

Показатель преломления молока при 20 °С $(n_{D_M}^{20})$

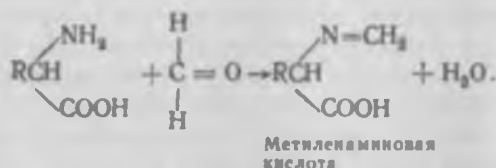
Показатель преломления фильтрата при 20 °С $(n_{D_F}^{20})$

Заключение

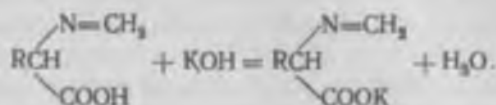
Этот метод может быть использован также для определения лактозы в исследуемом молоке. В этом случае по таблице находят процентное содержание лактозы в зависимости от величины показателя преломления фильтрата, полученного после осаждения белков раствором хлорида кальция (см. с. 137).

Определение массовой доли белка методом формольного титрования. Сущность метода заключается в том, что альдегидная группа формалина взаимодействует с аминогруппой белка, которая теряет свои основные свойства, в результате чего кислые свойства белка усиливаются. Количество титруемых карбоксильных групп будет эквивалентно количеству связанных формальдегидом аминных групп.

Схематично реакции могут быть представлены в следующем виде:



Процесс титрования метиленаминовой кислоты протекает таким образом:



Метод формольного титрования для определения белка в молоке применяют в различных модификациях (Л. Каруниной и М. Шилович; А. Дуденкова, М. Фосса и Х. Кзя).

Техника определения (в модификации Л. Каруниной и М. Шилович) — отмеривают пипеткой 10 см³ исследуемого молока в коническую колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10—12 капель 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и нейтрализуют кислореагирующие вещества молока из бюретки 0,1 н. раствором гидроксида натрия до не исчезающего при взбалтывании слабо-розового окрашивания. Затем в колбу приливают из бюретки 2 см³ 30—40 %-ного раствора формалина, свеженейтрализованного щелочью до слабо-розового окрашивания по фенолфталеину. Содержимое колбы взбалтывают, молоко должно обесцветиться, и продолжают титровать 0,1 н. раствором NaOH до окраски жидкости, соответствующей окраске молока до прибавления формалина.

Показание бюретки вновь записывают и рассчитывают количество гидроксида натрия (см³), израсходованное на второе титрование. Умножив полученную величину на коэффициент 1,94, получают массовую долю белка (в %) в молоке.

1,94 — экспериментально установленный коэффициент для пересчета оттитрованных карбоксильных групп на массовую долю белка в молоке.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора NaOH, израсходованное до прибавления формалина (V_1)	см ³
Общее количество 0,1 н. раствора NaOH, израсходованное после прибавления формалина (V_2)	см ³
Количество 0,1 н. раствора NaOH, пошедшее на нейтрализацию карбоксильных групп ($V_2 - V_1$)	см ³
Общее количество белка в молоке ($V_2 - V_1$) · 1,94	%
Заключение	

Определение массовой доли лактозы. Лактозу в молоке и молочных продуктах определяют химическими и физическими методами. К химическим относятся стандартные методы: йодометрический и перманганатометрический (ГОСТ 8764—73). Поляриметрический и рефрактометрический методы являются физическими методами.

Определение содержания лактозы йодометрическим методом. Химизм метода приведен в работе 32. Реактив Фелинга I: навеску перекристаллизованного, не содержащего железа сульфата меди массой 69,26 г растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят объем до метки и перемешивают.

Техника определения — отвешивают навеску молока массой 25 г с погрешностью $\pm 0,01$ г или отмеривают пипеткой 25 мл и рассчитывают навеску умножением объема взятого молока на его плотность. Молоко переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают дистиллированную воду до половины объема, из бюреток отмеривают 10 см³ раствора Фелинга I и 4 см³ 1 н. раствора гидроксида натрия. Жидкость перемешивают после добавления воды и реактивов. Доводят содержимое до метки дистиллированной водой, снова перемешивают и оставляют в покое на 30 мин. Отстоявшуюся жидкость фильтруют в сухую колбу через складчатый бумажный фильтр. Первые порции фильтрата 10—20 см³ удаляют. 50 см³ фильтрата переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250—300 см³ с притертой или резиновой пробкой. Приливают из бюретки 25 см³ 0,1 н. раствора йода и медленно при непрерывном перемешивании добавляют из бюретки 37,5 см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия. Закрыв колбу пробкой, оставляют ее в темном месте на 20 мин при температуре 20°C. Далее вносят цилиндром 8 мл 0,5 н. раствора соляной кислоты и титруют выделяющийся йод 0,1 н. раствором тиосульфата натрия. Индикатор — 1%-ный раствор крахмала — вносят к концу титрования, когда окраска в реакционной колбе приобретает соломенно-желтый цвет. Титрование продолжают до момента исчезновения

синего окрашивания. Параллельно проводят контрольный опыт, отмеривая в колбу 50 см³ дистиллированной воды (вместо фильтрата), и осуществляют эксперимент в той же последовательности и с теми же реактивами, как в основном опыте. Массовую долю лактозы L (в %) рассчитывают по формуле

$$L = \frac{0,01801(V_1 - V)100 - 0,97}{m},$$

где 0,01801 — количество лактозы, соответствующее 1 см³ 0,1 н. раствора йода, г; V_1 — количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедшее на титрование йода в контрольном опыте, см³; V — количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедшее на титрование избытка йода в фильтрате, см³; 0,97 — поправка, установленная эмпирически; m — масса молока, содержащегося в 50 см³ фильтрата, г.

При взятии навески молока, равной 25 г, формула для расчета лактозы (в %) приобретает следующий вид:

$$L = 0,699(V_1 - V).$$

Запись в лабораторном журнале

Количество 1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, израсходованное на титрование йода в контрольном опыте (V_1)	см ³
Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, израсходованное на титрование йода (избытка) в фильтрате (V)	см ³
Масса молока, содержащаяся в 50 см ³ фильтрата (m)	г
Заключение	

Определение массовой доли лактозы рефрактометрическим методом. В соответствии с этим методом о содержании лактозы судят по величине показателя преломления безбелковой фракции молока, полученной осаждением белков раствором хлорида кальция при кипячении и отделением осадка фильтрацией (см. с. 133, рефрактометрический метод определения белков в молоке).

Метод отличается простотой и быстротой определения, однако уступает химическим методам по точности. Ниже приведена табл. 12, пользуясь которой определяют массовую долю лактозы в молоке в %.

Определение массовой доли сухих веществ. Массовую долю сухих веществ в молоке определяют в соответствии с ГОСТ 3626—73 высушиванием навески до постоянной массы и ускоренными методами. Сухие вещества находят также расчетным путем как функцию плотности и массовой доли жира в молоке. В настоящее время для вычисления массовой доли сухих веществ C (в %) молока пользуются модифицированной формулой Фаррингтона:

$$C = \frac{4,9Ж + D}{4} + 0,5,$$

где 4,9 — постоянный коэффициент; $Ж$ — массовая доля жира, %; D — плотность молока, градусы ареометра; 0,5 — поправка на плотность.

Таблица 12

Показатель преломления	Массовая доля лакто- зы, %	Показатель преломления	Массовая доля лакто- зы, %
1,3390	3,01	1,3412	4,08
91	3,06	13	4,13
92	3,11	14	4,18
93	3,16	15	4,23
94	3,21	16	4,28
95	3,26	17	4,33
96	3,31	18	4,38
97	3,36	19	4,44
98	3,42	1,3420	4,49
99	3,47	21	4,54
1,3400	3,52	22	4,59
1,3401	3,57	1,3423	4,64
02	3,62	24	4,69
03	3,67	25	4,74
04	3,70	26	4,79
05	3,72	27	4,84
06	3,77	28	4,89
07	3,82	29	4,95
08	3,87	1,3430	5,00
09	3,93	31	5,05
1,3410	3,98	32	5,10
11	4,03	33	5,15
		34	5,20

Определение массовой доли влаги. Массовую долю влаги находят по разности $(100 - C)$ %. Ориентировочно рассчитывают массовую долю сухих обезжиренных веществ молока $СОМО$ (в %) по формуле

$$СОМО = (D + 2) / 4 + 0,225Ж.$$

Контрольные вопросы

1. Что входит в состав коровьего молока?
2. Какова пищевая ценность отдельных составных веществ молока: белков, жира, лактозы, минеральных веществ, витаминов, ферментов?
3. Как определить плотность молока?
4. Как определить кислотность молока?
5. Как определить массовую долю белковых веществ в молоке?
6. Какие методы определения массовой доли лактозы в молоке Вы знаете?
7. Какова характеристика кислотного метода определения массовой доли жира в молоке?

РАБОТА 18. АНАЛИЗ ПИЩЕВЫХ ЖИРОВ И МАСЕЛ

Пищевые жиры и масла играют большую роль в питании человека. Обладая высокой энергетической способностью, они в значительной степени восполняют энергетические затраты ор-

ганизма. Кроме того, природные жиры богаты различными физиологически активными веществами: жирорастворимыми витаминами, пигментами, фосфатидами, стеринами. Они являются также носителями полиненасыщенных жирных кислот, выполняющих жизненно важные функции и входящих в состав мембранных структур клеток.

Природные жиры выделяют из животных и растительных тканей. Различный жирнокислотный состав глицеридов этих жиров обуславливает различие их физико-химических свойств.

Животные жиры содержат в основном насыщенные жирные кислоты — пальмитиновую и стеариновую, вследствие чего они имеют твердую консистенцию и высокую температуру плавления. Наиболее распространенные животные жиры — это говяжий, бараний и свиной.

Основную долю растительных масел составляют жидкие масла, в которых преобладают моно- и полиненасыщенные жирные кислоты. В зависимости от степени ненасыщенности жирных кислот, содержащихся в масле, различают высыхающие, полусышающие и несышающие масла.

Твердые растительные масла с высоким содержанием насыщенных жирных кислот получают из плодов и семян тропических культур (какао-масло, кокосовое, пальмовое, пальмоядровое).

Наряду с природными жирами и маслами маслодобывающая и жироперерабатывающая отрасли пищевой промышленности производят широкий ассортимент жировых смесей, выработанных на основе саломасов, жиров, фракционированных кристаллизацией, перэтерифицированных жиров. Применение различных способов обработки жиров позволяет изменять их состав и свойства: консистенцию, температуру плавления и застывания, твердость, хрупкость и другие свойства, что создает возможность их дифференцированного использования в отраслях пищевой промышленности для обеспечения выпуска высококачественной продукции. Так, в кондитерском производстве, помимо какао-масла, используются специальные жиры для печенья, для вафельных и прохладительных начинок, для шоколадных изделий и конфет. В общественном питании находят применение жиры кулинарные: «фритюрный», «маргагуселин», сало растительное, жировые рецептурные смеси, — «Украинский», «Белорусский», «Восточный» жиры; в производстве пищевых концентратов используют гидрожир легкоплавкий с повышенной твердостью, порошкообразный жир; в хлебопечении, — безмолочные жидкие маргарины.

Широкое использование в пищевой промышленности и в питании населения находят различные виды маргаринов. Маргарин представляет собой высокодисперсную, жироводную систе-

му, в состав которого входят природные рафинированные жиры и масла, саломасы, молоко, соль, сахар, эмульгатор и другие компоненты. Таким образом, рецептура маргаринов, физико-химические свойства, усвояемость близки к составу и свойствам сливочного масла.

Многообразие ассортимента жиров и различные требования к их качеству в зависимости от назначения вызывают необходимость наряду с оценкой качества жиров по общей схеме определять дополнительные показатели для жиров специального назначения.

Показатели качества жиров и масел регламентируются государственными и отраслевыми стандартами и техническими условиями. Например, качество подсолнечного масла регламентируется в соответствии с ГОСТ 1128—73, соевого — ГОСТ 7825—76, хлопкового — ГОСТ 1128—75, кукурузного — ГОСТ 8808—73 и т. д. Оценка качества маргарина осуществляется в соответствии с ГОСТ 240—85 и 976—81. Качественные показатели пищевого саломаса установлены действующим ОСТ 18-262—75. Масло коровье оценивают по ГОСТ 37—55, жиры животные топленые — по ГОСТ 2592—82.

Основными органолептическими характеристиками масел и жиров являются: вкус, запах, цвет, прозрачность. Для твердых жиров (кокосового, коровьего, топленого, какао-масла) прозрачность определяют в расплавленном состоянии при 40°C. Для твердых жиров и жировых смесей, используемых в технологии, важная роль принадлежит консистенции, которая должна быть однородной и удовлетворять требованиям данного производства. Какао-масло, например, при 16—18°C должно иметь твердую, ломкую консистенцию, кондитерский жир для печенья — мажеобразную, жир для начинок — пластичную.

Определение вкуса, запаха, цвета и прозрачности. Эти показатели жиров и масел обуславливаются их природой (подсолнечное, кукурузное, коровье и т. д.) и способом их обработки. Нерафинированные растительные масла имеют хорошо выраженные вкус, запах и цвет, присущие плодам или семенам данной культуры. У нерафинированных масел допускается легкое помутнение над осадком. Масло рафинированное по полной схеме очистки (гидратация, нейтрализация, отбеливание, дезодорация) должно обладать вкусом обезличенного масла и не иметь запаха. Цветность нерафинированных и рафинированных растительных масел дает представление о количественном и качественном составе пигментного комплекса, выражается в условных единицах и может быть охарактеризована цветным числом в миллиграммах йода (для масел, имеющих в натуральном виде желтый цвет различной интенсивности) или количеством единиц красного цвета при определенном количестве

единиц желтого цвета (для хлопкового нерафинированного и рафинированного масла). Определение цветности масел проводят по ГОСТ 5477—69.

Метод определения цветного числа по шкале стандартных растворов йода. Он основан на сравнении интенсивности окраски испытуемого масла с окраской разбавленных стандартных растворов йода.

Цветное число масла выражается количеством миллиграммов свободного йода, содержащегося в 100 см³ стандартного раствора йода, который имеет при одинаковой с маслом толщине слоя 1 см такую же интенсивность окраски, как испытуемое масло.

Техника определения — готовят цветную шкалу разбавленных растворов, применяя пробирки из бесцветного стекла с внутренним диаметром 10 мм. В бюксе с притертой крышкой отвешивают 0,26—0,27 г дважды возогнанного йода, а также удвоенное количество йодида калия и растворяют примерно в 1 см³ дистиллированной воды; раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки и взбалтывают. Концентрацию приготовленного раствора йода устанавливают титрованием 0,01 н. раствором тиосульфата натрия в присутствии индикатора крахмала. После установления титра к приготовленному раствору прибавляют дистиллированную воду в таком количестве, чтобы в 100 см³ этого раствора содержалось точно 100 мг йода.

Для приготовления серии разбавленных стандартных растворов цветной шкалы (эталонов) в предварительно прокипяченные в 10%-ном растворе соляной кислоты и высушенные пробирки наливают пипеткой концентрированный стандартный раствор йода и добавляют из бюретки дистиллированную воду в количестве, указанном в табл. 13.

Таблица 13

Компонент шкалы	Цветное число / Мл пробирки													
	100 1	90 2	80 3	70 4	60 5	50 6	40 7	30 8	25 9	20 10	15 11	10 12	5 13	1 14

Стандартный рас- 10,0 9,0 8,0 7,0 6,0 5,0 4,0 3,0 2,5 2,0 1,5 1,0 0,5 0,1
твор йода, см³
Вода дистиллиро- — 1,0 2,0 3,0 4,0 5,0 6,0 7,0 7,5 8,0 8,5 9,0 9,5 9,9
ванная, см³

Пробирки с эталонами запаиваются и хранятся в темном месте. Для проведения анализа в чистую сухую пробирку наливают профильтрованное испытуемое масло и сравнивают интенсивность окраски масла с окраской стандартных растворов

йода. Испытание ведут в проходящем и отраженном дневном свете или при свете матовой электрической лампочки. Цветное число масла принимают равным цветному числу эталона, имеющего одинаковую окраску с маслом.

Цветомер с набором цветных стандартных стекол используют для определения цветности хлопкового масла. Метод основан на сравнении цветности масла с цветностью набора стандартных стеклянных фильтров при определенной толщине слоя масла. Величина цветного числа регламентируется ГОСТами на отдельные виды масел. Для подсолнечного масла, например, верхние пределы цветных чисел варьируют от 10 для дезодорированного масла, до 35 — для нерафинированного II сорта.

Фотоколориметрический метод. Основан на способности каротиноидов, обуславливающих окраску жира, поглощать свет в видимой области спектра, разработан для установления цветности молочного жира. По цветному числу, идентичному оптической плотности жира, судят о содержании пигментов, которое зависит от вида, породы животного, кормов, сезона года, технологии изготовления масла и других факторов.

Оценка масла по цветности дается в соответствии с данными, приведенными ниже.

Цветное число	Цвет жира
0,17—0,25	Белый
0,26—0,35	Светло-желтый
0,36—0,45	Желтый
0,46 и более	Интенсивно-желтый

Техника определения — расплав чистого молочного жира помещают в кювету с толщиной слоя раствора 10 мм, термостатируют при 55—60°C в течение 5—10 мин и определяют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при длине волны 450 нм, делая 3—4 замера при сравнении с дистиллированной водой. Температура масла в процессе анализа не должна снижаться ниже 50°C.

Выделяют чистый жир из сливочного масла для анализа следующим образом: термостатируют масло в химическом стаканчике при 50—60°C до полного его расплавления. Когда плазма осядет на дно, жир осторожно декантируют и фильтруют через сухой бумажный фильтр в том же термостате.

По системе балльных оценок — столбальной шкале — осуществляют органолептическую оценку коровьего сливочного масла. В показатели качества по шкале входят: вкус, запах, цвет, консистенция, качество посолки (для соленого масла), состояние упаковки и маркировки.

На каждый показатель установлено определенное количест-

во баллов: вкус и запах — 50, консистенция — 25, цвет — 5, посолка — 10, упаковка — 10. В зависимости от суммарно набранного количества баллов определяют сорт масла. Масло относится к высшему сорту, если оно оценено не ниже 88 баллов, из которых не менее 41 балла должно приходиться на долю вкуса и запаха. К I сорту относится масло, оцененное на 80—87 баллов, из которых баллы за вкус и запах составляют не менее 37. Вологодское масло оценивают по органолептическим показателям при 10—12°C.

Оценку качества пищевых жиров и масел физико-химическими методами осуществляют по следующим показателям: содержанию массовой доли влаги, кислотности, числу омыления, величине преломления и др.

Определение массовой доли влаги. Сущность методов определения массовой доли влаги в различных жирах и маслах сводится либо к высушиванию определенной для каждого вида масел навески до постоянной массы при температуре 100—105°C, либо нагреву масла при определенных температурных режимах до момента прекращения испарения влаги, о котором судят по отсутствию запотевания часового стекла, закрывающего в момент нагрева стаканчик с пробой. Первый из выше-названных методов применяют для определения массовой доли влаги в маслах, в которых содержание ее низкое, например во всех растительных маслах, саломасах. Второй метод в основном используют для анализа коровьего масла и маргарина. Запись в лабораторном журнале осуществляют по форме, приведенной в работе № 2, и делают заключение о соответствии массовой доли влаги с ГОСТом.

Предельно допустимая норма массовой доли влаги (в %) некоторых жиров и масел:

Масло подсолнечное, соевое, кукурузное:	
рафинированное	0,1
нерафинированное	0,2
Кондитерский жир	0,3
Масло коровье:	
сливочное несоленое	16,0
соленое, вологодское	
любительское	20,0
крестьянское	25,0
бутербродное	35,0
топленое	1,0
Маргарин:	
молочный	17,0
безмолочный	16,5

Определение кислотного числа. Кислотное число — это количество миллиграммов гидроксида калия, необходимое для нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в одном грамме масла или жира.

Количество свободных жирных кислот в жире непостоянно и зависит от качества жирового сырья, способа получения масел и жиров, длительности и условий хранения и других факторов.

Кислотное число является одним из основных качественных показателей, характеризующих степень свежести жира, и регламентируется ГОСТами на все виды пищевых масел и жиров.

Определение кислотного числа осуществляют нейтрализацией свободных жирных кислот, содержащихся в навеске исследуемого жира, спиртовым раствором гидроксида натрия (ГОСТ 5476—80).

Техника определения — в коническую колбу вместимостью 150—200 см³ отвешивают 3—5 г испытуемого масла с погрешностью 0,01 г, приливают 50 см³ нейтрализованной смеси этанола и этилового эфира (1:2) и взбалтывают содержимое. Если при этом масло не растворится, колбу подогревают на водяной бане и охлаждают до температуры 15—20 °С. Добавляют 3—5 капель 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и при непрерывном перемешивании титруют пробу 0,1 н. спиртовым раствором гидроксида калия или натрия до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

Кислотное число (мг/г масла) рассчитывают по формуле

$$\text{К.ч.} = aK \cdot 5,61/M,$$

где a — количество 0,1 н. раствора NaOH или KOH, израсходованное на нейтрализацию свободных жирных кислот в массе навески жира, см³; K — поправочный коэффициент к 0,1 н. раствору гидроксида натрия или калия; M — масса взятой для анализа навески, г.

Расхождения между параллельными определениями не должны превышать 5 отн. %.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустой колбы (M_1)	г
Масса масла с колбой (M_2)	г
Масса навески масла (M)	г
Количество 0,1 н. раствора щелочи, израсходованное на нейтрализацию масла (a)	см ³
Поправочный коэффициент к 0,1 н. раствору щелочи (K)	
Титр 0,1 н. раствора гидроксида калия	мг/см ³
5,61	
Заключение	

Определение кислотного числа темных масел (солевой метод). При определении затруднительно установить момент изменения окраски индикатора. В этом случае используют солевой метод. Особенностью метода является то,

что растворитель жира не применяют. Для четкого разделения фаз вводят насыщенный нейтральный раствор хлористого натрия. Титрование проводят в присутствии спиртового раствора фенолфталеина. После связывания всех свободных жирных кислот избыточное количество щелочи переходит в раствор хлористого натрия и окрашивает его в розовый цвет. NaCl подавляет процесс гидролиза мыла и устраняет возможность образования стойких эмульсий при титровании.

Техника определения — в колбу вместимостью 300 см³ вносят навеску масла массой около 10 г, взятых с погрешностью $\pm 0,01$ г, приливают цилиндром 50—60 см³ насыщенного раствора NaCl и 0,5 см³ 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина. Колбу закрывают пробкой и встряхивают, затем оттитровывают содержимое 0,1 н. раствором КОН. При титровании встряхивание повторяют каждый раз после прибавления 4—5 капель гидроксида калия до тех пор, пока не исчезнет окраска нижнего слоя жидкости. В процессе титрования окраска должна изменяться медленно, поэтому к концу титрования встряхивания учащают. Титрование заканчивают, когда в нижнем солевом слое появится устойчивое розовое окрашивание, не исчезающее в течение 30 с. Расчет кислотного числа и форма записи в лабораторном журнале аналогичны приведенному выше.

Предельно допустимые нормы кислотного числа отдельных масел и жиров (мг/г масла):

Подсолнечное масло:	
рафинированное	0,4
нерафинированное высшего сорта	1,5
нерафинированное I сорта	2,25
Соевое масло:	
рафинированное	0,3
гидратированное I сорта	1,0
Кукурузное масло:	
рафинированное	0,4
нерафинированное	5,0
Топленый пищевой жир (говяжий, бараний, свиной, костный):	
высшего сорта	1,2
I сорта	2,2
Сборные жиры (без указателя сорта)	3,5

Определение кислотности жира. Этот показатель определяют для коровьего масла и маргарина и выражают его в градусах Кеттсторфера.

Под градусом Кеттсторфера понимают количество см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия или калия, необходимое для нейтрализации 5 г масла или маргарина и умноженное на 2.

Определяют кислотность титрованием навески масла или

маргарина, растворенного в спиртоэфирной смеси, 0,1 н. раствором NaOH или KOH с индикатором фенолфталеином.

Предельно допустимые нормы кислотности для маргарина (*К): маргарин молочный, сливочный — 2,5; безмолочный — 2,0.

Определение числа омыления. Число омыления равно количеству миллиграммов гидроксида калия, необходимого для омыления глицеридов и нейтрализации свободных жирных кислот, содержащихся в 1 г жира.

Этот показатель характеризует общее количество свободных и связанных жирных кислот, входящих в состав исследуемого жира. Величина числа омыления зависит от молекулярной массы жирных кислот в жире: более высокое значение числа омыления у жиров, в составе которых содержится больше низкомолекулярных жирных кислот, и наоборот, жиры с высоким содержанием высокомолекулярных кислот имеют более низкое значение числа омыления. Величина числа омыления повышается в высококислотных жирах, поэтому нельзя сравнивать число омыления жиров с высоким кислотным числом с числом омыления нейтрального жира. Число омыления моно- и диглицеридов обычно ниже числа омыления соответствующего триглицерида.

Для жиров и масел одинаковой природы число омыления колеблется в незначительных пределах.

По величине числа омыления на производстве рассчитывают количество щелочи, требуемое для омыления жира, например, при рафинации масел, — в стадии нейтрализации.

Техника определения — в колбу с пришлифованным воздушным холодильником вместимостью 250—300 см³ отвешивают 2—3 г испытуемого масла, предварительно хорошо перемешанного и профильтрованного (точность взвешивания 0,0002 г). Приливают из бюретки 25 см³ 0,5 н. спиртового раствора гидроксида калия и, присоединив холодильник, выдерживают колбу на кипящей водяной бане в течение 1 ч, периодически взбалтывая содержимое и не допуская улетучивания спирта. Необходимо следить, чтобы раствор был погружен в бане ниже уровня кипящей воды. Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт, выдерживая на кипящей водяной бане колбу с 25 см³ 0,5 н. спиртового раствора KOH. Содержимое колбы после окончания омыления должно представлять собой прозрачный раствор без капелек жира.

Далее оттитровывают содержимое обеих колб 0,5 н. раствором соляной кислоты, предварительно добавив индикатор (1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина для светлых масел или тимолфталеина — для темных), до исчезновения окраски. Мыльный раствор основного опыта титруют горячим, слегка остывшим.

Число омыления рассчитывают по формуле

$$\text{Ч.о.} = 28,05(a-b)K/M,$$

где 28,05 — титр 0,5 г раствора КОН, мг/см³; a — количество 0,5 н. раствора НСl, израсходованное на титрование КОН в контрольном опыте, см³; b — количество 0,5 н. раствора НСl, израсходованное на связывание непрореагировавшего (избыточного) КОН в основном опыте, см³; K — поправочный коэффициент к 0,5 н. раствору НСl; M — масса навески, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустой колбы (M_1)	г
Масса масла с колбой (M_2)	г
Масса масла (M)	г
Количество 0,5 н. раствора НСl, израсходованное на титрование в контрольном опыте (а)	см ³
Количество 0,5 н. раствора НСl, израсходованное на связывание КОН в основном опыте (b)	см ³
Поправочный коэффициент к 0,5 н. раствору НСl (K)	
Закключение	

Допустимые расхождения при параллельных определениях не должны превышать 0,1 мг КОН/г.

Числа омыления некоторых пищевых жиров и масел приведены ниже:

Масло:

подсолнечное	188—194
соевое	192—194
хлопковое	191—200
кокосовое	242—269
коровье	220—245
какао-масло	192—196
оливковое	185—200

Топленый говяжий жир 193—200

Определение показателя преломления. Показатель преломления является физическою характеристикой жира, отражающей в значительной мере его природу, чистоту, жирнокислотный состав. Численные его значения для одних и тех же видов жиров и масел колеблются незначительно.

Измерение показателя преломления проводят на рефрактометре ИРФ-22. Может быть использован также другой рефрактометр с пределом измерений в интервале показателя преломления исследуемого масла и обеспечивающий точность в соответствии с требованиями стандартов. Призмы рефрактометра темперируют водой с температурой: для жидких масел 20 °С, для твердых — 40 °С. Техника проведения анализа дана в работе № 3. Отсчет осуществляется 2—3 раза и берется среднее значение показателя преломления. Поверхность призм после проведения замера очищают ватой, сначала смоченной эфиром, за-

тем сухой. Величины показателя преломления некоторых пищевых жиров и масел (n_{D}^{20}):

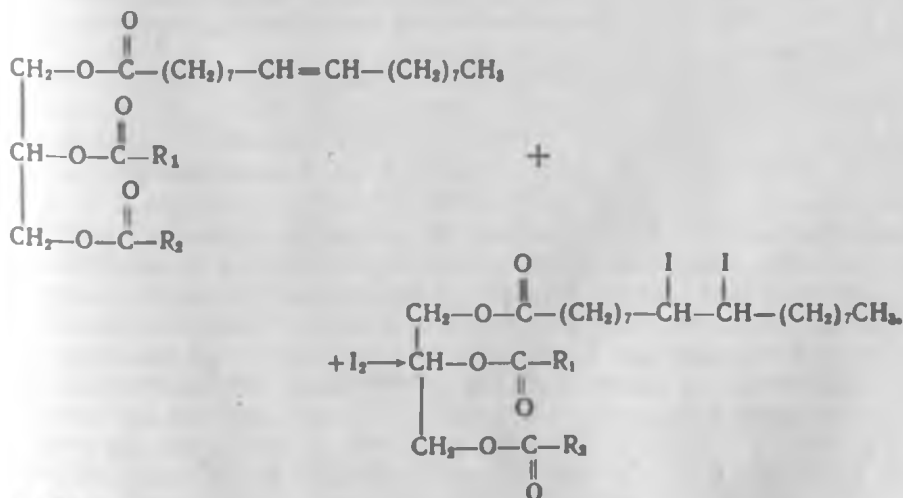
Масло:	
подсолнечное	1,4736—1,4762
горчиное	1,4730—1,4769
хлопковое	1,4722—1,4768 (при 20 °C)
соевое	1,4722—1,4754
оливковое	1,4605—1,4787
кокосовое	1,4480—1,4500
Жир:	
бараний	1,4566—1,4583
говяжий	1,4510—1,4583

Определение йодного числа. Йодное число — это показатель, характеризующий непредельность жирных кислот, входящих в состав жира.

Под йодным числом понимают количество граммов йода, присоединяющееся к 100 г жира.

По величине йодного числа жиров и масел судят об их способности к различным химическим превращениям, так как непредельные жирные кислоты могут присоединять кислород по месту разрыва двойных связей, обуславливая процессы прогоркания и высыхания жиров. Йодное число применяют для определения жира, способности его к высыханию, расчета потребного количества водорода на его гидрогенизацию.

Определение йодного числа основано на способности непредельных жирных кислот присоединять молекулы галогена (хлор, бром, йод) в условиях, при которых эта реакция не сопровождается замещением водорода на галоген. На каждую двойную связь расходуется одна молекула галогена. Реакция проходит по следующей схеме:

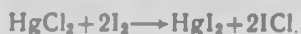


где R₁ и R₂ — радикалы насыщенных жирных кислот.

Йодное число зависит от количества этиленовых связей в жирных кислотах: с их увеличением йодное число возрастает.

Для определения йодного числа масел и жиров используют несколько методов, различающихся в основном галогенсодержащим реагентом, и условиями проведения опыта. Наибольшее распространение получили методы: Гюбля, Кауфмана, Вийса, Гануса, Вобурна. Три первых из перечисленных методов стандартизованы.

Определение йодного числа методом Гюбля. Применяют йодно-ртутный раствор, активной составной частью которого является хлорид йода (I), образующийся по уравнению:



Хлорид йода (I) присоединяется по месту двойных связей жирных кислот. Реакция идет по уравнению:



Остаток неприсоединившегося хлорида йода определяют йодометрическим методом, при этом предварительно в реакционную смесь вводят йодид калия. В результате окислительно-восстановительной реакции между хлоридом йода (I) и йодидом калия образуется свободный йод, который оттитровывают тиосульфатом натрия:



Необходимые реактивы: реактив Гюбля — 30 г хлорида ртути (II) растворяют в 500 см³ 96 %-ного этанола. К раствору приливают спиртовой раствор йода (25 г I₂ в 500 см³ 96 %-ного этанола). Смешивают оба раствора и выдерживают двое суток до момента использования.

Техника определения — в коническую колбу с шлифованной пробкой вносят навеску испытуемого масла, взвешенную с погрешностью 0,0002 г. Массу навески устанавливают в зависимости от предполагаемой величины йодного числа по табл. 14. Приливают из бюреток 10 см³ хлороформа и 25 см³ раствора Гюбля. Колбу закрывают пробкой, смоченной раствором йодида калия во избежание улетучивания йода. Содержимое колбы осторожно перемешивают вращением руки и оставляют в темном месте при температуре 20 °С. Время настаивания испытуемого масла с йодно-ртутным раствором устанавливают в зависимости от ожидаемой величины йодного числа по табл. 14.

Одновременно в тех же условиях ставят контрольный опыт (без масла). По окончании настаивания в обе колбы приливают из бюретки 15—20 см³ 10 %-ного йодида калия и по 100 см³ дистиллированной воды. Смесь тщательно взбалтывают и тит-

Таблица 14

Величина йодного чис- ла, %	Навеска мас- ла, г	Продолжительность настаивания, ч (для метода Гюбля)
До 30	1,0	6
До 50	0,6	8
50—100	0,3	12
100—150	0,2	18
Более 150	0,1	24

руют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия до появления светло-желтой окраски. Затем добавляют пипеткой по 1 см³ 1%-ного раствора крахмала и титруют до исчезновения сине-фиолетового окрашивания. Йодное число (в г на 100 г жира или в %) рассчитывается по формуле

$$\text{Й.ч.} = (a - b) K - 100 \cdot 0,01269 / M,$$

где a — количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, израсходованное на титрование контрольного опыта, см³; b — количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, израсходованное на титрование основного опыта, см³; K — поправочный коэффициент к 0,1 н. раствору $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; 0,01269 — количество йода, соответствующее 1 см³ 0,1 н. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, г; M — масса навески жира, г.

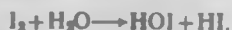
Запись в лабораторном журнале

Масса пустой колбы (M_1)	г
Масса масла с колбой (M_2)	г
Масса навески жира (M)	г
Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, израсходованное при проведении контрольного опыта (без жира) (a)	см ³
Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, израсходованное на титрование избытка йода после присоединения его к жиру (b)	см ³
Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, прореагировавшего с жиром, см ³	см ³
Поправочный коэффициент к 0,1 н. раствору $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (K)	
Заключение	

Стандартные методы определения йодного числа, обладая сравнительно высокой точностью, малоприемлемы в производственных условиях вследствие их длительности, необходимости наличия сложных токсичных и дефицитных реактивов, высокой квалификации выполняющего анализ. В этом отношении представляет большие удобства метод Маргошеса, по которому определение йодного числа осуществляется с помощью спиртового раствора йода.

Определение йодного числа методом Маргошеса. По точности получаемых результатов этот метод усту-

пает стандартным методам. Сущность его основана на реакции непредельной кислоты жира с йодноватистой кислотой, образующейся при взаимодействии йода с водой по уравнению:



Реакция жира с йодноватистой кислотой проходит следующим образом:



Остаток неприсоединившегося йода оттитровывают тиосульфатом натрия.

Техника определения — на предварительно взвешенное с погрешностью 0,0002 г часовое стекло наносят несколько капель (3—5) исследуемого жира и взвешивают. Опускают стекло с жиром в химический стакан и добавляют стократное (по объему) количество 96%-ного этанола. Желательно, чтобы масса жира находилась в пределах 0,2—0,3 г, тогда количество добавляемого спирта составит 20—30 см³. Смесь подогревают для лучшего растворения на водяной бане при температуре 45—50°C, закрыв при этом стакан часовым стеклом или чашкой Петри и перемешивая содержимое круговыми движениями до получения однородного раствора (исчезновения жировых шариков). Далее отмеривают из бюретки 20 см³ спиртового раствора йода (25 г кристаллического йода в 1 л 96%-ного этанола) и приливают цилиндром 200 см³ дистиллированной воды. При внесении воды смесь непрерывно перемешивают стеклянной палочкой, затем, закрыв стакан, оставляют в покое на 5 мин, после чего оттитровывают избыток несвязавшегося с непредельными кислотами йода 0,1 н. раствором Na₂S₂O₃ в присутствии 1%-ного раствора крахмала. Параллельно проводят контрольный опыт (без жира) при сохранении всех условий основного опыта. Йодное число рассчитывают по формуле, приведенной в методе Гюбля, используя ту же форму записи в лабораторном журнале.

Быстрый рефрактометрический метод определения йодного числа. Он позволяет определить йодное число по показателю преломления масла. Необходимым условием для получения хорошей воспроизводимости результатов и их корреляции с данными, полученными химическими методами, является строгое соблюдение температуры при замере показателя преломления. Определение показателя преломления осуществляют на рефрактометре ИРФ-22. Величину йодного числа (в г на 100 г жира) вычисляют по формуле, в которую подставляют среднюю величину показателя преломления, полученную для двух параллельных проб:

$$И. ч. = \frac{(n_D^{20} - 1,4595) 100}{0,0118}.$$

Формула дает удовлетворительные результаты при сравнении их с величинами йодного числа, определенными по методу Гюбля.

Определение йодного числа молочного жира. Метод, предложенный Е. Г. Черновой, основан на взаимосвязи степени непредельности жирных кислот с оптическими свойствами молочного жира. Йодное число дает высокую корреляцию с оптическим числом.

Оптическое число является условной величиной, характеризующей свойства молочного жира преломлять и поглощать свет в видимой области спектра. Оно суммируется из двух величин — оптической плотности (D) и показателя преломления (n^{50}).

Техника определения — расплав чистого профильного молочного жира помещают в кювету фотоэлектроколориметра с толщиной слоя раствора 10 мм, термостатируют при температуре 55—60°C в течение 5—10 мин, затем измеряют оптическую плотность (D) при длине волны 450 нм по отношению к дистиллированной воде на фотоэлектроколориметре с набором узкополосных светофильтров или на спектрофотометре. Далее отбирают из кюветы 3—4 капли жира, помещают его на призму заранее прогретого при 50°C рефрактометра ИРФ-22 и определяют показатель преломления (n^{50}). Для каждого образца делают 3—4 замера и находят среднее значение. Допустимое отклонение от температуры $50 \pm 0,1^\circ\text{C}$.

Оптическое число рассчитывают следующим образом:

$$\text{О.ч.} = D + n^{50}.$$

Йодное число находят по формуле

$$\text{Й.ч.} = \text{О.ч.} [K \pm 10 (\text{О.ч.} - 1,7676)],$$

где K — коэффициент пересчета.

Значение коэффициента пересчета K в зависимости от величины оптического числа (О. ч.) приведено ниже.

Интервал оптического числа (О. ч.)	K
Ниже 1,7500	19,80
1,7500—1,8400	20,20
1,8400—1,9300	20,65
1,9300—2,0200	21,20
2,0200—2,1100	21,60

Пример. Показатель преломления молочного жира при 50°C — 1,4545; оптическая плотность равна 0,240. Находим оптическое число: $\text{О. ч.} = 1,4545 + 0,240 = 1,6945$. Устанавливаем по таблице величину $K = 19,8$. Рассчитываем йодное число: $\text{Й. ч.} = 1,6945(19,8 - 10/1,6945 - 1,7675) = 32,31$ г/100 г жира.

пает стандартным методам. Сущность его основана на реакции непредельной кислоты жира с йодноватистой кислотой, образующейся при взаимодействии йода с водой по уравнению:



Реакция жира с йодноватистой кислотой проходит следующим образом:



Остаток неприсоединившегося йода оттитровывают тиосульфатом натрия.

Техника определения — на предварительно взвешенное с погрешностью 0,0002 г часовое стекло наносят несколько капель (3—5) исследуемого жира и взвешивают. Опускают стекло с жиром в химический стакан и добавляют стократное (по объему) количество 96%-ного этанола. Желательно, чтобы масса жира находилась в пределах 0,2—0,3 г, тогда количество добавляемого спирта составит 20—30 см³. Смесь подогревают для лучшего растворения на водяной бане при температуре 45—50 °С, закрыв при этом стакан часовым стеклом или чашкой Петри и перемешивая содержимое круговыми движениями до получения однородного раствора (исчезновения жировых шариков). Далее отмеривают из бюретки 20 см³ спиртового раствора йода (25 г кристаллического йода в 1 л 96%-ного этанола) и приливают цилиндром 200 см³ дистиллированной воды. При внесении воды смесь непрерывно перемешивают стеклянной палочкой, затем, закрыв стакан, оставляют в покое на 5 мин, после чего оттитровывают избыток несвязавшегося с непредельными кислотами йода 0,1 н. раствором Na₂S₂O₃ в присутствии 1%-ного раствора крахмала. Параллельно проводят контрольный опыт (без жира) при сохранении всех условий основного опыта. Йодное число рассчитывают по формуле, приведенной в методе Гюбля, используя ту же форму записи в лабораторном журнале.

Быстрый рефрактометрический метод определения йодного числа. Он позволяет определить йодное число по показателю преломления масла. Необходимым условием для получения хорошей воспроизводимости результатов и их корреляции с данными, полученными химическими методами, является строгое соблюдение температуры при замере показателя преломления. Определение показателя преломления осуществляют на рефрактометре ИРФ-22. Величину йодного числа (в г на 100 г жира) вычисляют по формуле, в которую подставляют среднюю величину показателя преломления, полученную для двух параллельных проб:

$$И. ч. = \frac{(n_D^{20} - 1,4595) 100}{0,0118}.$$

Формула дает удовлетворительные результаты при сравнении их с величинами йодного числа, определенными по методу Гюбля.

Определение йодного числа молочного жира. Метод, предложенный Е. Г. Черновой, основан на взаимосвязи степени непредельности жирных кислот с оптическими свойствами молочного жира. Йодное число дает высокую корреляцию с оптическим числом.

Оптическое число является условной величиной, характеризующей свойства молочного жира преломлять и поглощать свет в видимой области спектра. Оно суммируется из двух величин — оптической плотности (D) и показателя преломления (n^{50}).

Техника определения — расплав чистого профильтрованного молочного жира помещают в кювету фотоэлектроколориметра с толщиной слоя раствора 10 мм, термостатируют при температуре 55—60°C в течение 5—10 мин, затем измеряют оптическую плотность (D) при длине волны 450 нм по отношению к дистиллированной воде на фотоэлектроколориметре с набором узкополосных светофильтров или на спектрофотометре. Далее отбирают из кюветы 3—4 капли жира, помещают его на призму заранее прогретого при 50°C рефрактометра ИРФ-22 и определяют показатель преломления (n^{50}). Для каждого образца делают 3—4 замера и находят среднее значение. Допустимое отклонение от температуры $50 \pm 0,1^\circ\text{C}$.

Оптическое число рассчитывают следующим образом:

$$\text{О.ч.} = D + n^{50}.$$

Йодное число находят по формуле

$$\text{Й.ч.} = \text{О.ч.} [K \pm 10(\text{О.ч.} - 1,7676)],$$

где K — коэффициент пересчета.

Значение коэффициента пересчета K в зависимости от величины оптического числа (О. ч.) приведено ниже.

Интервал оптического числа (О. ч.)	K
Ниже 1,7500	19,80
1,7500—1,8400	20,20
1,8400—1,9300	20,65
1,9300—2,0200	21,20
2,0200—2,1100	21,60

Пример. Показатель преломления молочного жира при 50°C — 1,4545; оптическая плотность равна 0,240. Находим оптическое число: $\text{О.ч.} = 1,4545 + 0,240 = 1,6945$. Устанавливаем по таблице величину $K = 19,8$. Рассчитываем йодное число: $\text{Й.ч.} = 1,6945(19,8 - 10/1,6945 - 1,7675) = 32,31$ г/100 г жира.

Подное число некоторых жиров и масел:

Масло:	
подсолнечное	125—145
соевое	120—140
горчичное	102—108
хлопковое	102—117
оливковое	75—85
кукурузное	111—133
коровье	22—40
Жир:	
говяжий	32—47
бараний	35—40

Определение перекисного числа. Согласно современной теории о механизме окисления жиров первичными продуктами окисления являются пероксиды. В результате дальнейших превращений пероксидов образуются вторичные продукты окисления: спирты, альдегиды, кетоны, кислоты с углеродной цепочкой различной длины, а также их производные, в частности продукты полимеризации. Скорость, направление и глубина окисления зависят от состава жиров и масел: с увеличением степени неопределенности жирных кислот, входящих в состав глицеридов, скорость окисления возрастает. Окислительные процессы в жирах катализируются присутствием влаги, следов металлов, кислородом воздуха. Природные антиокислители (токоферолы), содержащиеся в маслах и жирах, затормаживают процессы окисления.

Накопление продуктов окисления в жирах ухудшает органолептические свойства и снижает их пищевое достоинство.

О содержании перекисных соединений в жире судят по перекисному числу, которое позволяет выявить окислительные процессы и появление продуктов порчи значительно раньше, чем это может быть установлено органолептически.

Перекисным числом называют количество граммов йода, выделенного из йодида калия перекисными соединениями, содержащимися в 100 г жира. Перекисное число определяют йодометрическим методом, основанным на окислении йодистого калия перекисями и гидроперекисями жира в растворе уксусной кислоты и хлороформа и титровании выделившегося йода раствором тиосульфата натрия.

Химизм метода может быть представлен следующей схемой:



Перекисное число свежего, пригодного для длительного хранения жира должно быть не более 0,03% йода. Испорченный жир имеет перекисное число свыше 0,1% йода.

Техника определения (по ГОСТ 26593—85) — в коническую колбу вместимостью 300 см³ вносят навеску, массу которой определяют в зависимости от предполагаемого значения перекисного числа следующим образом:

Предполагаемое значение перекисного числа, ммоль/кг	Масса жира, г
От 0 до 6,0	5,0—2,0
Свыше 6,0 до 10	2,0—1,2
» 10 » 15	1,2—0,6
» 15 » 25	0,6—0,5
» 25 » 40	0,5—0,3

Добавляют цилиндром 10 см³ хлороформа, после растворения жира приливают 15 см³ ледяной уксусной кислоты пипеткой с помощью груши и 1 см³ 10%-ного раствора KI градуированной пипеткой. Колбу закрывают пробкой, перемешивают в течение 1 мин и оставляют в покое в темном месте на 5 мин. Далее приливают цилиндром 75 см³ дистиллированной воды, тщательно перемешивают и вносят 5 капель 1%-ного раствора крахмала. Оттитровывают выделяющийся йод 0,01 н. раствором Na₂S₂O₃.

Расчет перекисного числа осуществляют по формуле

$$\text{П.ч.} = \frac{(a-b)K \cdot 0,001269}{M}$$

где a — количество 0,01 н. раствора Na₂S₂O₃, израсходованное на титрование выделившегося йода в контрольном опыте, см³; b — количество 0,01 н. раствора Na₂S₂O₃, израсходованное на титрование выделившегося йода в основном опыте, см³; K — поправка к титру 0,01 н. раствора Na₂S₂O₃; 0,001269 — количество йода, соответствующее 1 см³ 0,01 н. раствора Na₂S₂O₃, г; M — навеска жира, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустой колбы	г
Масса масла с колбой	г
Масса навески жира (M)	г
Количество 0,01 н. раствора Na ₂ S ₂ O ₃ , пошедшее на титрование йода в контрольном опыте (a)	см ³
Количество 0,01 н. раствора Na ₂ S ₂ O ₃ , пошедшее на титрование йода в основном опыте (b)	см ³
0,001269 титр 0,01 н. раствора Na ₂ S ₂ O ₃ по йоду	
Закключение	

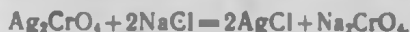
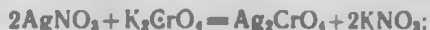
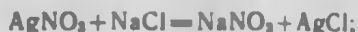
Определение массовой доли поваренной соли в маргарине и коровьем масле. Поваренная соль является важной вкусовой добавкой и играет большую роль в физиологических процессах в организме. В пищевой промышленности поваренная соль используется как консервант, оказывающий губительное действие

на микрофлору продукта. В основу консервирования продуктов поваренной солью положена высокая чувствительность микроорганизмов к изменению осмотического давления в окружающей их среде. Повышая осмотическое давление, хлористый натрий создает неблагоприятные условия для развития аэробных бактерий путем снижения концентрации кислорода в тканях консервируемого посолом продукта. Кроме того, ион хлора ингибирует активность протеолитических ферментов.

В процессе посолки маслу и маргарину придают умеренно соленый вкус и повышают стойкость в хранении этих продуктов. Для прекращения развития всех видов бактерий, плесеней и дрожжей массовая доля соли в масле должна быть не менее 4%, но масло в этом случае имело бы резко соленый вкус, поэтому стандартом предусмотрена массовая доля соли в масле не более 1,5%. В маргарине нормы массовой доли поваренной соли варьируют от 0,35 (маргарин «Экстра», «Особый») до 1% (маргарин «Любительский»).

Для определения массовой доли поваренной соли в масле сливочном соленом и маргарине используют три стандартных метода: титрования хлористого натрия в водной вытяжке из масла или маргарина раствором азотнокислого серебра (аргентометрический метод); титрования соляной кислоты, выделившейся в колонке на катионите в результате обработки вытяжки раствором гидроксида натрия в количестве, эквивалентном содержанию поваренной соли; сжигания навески масла или маргарина в муфельной печи.

Аргентометрический метод определения массовой доли поваренной соли широко применяют в различных отраслях пищевой промышленности. Модификации метода в основном отличаются концентрацией раствора нитрата серебра и техникой подготовки вытяжки из исследуемого объекта. В качестве индикатора используют хромат калия. В процессе титрования одновременно происходят три реакции:



Образующийся в результате второй реакции кирпично-красный осадок Ag_2CrO_4 более растворим, чем белый осадок AgCl , поэтому в начале титрования он быстро исчезает, растворяясь при взаимодействии с NaCl . Как только все ионы хлора окажутся связанными с ионами серебра, последняя реакция прекращается и не исчезающее кирпично-красное окрашивание раствора показывает конец титрования. Вытяжка для титрования должна быть охлаждена, так как при повышении температуры

растворимость осадка Ag_2CrO_4 возрастает. Реакция среды должна быть нейтральной, в кислой среде осадок Ag_2CrO_4 растворяется, а в щелочной образуется труднорастворимый осадок AgOH , который выпадает раньше Ag_2CrO_4 . Приводим стандартный метод определения массовой доли поваренной соли в маргарине (ГОСТ 976—81).

Техника определения — навеску маргарина массой 5 г, взятую с погрешностью $\pm 0,01$ г, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см³ и смешивают с 50 см³ дистиллированной воды, отмеренной пипеткой. Колбу накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 7 мин или нагревают на электроплитке до 90 °С. Затем энергично взбалтывают, охлаждают при комнатной температуре в течение 20 мин и фильтруют через влажный фильтр. Отбирают 10 см³ фильтрата, добавляют 3 капли хромата калия и титруют раствором 0,05 н. AgNO_3 до слабо-кирпичного окрашивания, не исчезающего при взбалтывании.

Массовую долю поваренной соли в маргарине X (в %) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{100 V \cdot 0,0029 V_1 K}{m}$$

где V — количество раствора AgNO_3 , израсходованное на титрование вытяжки, см³; 0,0029 — титр 0,005 н. раствора AgNO_3 , г/см³; V_1 — общий объем вытяжки, см³; K — поправочный коэффициент к 0,05 н. раствору AgNO_3 ; m — масса навески маргарина, г.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,05 н. раствора нитрата серебра, израсходованное на титрование вытяжки (V)	см ³
Поправочный коэффициент к 0,05 н. раствору (K)	
Общий объем водной вытяжки (V_1)	см ³
Объем вытяжки, взятый на титрование	см ³
Масса навески маргарина (m)	г
Заключение	

Контрольные вопросы

1. По каким показателям осуществляют органолептическую оценку жиров и масел?
2. Каковы основные физико-химические характеристики жиров и масел?
3. Какова роль каждой из этих характеристик в оценке качества, состава и свойства жиров и масел?
4. Каковы принципы методов определения основных физико-химических характеристик жиров и масел?
5. Какова сущность аргентометрического метода определения массовой доли поваренной соли в маргарине и сливочном соленом масле? Какие реакции происходят в процессе титрования водно-солевой вытяжки?
6. Какие факторы снижают чувствительность аргентометрического метода определения массовой доли поваренной соли?

Поверхностно-активные вещества (ПАВ) широко применяют в хлебопечении, при производстве кондитерских, макаронных изделий и пищекокцентратов. ПАВ входят в состав разнообразных кондитерских и хлебопекарных жиров и маргаринов.

ПАВ обладают способностью при растворении или диспергировании в жидкости избирательно адсорбироваться на границе раздела фаз, снижая поверхностное и межфазное натяжение. К природным ПАВ относятся фосфатидные концентраты. Высокоэффективными синтетическими пищевыми ПАВ являются моноглицериды, эфиры моноглицеридов и диацетилвинной кислоты (ДВК-эфиры), лактилированные моноглицериды, эфиры сахарозы и жирных кислот, стеарилмолочная кислота и ее соли и др.

Пищевые ПАВ по характеру диссоциации в воде делятся на анионактивные, неионогенные и амфолитные.

Анионактивные ПАВ (ДВК-эфиры) используют в хлебопечении при переработке муки со слабой и средней клейковиной.

Неионогенные ПАВ (моноглицериды и др.) улучшают качество хлеба, способствуют сохранению свежести хлеба при хранении, их применяют при переработке муки среднего качества и с малорастяжимой клейковиной. Добавление неионогенных ПАВ повышает качество макаронных изделий, препятствует склеиванию их при сушке.

Амфолитные ПАВ (фосфатидные концентраты) применяют при выработке мучных кондитерских изделий, в шоколадном производстве как разжижители, что позволяет уменьшить количество вносимого какао-масла. Фосфатидные концентраты можно использовать при изготовлении хлеба из муки с короткорвущейся клейковиной.

Фосфатидные концентраты представляют собой смесь различных фосфолипидов. Фосфолипиды содержатся в семенах масличных культур, их получают при рафинации растительных масел. Фосфолипиды являются глицеридами, содержащими, помимо высокомолекулярных жирных кислот, фосфорную кислоту и связанное с ней азотистое основание. Фосфолипиды относятся к амфолитным поверхностно-активным веществам.

Вырабатывают подсолнечные и соевые фосфатидные концентраты высшего, I и II сортов. Качество пищевых фосфатидных концентратов оценивают по органолептическим и физико-химическим показателям. Органолептически определяют вкус, запах и консистенцию.

Определение вкуса, запаха и консистенции. Фосфатидные концентраты должны иметь слабовыраженный вкус, свойствен-

ный фосфатидам, без прогорклого, кислого или другого постороннего привкуса. У I и II сортов фосфатидных концентратов допускается привкус исходного масла.

Запах у фосфатидных концентратов высшего сорта отсутствует, у I и II — слабо выражен и соответствует запаху исходного масла без постороннего запаха.

Консистенция при 20°C текучая.

По физико-химическим показателям качество фосфатидных концентратов должно соответствовать следующим требованиям (табл. 15).

Таблица 15

Показатель	Нормы для сортов фосфатидного концентрата		
	высший	I	II
Цветное число, мг йода, не более	10	18	18
Массовая доля влаги и летучих веществ, %, не более	1,0	1,0	1,0
Массовая доля фосфолипидов, %, не менее	60	55	50
Массовая доля масла, %, не более	40	45	50
Массовая доля веществ, нерастворимых в этиловом эфире, %, не более	1,5	2,0	3,0
Кислотное число масла, мг КОН, не более	10	18	18

При производстве хлеба и мучных кондитерских изделий применяются фосфатидные концентраты с цветным числом не более 8 мг йода.

Определение цветного числа. Определяют цветное число фосфатидного концентрата путем сравнения раствора фосфатидного концентрата с серией стандартных растворов йода. Цветное число выражают в миллиграммах йода.

Визуальный метод определения цветного числа фосфатидного концентрата. Техника определения — из стандартного раствора йода, содержащего 1 мг йода в 1 см³ раствора, готовят разбавленные стандартные растворы цветной шкалы (табл. 13). Приготовление растворов проводят так же, как при определении цветного числа растительных масел.

Для приготовления раствора фосфатидного концентрата взвешивают в колбе 1 г анализируемого образца с погрешностью не более 0,01 г, добавляют 50 см³ бензина. Полученный раствор должен быть прозрачным, мутный раствор получается

при повышенном содержании влаги в фосфатидном концентрате. Для удаления влаги в раствор добавляют прокаленный сульфат натрия до полного исчезновения мути, затем фильтруют через двойной фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см³. Осадок на фильтре промывают бензином и доводят объем раствора в колбе бензином до 100 см³. Раствор фосфатидного концентрата в бензине помещают в пробирку и сравнивают его окраску с растворами шкалы при рассеянном свете и температуре 20°C. Цветное число фосфатидного концентрата принимают равным цветному числу эталона шкалы, имеющего одинаковую окраску с раствором фосфатидного концентрата.

Определение цветного числа фосфатидного концентрата на фотоэлектроколориметре. Проводят определение оптической плотности раствора фосфатидного концентрата в бензине. Значение цветного числа находят по калибровочной кривой.

Для построения калибровочной кривой определяют оптические плотности стандартных растворов йода, приготовленных в соответствии с табл. 13, на ФЭК-56М или другом аналогичном приборе при длине волны 450—480 нм в кювете с толщиной слоя раствора 20 мм. Раствором сравнения служит дистиллированная вода. Затем строят калибровочную кривую, откладывая по оси абсцисс цветные числа растворов сравнения в миллиграммах йода, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

Техника определения — раствор фосфатидного концентрата в бензине готовят по способу, описанному выше. Определяют оптическую плотность полученного 1%-ного раствора фосфатидного концентрата на ФЭК-56М при синем светофильтре в кювете с толщиной слоя раствора 20 мм; раствор сравнения — дистиллированная вода.

Цветное число фосфатидного концентрата в мг йода определяют по калибровочной кривой.

Запись в лабораторном журнале

Величина оптической плотности раствора

фосфатидного концентрата

Цветное число фосфатидного концент- мг йода
рата

Заключение

Определение массовой доли влаги и летучих веществ. Метод основан на высушивании фосфатидного концентрата с песком до постоянной массы.

Песок, используемый при определении, обрабатывают соляной кислотой, промывают дистиллированной водой, прокаливают. Подготовленный песок хранят в эксикаторе.

Техника определения — в стаканчике со стеклянной палочкой и 4—5 г песка взвешивают около 5 г фосфатидного концентрата с погрешностью не более 0,001 г. Фосфатидный концентрат тщательно перемешивают с песком и высушивают до постоянной массы при температуре 100—105 °С, периодически перемешивая массу палочкой. Первое взвешивание проводят после 2 ч сушки, последующие — через 1 ч.

Массовую долю влаги и летучих веществ выражают в процентах.

Запись в лабораторном журнале

Масса стакана с навеской до высушивания	г
Масса стакана с навеской после высушивания	г
Масса фосфатидного концентрата	г
Масса испарившейся влаги и летучих веществ	г
Массовая доля влаги и летучих веществ	%
Заключение	

Для определения массовой доли влаги и летучих веществ можно использовать ускоренный метод высушивания навески фосфатидного концентрата массой 2 г в сушильном шкафу при температуре 130—135 °С. Первое взвешивание — через 2 ч, последующие — через 30 мин.

Определение массовой доли масла. Определение массовой доли масла в фосфатидном концентрате основано на растворении масла в ацетоне, последующей отгонке растворителя, высушивании выделенного масла до постоянной массы.

Техника определения — в стакан отвешивают около 2 г фосфатидного концентрата с погрешностью не более 0,001 г. Приливают 50 см³ ацетона, тщательно перемешивают стеклянной палочкой, фильтруют через высушенный до постоянной массы беззольный фильтр. Остающийся в стакане осадок промывают небольшими порциями ацетона до полного обезжиривания, при этом капля фильтрата, нанесенная на стекло, после испарения ацетона не дает следов жира. Затем к колбе, содержащей раствор масла, присоединяют холодильник и отгоняют ацетон, нагревая колбу на песочной бане. Полученное после удаления растворителя масло содержит некоторое количество фосфатидов, поэтому его повторно растворяют в 200 см³ ацетона, добавляя 1—2 капли дистиллированной воды, перемешивают. Гидратированные фосфатиды теряют растворимость в масле и образуют осадок, который отфильтровывают через прежний беззольный фильтр в сухую взвешенную колбу. Промывают фильтр с осадком до полного обезжиривания, затем отгоняют ацетон. После удаления растворителя колбу с маслом высушивают в

сушильном шкафу при 100—105 °С до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 2 ч, последующие — через 1 ч.

Массовую долю масла выражают в процентах.

Запись в лабораторном журнале

Масса фосфатидного концентрата г

Масса масла г

Массовая доля масла %

Заключение

Определение массовой доли веществ, нерастворимых в этиловом эфире. Анализу подвергают обезжиренные фосфолипиды, остающиеся после выделения масла. Их обрабатывают этиловым эфиром, нерастворимый осадок высушивают и взвешивают.

Техника определения — в стакан, содержащий остаток фосфатидного концентрата после выделения масла, вносят 50 см³ этилового эфира. Перемешивают стеклянной палочкой и количественно переносят на фильтр, через который фильтровали ацетоновый раствор масла. Осадок на фильтре последовательно промывают сухим и влажным эфиром, содержащим 1% дистиллированной воды. Растворение фосфолипидов считают законченным при получении бесцветного фильтрата. Фильтр с осадком переносят в стаканчик и высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие — через 30 мин.

Массовую долю веществ, нерастворимых в этиловом эфире, выражают в процентах.

Запись в лабораторном журнале

Масса фосфатидного концентрата г

Масса осадка с фильтром г

Масса фильтра г

Масса осадка г

Массовая доля веществ, нерастворимых в этиловом эфире %

Заключение

Определение массовой доли фосфолипидов. Массовую долю фосфолипидов выражают в процентах и определяют расчетным путем по формуле

$$M_1 = 100 - (M_2 + M_3 + M_4),$$

где M_1 — массовая доля фосфолипидов, %; M_2 — массовая доля влаги в летучих веществах, %; M_3 — массовая доля масла, %; M_4 — массовая доля веществ, нерастворимых в этиловом эфире, %.

Определение кислотного числа масла. Кислотное число масла, содержащегося в фосфатидном концентрате, определяют путем нейтрализации свободных жирных кислот раствором гидроксида натрия. Для извлечения масла фосфатидный концентрат обрабатывают ацетоном, затем ацетон отгоняют.

Техника определения — в стакан с палочкой отве- шивают около 6 г фосфатидного концентрата с погрешностью не более 0,01 г, добавляют 50 см³ ацетона, тщательно размина- ют палочкой и дают раствору отстояться в течение 15—20 мин. Раствор сливают через фильтр в колбу. Остаток фосфатидного концентрата в стакане еще трижды обрабатывают ацетоном, добавляя каждый раз по 50 см³. Затем в две конические колбы, одна из которых высушена до постоянной массы, вносят пипет- кой с помощью груши по 50 см³ фильтрата. Из колб отгоняют ацетон. После удаления ацетона предварительно высушенную колбу с маслом помещают в сушильный шкаф и доводят до постоянной массы при температуре 100—105 °С, определяют массу масла.

В другую колбу добавляют 50 см³ нейтрализованной спир- тоэфирной смеси 1:2, несколько капель фенолфталеина и тит- руют 0,01 н. раствором гидроксида натрия или калия до появ- ления розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с.

Кислотное число масла в фосфатидном концентрате выра- жают в мг КОН и вычисляют по формуле

$$K.ч. = \frac{VK \cdot 5,611}{m}$$

где V — объем 0,1 н. раствора гидроксида натрия или калия, пошедший на титрование, см³; K — поправочный коэффициент раствора гидроксида; 5,611 — титр 0,1 н. раствора гидроксида калия, мг/см³; m — масса масла в колбе после высушивания, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса колбы с маслом после высушива- ния	г
Масса пустой колбы	г
Масса масла	г
Объем 0,1 н. раствора гидроксида на- трия или калия, пошедший на титрование	см ³
Поправочный коэффициент раствора гидроксида	
Кислотное число масла в фосфатидном концентрате	мг КОН
Заключение	

Контрольные вопросы

1. Каковы органолептические показатели качества фосфатидных концент- ратов?
2. Как определяют цветное число фосфатидного концентрата? Какое зна- чение цветного числа должны иметь фосфатидные концентраты, применяемые при производстве хлеба и мучных кондитерских изделий?

сушильном шкафу при 100—105 °С до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 2 ч, последующие — через 1 ч.

Массовую долю масла выражают в процентах.

Запись в лабораторном журнале

Масса фосфатидного концентрата	г
Масса масла	г
Массовая доля масла	%
Заключение	

Определение массовой доли веществ, нерастворимых в этиловом эфире. Анализу подвергают обезжиренные фосфолипиды, остающиеся после выделения масла. Их обрабатывают этиловым эфиром, нерастворимый осадок высушивают и взвешивают.

Техника определения — в стакан, содержащий остаток фосфатидного концентрата после выделения масла, вносят 50 см³ этилового эфира. Перемешивают стеклянной палочкой и количественно переносят на фильтр, через который фильтровали ацетоновый раствор масла. Осадок на фильтре последовательно промывают сухим и влажным эфиром, содержащим 1% дистиллированной воды. Растворение фосфолипидов считают законченным при получении бесцветного фильтрата. Фильтр с осадком переносят в стаканчик и высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105 °С до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 1 ч, последующие — через 30 мин.

Массовую долю веществ, нерастворимых в этиловом эфире, выражают в процентах.

Запись в лабораторном журнале

Масса фосфатидного концентрата	г
Масса осадка с фильтром	г
Масса фильтра	г
Масса осадка	г
Массовая доля веществ, нерастворимых в этиловом эфире	%
Заклучение	

Определение массовой доли фосфолипидов. Массовую долю фосфолипидов выражают в процентах и определяют расчетным путем по формуле

$$M_1 = 100 - (M_2 + M_3 + M_4),$$

где M_1 — массовая доля фосфолипидов, %; M_2 — массовая доля влаги и летучих веществ, %; M_3 — массовая доля масла, %; M_4 — массовая доля веществ, нерастворимых в этиловом эфире, %.

Определение кислотного числа масла. Кислотное число масла, содержащегося в фосфатидном концентрате, определяют путем нейтрализации свободных жирных кислот раствором гидроксида натрия. Для извлечения масла фосфатидный концентрат обрабатывают ацетоном, затем ацетон отгоняют.

Техника определения — в стакан с палочкой отвешивают около 6 г фосфатидного концентрата с погрешностью не более 0,01 г, добавляют 50 см³ ацетона, тщательно разминают палочкой и дают раствору отстояться в течение 15—20 мин. Раствор сливают через фильтр в колбу. Остаток фосфатидного концентрата в стакане еще трижды обрабатывают ацетоном, добавляя каждый раз по 50 см³. Затем в две конические колбы, одна из которых высушена до постоянной массы, вносят пипеткой с помощью груши по 50 см³ фильтрата. Из колб отгоняют ацетон. После удаления ацетона предварительно высушенную колбу с маслом помещают в сушильный шкаф и доводят до постоянной массы при температуре 100—105 °С, определяют массу масла.

В другую колбу добавляют 50 см³ нейтрализованной спиртоэфирной смеси 1:2, несколько капель фенолфталеина и титруют 0,01 н. раствором гидроксида натрия или калия до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с.

Кислотное число масла в фосфатидном концентрате выражают в мг КОН и вычисляют по формуле

$$K.ч. = \frac{VK \cdot 5,611}{m}$$

где V — объем 0,1 н. раствора гидроксида натрия или калия, пошедший на титрование, см³; K — поправочный коэффициент раствора гидроксида; 5,611 — титр 0,1 н. раствора гидроксида калия, мг/см³; m — масса масла в колбе после высушивания, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса колбы с маслом после высушивания	г
Масса пустой колбы	г
Масса масла	г
Объем 0,1 н. раствора гидроксида натрия или калия, пошедший на титрование	см ³
Поправочный коэффициент раствора гидроксида	
Кислотное число масла в фосфатидном концентрате	мг КОН
Закключение	

Контрольные вопросы

1. Каковы органолептические показатели качества фосфатидных концентратов?

2. Как определяют цветное число фосфатидного концентрата? Какое значение цветного числа должны иметь фосфатидные концентраты, применяемые при производстве хлеба и мучных кондитерских изделий?

3. В чем заключается техника определения массовых долей масла, веществ, нерастворимых в этиловом эфире (подготовка пробы, порядок определения)?

4. Как определяют массовую долю фосфолипидов в фосфатидных концентратах?

5. Как проводят определение кислотного числа масла, содержащегося в фосфатидных концентратах?

РАБОТА 20. АНАЛИЗ КРАХМАЛА

В СССР крахмал получают в основном из картофеля и кукурузы и используют его как в натуральном виде, так и в виде продуктов его переработки. Нативный крахмал используется в кондитерской, мясоперерабатывающей, спиртовой, пищевоконцентратной и других отраслях пищевой промышленности. Основными производными крахмала являются патока и кристаллическая глюкоза, получаемые путем гидролиза составляющих крахмал полисахаридов: амилозы и амилопектина.

В настоящее время широкое использование в народном хозяйстве находят модифицированные крахмалы, свойства которых изменены в сравнении с нативным крахмалом в результате физического, химического, биологического воздействия.

Модифицированные крахмалы используют в качестве стабилизаторов структур, студнеобразователей, загустителей при производстве мороженого, кондитерских изделий и других пищевых продуктов.

Отбор проб для анализа проводят от отдельной партии крахмала. Из общей пробы методом квартования выделяют среднюю пробу массой 500 г.

Контроль качества сухого крахмала, включая и отбор проб, проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 7698—78. Этот стандарт распространяется на картофельный, кукурузный, амилопектиновый кукурузный и модифицированные крахмалы. Кукурузный крахмал вырабатывается двух сортов: высшего и I. Картофельный крахмал производят четырех сортов: «Экстра», высшего, I и II.

Основными органолептическими показателями, характеризующими качество крахмала, являются: внешний вид, цвет, запах, блеск. В зависимости от вида (картофельный, кукурузный) и сорта крахмала к нему предъявляются следующие требования.

Определение внешнего вида, цвета, запаха и блеска. По внешнему виду крахмал должен представлять однородный порошок.

Цвет кукурузного крахмала должен быть белым с желтоватым оттенком. Цвет картофельного крахмала различается по сортам. Для сортов «Экстра» и высший — белый с кристаллическим блеском; для I сорта — белый, для II — белый с сероватым оттенком.

Цвет крахмала зависит как от качества используемого сырья, так и от технологии переработки его. Длительное соприкосновение крахмала с соковой водой, применение при его производстве воды, не удовлетворяющей требованиям, предъявляемым к воде, используемой для технологических нужд, плохая очистка картофеля и другие причины способствуют потемнению крахмала. Запах для всех видов и сортов крахмала должен быть свойственный крахмалу, без постороннего.

Блеск крахмала в значительной мере зависит от величины крахмальных зерен, так как крупные крахмальные зерна лучше отражают свет и потому обладают более выраженным блеском. Однако решающая роль в придании необходимого блеска товарному крахмалу принадлежит режиму сушки сырого крахмала.

Техника определения — внешний вид и цвет крахмала определяют следующим образом: помещают часть средней пробы на стеклянную пластину размером 13×18 см, сверху прикрывают ее второй пластиной размером 10×15 см. Прижимают верхнюю пластину до образования гладкой поверхности пробы и определяют внешний вид и цвет крахмала при рассеянном ярком дневном свете.

Для определения запаха крахмала в фарфоровой чашке или стакане взвешивают 20 г крахмала, заливают теплой водой температурой 50°C, перемешивают пробу с водой и оставляют в покое. По истечении 30 с воду сливают и устанавливают запах сырого крахмала.

При органолептической оценке устанавливают наличие или отсутствие хруста в кулинарной пробе клейстера, приготовленного из анализируемого крахмала. Для этого навеску крахмала 12 г, взятую с погрешностью $\pm 0,01$ г, размешивают с 40 см³ холодной воды. Отдельно нагревают до кипения 160 см³ водопроводной воды и в нее вливают приготовленное крахмальное молоко. Кипятят полученный клейстер в течение 1 мин, охлаждают до комнатной температуры и проводят вкусовую пробу. Хруста не должно ощущаться.

По физико-химическим показателям к крахмалу в зависимости от вида и сорта предъявляются требования, изложенные в табл. 16.

Определение массовой доли влаги. Массовую долю влаги в крахмале определяют высушиванием навески до постоянной массы или ускоренным методом высушивания (см. работу 2). По полученным данным делают заключение.

Определение массовой доли золы. Крахмал, помимо чисто углеводной фракции, составляющей 96,1—97,6%, содержит минеральные вещества, представленные в основном фосфором в виде фосфорной кислоты. Наличие большинства из них объяс-

Таблица 16

Показатель	Норма для видов и сортов крахмала						
	Кукурузный			Картофельный			
	высшего	I	амилосе- пный	«Экст- ра»	высшего	I	II
Массовая доля влаги, %, не более	13	13	13	20	20	20	20
Массовая доля общей золы на сухие вещества, %, не более	0,20	0,30	0,20	0,30	0,35	0,50	1,0
Массовая доля золы, нерастворимой в 10%-ном растворе соляной кислоты, на сухие вещества, %, не более	0,04	0,06	—	0,03	0,05	0,10	0,30
Кислотность, см ³ (0,1 н. раствора гидроксида натрия на 100 г сухих веществ крахмала), не более	20	25	23	6,0	10,0	14,0	20,0
Массовая доля протеина на сухие вещества, %, не более	0,8	1,0	1,0	—	—	—	—
Количество крапин на 1 дм ² , не более	300	500	400	60	280	700	—
Массовая доля SO ₂ , %, не более	—	0,008	—	—	—	0,005	—
Примеси других видов крахмала	Не допускаются						

няется высокой адсорбционной способностью крахмала. Товарный крахмал может содержать также зольные элементы в виде песка (оксиды кремния). Поэтому при определении золы в крахмале различают общую золу и золу, нерастворимую в 10 %-ном растворе соляной кислоты.

Определение массовой доли общей золы. Сущность метода заключается в определении несгораемого остатка крахмала при сжигании его в муфельной печи.

Техника определения — в предварительно прокаленный до постоянной массы и взвешенный тигель помещают навеску крахмала массой около 10 г, взятой с погрешностью $\pm 0,0005$ г, и обугливают на электрической плитке. Во избежание вспучивания на поверхность крахмала наносят 5—7 капель растительного масла. Прокаливание ведут в муфельной печи при температуре 600—650 °С (темно-вишневое каление) до полного озоления навески крахмала. Далее тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Повторно прокаливают в муфельной печи в течение 30 мин, охлаждают и взвешивают. Озоление заканчивают, когда разница в массе между двумя последующими

взвешиваниями не будет превышать 0,0005 г. Расчет массовой доли общей золы в % на сухие вещества и форму записи в лабораторном журнале см. в работе № 4. По полученным данным делают заключение.

Определение массовой доли золы, нерастворимой в 10%-ном растворе соляной кислоты. Сущность метода заключается в обработке навески крахмала 10%-ным раствором соляной кислоты, фильтрации полученного раствора и определении массовой доли золы после сжигания осадка, нерастворимого в соляной кислоте, в муфельной печи.

Техника определения — навеску крахмала массой 20 г, взвешенной с погрешностью $\pm 0,01$ г, переносят количественно дистиллированной водой в коническую колбу вместимостью 300 см³. Общий объем воды в колбе для создания требуемой концентрации соляной кислоты должен составлять 155 см³. К суспензии приливают цилиндром 45 см³ соляной кислоты плотностью 1,19. Содержимое колбы тщательно перемешивают и помещают в кипящую водяную баню. В течение первых 3 минут суспензию перемешивают до полного растворения крахмала. Кипячение проводят в течение 30 мин, затем раствор фильтруют через беззольный фильтр. Осадок на фильтре промывают 5 раз дистиллированной водой с температурой 50—60°C.

Фильтр с осадком переносят в предварительно прокаленный и взвешенный тигель и проводят озоление в муфельной печи при температуре 600—650°C, доводя массу золы до постоянной.

Запись в лабораторном журнале и расчет массовой доли золы, нерастворимой в 10 %-ном растворе соляной кислоты, проводят так же, как при определении общей золы (см. работу 4).

Определение кислотности. Крахмал имеет кислую реакцию, обусловленную наличием фосфатов. При хранении в неблагоприятных условиях кислотность крахмала возрастает в результате жизнедеятельности микроорганизмов, продуцирующих различные органические кислоты. На величину кислотности влияет также серная кислота, применяемая при производстве кукурузного крахмала и иногда для отбеливания картофельного крахмала.

Кислотность крахмала выражается в градусах. Под градусами кислотности подразумевают количество см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия, необходимое для нейтрализации 100 г сухих веществ крахмала.

Техника определения — в коническую колбу вместимостью 250—300 см³ помещают 20 г исследуемого крахмала, отвешенного с погрешностью $\pm 0,01$ г, приливают мерным цилиндром 100 см³ дистиллированной воды, прибавляют 5—8 капель раствора фенолфталеина и титруют суспензию 0,1 н. ра-

створом гидроксида натрия до заметной розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин. Так как крахмал обладает способностью адсорбировать фенолфталеин, то перед концом титрования добавляют еще 5—6 капель раствора фенолфталеина. Параллельно оттитровывают в тех же условиях 100 см³ дистиллированной воды.

Предварительно определяют массовую долю влаги в исследуемом образце крахмала.

Кислотность крахмала X (в град) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) 100}{m(100 - W)}$$

где V_1 — количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, израсходованное на титрование основного опыта, см³; V_2 — количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, израсходованное на титрование 100 см³ дистиллированной воды, см³; m — масса навески крахмала, г; W — массовая доля влаги в крахмале, %.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора NaOH, израсходованное на титрование основного опыта (V_1)	см ³
Количество 0,1 н. раствора NaOH, израсходованное на титрование 100 см ³ дистиллированной воды (V_2)	см ³
Масса навески крахмала (m)	г
Массовая доля влаги в крахмале (W)	%
Кислотность крахмала на 100 г сухих веществ крахмала (X)	град
Закключение	

Определение количества крапин. Крапины — это темные включения, видимые невооруженным глазом на выровненной поверхности крахмала. Наличие их свидетельствует о загрязненности крахмала в процессе производства или при перевозках и хранении. Содержание крапин в крахмале является характеристикой его сорта: чем больше крапин, тем ниже сорт крахмала.

Сущность метода заключается в подсчете количества крапин на 1 дм² поверхности крахмала.

Техника определения — навеску крахмала массой 50 г, взвешенной с погрешностью $\pm 0,01$ г, тщательно перемешивают, насыпают на лист бумаги или стекло. На поверхность крахмала кладут стеклянную пластинку, на которой нанесены контуры прямоугольника размером 5×2 см, т. е. площадью 0,1 дм² с разбивкой на клетки 1×1 см. Крахмал слегка прижимают стеклом и считают крапины на всей очерченной площади. Крахмал перемешивают и повторяют подсчет крапин не менее 5 раз. Из полученных результатов вычисляют среднее арифметическое и, увеличив его в 10 раз, получают количество крапин на 1 дм².

Определение массовой доли диоксида серы. В процессе про-

изводства кукурузного крахмала для замачивания зерна кукурузы используют слабый раствор сернистой кислоты.

Сернистая кислота переводит часть нерастворимых белков в растворимые, улучшает процесс диффузии, превращая полупроницаемые оболочки зерна в проницаемые, создает антисептические условия замачивания.

Диоксид серы летуч, поэтому основная его часть улетучивается на последующих стадиях производства товарного крахмала.

Остаточное содержание сернистой кислоты в сухом кукурузном крахмале определяют методом окисления сернистой кислоты раствором йода при титровании фильтрата крахмальной суспензии. Химизм метода и расчет содержания массовой доли SO_2 в продукте приведен в работе 23.

Техника определения — навеску крахмала массой 50 г, взятую с погрешностью $\pm 0,01$ г, помещают в коническую колбу вместимостью 300 см³ и приливают мерной колбой 200 см³ дистиллированной воды. Содержимое колбы тщательно перемешивают в течение 15 мин (колба должна быть закрыта пробкой). Суспензию фильтруют и отбирают пипеткой 50 см³ фильтрата в коническую колбу вместимостью 100 см³. Добавив в реакционную колбу 3—5 капель индикатора, раствора крахмала и столько же раствора соляной кислоты разведением 1:5, оттитровывают сернистую кислоту 0,02 н. раствором йода до заметного синего окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,02 н. раствора йода, израсходованное на окисление SO_2 , содержащегося в фильтрате	см ³
Масса навески крахмала	г
Количество диоксида серы, соответствующее 1 см ³ 0,02 н. раствора йода	0,64 мг
Массовая доля SO_2 в крахмале	%
Заключение	

Определение примеси других видов крахмала. Крахмальные зерна могут иметь овальную, сферическую или неправильную форму. Их размеры колеблются в значительных пределах от 2 до 150 мкм.

Наиболее крупные крахмальные зерна у картофеля, а самые мелкие — у риса и гречихи.

Характерная форма и размеры крахмальных зерен дают возможность легко различить их под микроскопом, что используется для обнаружения примеси одного продукта к другому, например кукурузной или овсяной муки к пшеничной. Сравнивая исследуемый образец с рисунками или микрофотографиями различных видов крахмала, принятыми за эталон, легко определить природу крахмала и обнаружить примеси других видов крахмала.

Таким образом, сущность метода заключается в микроскопировании части средней пробы исследуемого крахмала.

Техника определения — готовят разбавленную суспензию крахмала на дистиллированной воде, нанося 2—3 капли на предметное стекло, накрывают покровным стеклом и рассматривают под микроскопом. Форма крахмальных зерен должна соответствовать форме вида крахмала данной партии.

Более четкую картину препаратов крахмала под микроскопом можно достигнуть окрашиванием их раствором Люголя.

Исследуемый образец рассматривается как нестандартный при наличии в нем зерен других видов крахмала.

Запись в лабораторном журнале

Зарисовка исследуемых образцов крахмала

Заключение

Контрольные вопросы

1. По каким показателям проводят органолептическую оценку товарного крахмала?
2. По каким физико-химическим показателям определяют качество картофельного и кукурузного крахмала?
3. Каким методом определяют зольность крахмала и каково значение этого показателя?
4. Какие вещества обуславливают кислотность крахмала и каким методом ее определяют?
5. Какие показатели качества характеризуют сорт крахмала?
6. Какова сущность метода определения сернистой кислоты в кукурузном крахмале?
7. Как можно определить природу анализируемого крахмала?

РАБОТА 21. АНАЛИЗ КРАХМАЛЬНОЙ ПАТОКИ

Крахмальная патока представляет собой вязкую, сладкую, бесцветную или слабо-желтую жидкость, получаемую путем осахаривания (гидролиза) картофельного или кукурузного крахмала. Гидролиз проводят разбавленными минеральными кислотами (соляной или серной) или ферментами (α -, β -амилазой и глюкоамилазой) зернового, грибного или бактериального происхождения. Некоторые виды патоки получают комбинацией кислотного и ферментативного гидролиза.

Основную массу патоки получают путем кислотного гидролиза крахмала при температуре 100—150°C. Процесс начинается с растворения крахмала за счет нарушения его микроструктурной структуры, ослабления и нарушения связей между отдельными макромолекулами, но без разрыва главных валентностей. При дальнейшем воздействии кислоты разрываются глюкозидные связи, и по месту их разрыва присоединяется молекула во-

ды. В результате разрыва всех глюкозидных связей образуется глюкоза.

Химизм полного кислотного гидролиза выражается уравнением (без учета промежуточных продуктов):



В качестве промежуточных продуктов гидролиза образуются декстрины различной молекулярной массы. Продукт неполного гидролиза крахмала, полученный путем очистки и уваривания крахмального гидролизата до концентрации сухих веществ около 80 %, называется *патокой*. Она представляет собой смесь растворимых в воде декстринов, мальтозы и глюкозы.

В зависимости от глубины гидролиза крахмала в СССР вырабатываются три вида крахмальной патоки: карамельная (К), низкосахаренная (КН) и глюкозная высокосахаренная (ГВ). Карамельная патока выпускается двух сортов: высшего (КВ) и I (КИ). Все эти виды и сорта патоки различаются по содержанию декстринов и редуцирующих сахаров (условно рассчитываемых на глюкозу). В высшем и I сортах карамельной патоки с общим количеством редуцирующих веществ 38—44 % содержится 19—21 % глюкозы, 18—20 % мальтозы и 55—60 % декстринов.

Применение определенного вида патоки для тех или иных целей обусловлено ее химическим составом и свойствами основных компонентов. Декстрины, обладая высокой вязкостью, выполняют роль антикристаллизатора сахарозы (чем выше вязкость растворов, тем ниже скорость кристаллизации). Это свойство декстринов используется при производстве карамели, которая представляет сахаропаточный раствор, уваренный до влажности не более 3%. Редуцирующие сахара патоки также тормозят кристаллизацию сахарозы в карамельной массе за счет повышения содержания сухих веществ и снижения растворимости сахарозы, но свойство антикристаллизатора у них выражено значительно слабее, чем у декстринов. Кроме того, глюкоза и мальтоза (особенно после прогревания) становятся гигроскопичными. Следовательно, повышение содержания редуцирующих сахаров в патоке приводит к уменьшению ее антикристаллизационных свойств за счет снижения количества декстринов и обуславливает получение карамели с высокой гигроскопичностью. При хранении карамель поглощает влагу из окружающего воздуха, становится липкой, мутной и теряет свои качества.

В последние годы в нашей стране стали вырабатывать карамельную низкосахаренную патоку (КН) с массовой долей редуцирующих веществ 30—34% (19,5—21,5% мальтозы и 11—12,5% глюкозы) и 66—69,5% декстринов, являющуюся лучшим антикристаллизатором и позволяющую получать малогигроскопичную карамель.

Для использования в качестве сахаристого продукта, содержащего в основном мальтозу и глюкозу, получают высокоосахаренную патоку (ГВ), в состав которой входит обычно 45—60% 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 находит широкое применение в изготовлении варенья, джемов, фруктовых сиропов, повидла, желе, при консервировании плодов и ягод, предотвращая их засахаривание при хранении. Использование этой патоки в хлебопечении и при выработке мучных кондитерских изделий способствует удлинению срока их хранения за счет повышения влагоудерживающей способности и замедления процесса черствения. Применение патоки ГВ в производстве помадных конфет улучшает их вкусовые достоинства и повышает стойкость против высыхания.

Согласно ГОСТ 5194—68 качество крахмальной патоки должно удовлетворять следующим требованиям (табл. 17).

Приготовление основного раствора патоки. Патока представляет собой очень вязкий продукт, непосредственный анализ которого по некоторым показателям качества практически невозможен. Поэтому для определения массовой доли редуцирующих сахаров, кислотности и других показателей качества патоки готовят 20%-ный раствор и называют его основным раствором патоки.

Техника определения — в предварительно взвешенном стаканчике отвешивают 50 г патоки с погрешностью $\pm 0,01$ г. Навеску смывают горячей дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 250 см³. После охлаждения до 20°C колбу доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Определение массовой доли сухих веществ. ГОСТом предусмотрено определение этого показателя рефрактометром типа РПЛ-3 (рефрактометр пищевой лабораторный) и рефрактометром типа РПЛ-2 (рефрактометр прецизионный лабораторный).

Определение на рефрактометре РПЛ-3. На нем можно определить показатель рефракции в концентрированных растворах с относительно высоким коэффициентом преломления (до 1,540), поэтому сухие вещества определяют без предварительного разведения патоки водой.

Техника определения — 1—2 капли патоки наносят

* Сумма показателей редуцирующих сахаров и декстринов получается менее 100% в связи с тем, что редуцирующие сахара условно рассчитываются на глюкозу, и поэтому почти половина мальтозы не учитывается.

Таблица 17

Показатель	Характеристика и нормы для патоки			
	карамель- ной низ- косахар- ной (КН)	карамельной		глюкоз- ной высо- косахар- ной (ГВ)
		высшего сорта (КВ)	I сорта (К1)	
Прозрачность	Прозрачная. Допускается небольшая опалесценция. Леденец, получаемый при варке карамельной пробы, должен быть прозрачным			
Вкус и запах	Свойственные патоке, без посторонних привкуса и запаха			
Массовая доля сухих веществ, %, не менее	78,0	78,0	78,0	78,0
Массовая доля редуцирующих веществ, %, в пересчете на сухие вещества	30—34	38—42	34—44	44—60
Массовая доля золы в пересчете на сухие вещества, %, не более	0,4	0,4	0,45	0,55
Кислотность патоки, см ³ 0,1 н. раствора NaOH в пересчете на сухие вещества, не более:				
картофельной	25	25	27	—
кукурузной	12	12	15	—
pH патоки, не ниже:				
картофельной	4,6	4,6	4,6	—
кукурузной	4,6	4,6	4,6	—
Температура карамельной пробы, °C	155	145	140	—
Цветность по номеру эталона, не более	—	1	2	—

Примечания: 1. В патоке не допускается наличие тяжелых металлов и мышьяка, свободных минеральных кислот и механических примесей. 2. Для патоки с массовой долей редуцирующих веществ в пределах 30—37 % допускается некоторое побеление вследствие выпадения декстринов. 3. Отсутствие тяжелых металлов гарантируется предприятием-изготовителем и определяется по требованию потребителя.

на призму рефрактометра и отсчитывают по шкале содержание сухих веществ. В связи с тем что шкала сухих веществ рефрактометра проградуирована по растворам сахарозы, а в состав сухих веществ патоки входят глюкоза, мальтоза и различные декстрины, растворы которых имеют несколько отличные от соответствующих растворов сахарозы показатели преломления, для получения правильных данных о массовой доле сухих веществ патоки необходимо внести корректив. Полученный на рефрактометре результат следует умножить на коэффициент пересчета. Этот коэффициент непостоянен и зависит от соотношения сахаров и декстринов в патоке, которое характеризуется массовой долей редуцирующих веществ в ней.

Для определения коэффициента пересчета проводят поляризацию основного раствора патоки на сахариметре в трубке длиной 100 мм. По результатам отсчета на шкале сахариметра в табл. 18 находят значение коэффициента пересчета.

Запись в лабораторном журнале

Показания рефрактометра при температуре °C (A)	%
Поправка на температуру (B)	%
Показания рефрактометра при 20 °C ($A \pm B$)	%
Коэффициент пересчета (K)	
Массовая доля сухих веществ в патоке $[(A \pm B)K]$	%
Заключение	

Определение на рефрактометре РПЛ-2. ГОСТом предусмотрено определение на этом приборе массовой доли сухих веществ в низкосахаренной патоке, а также в патоке с массовой долей сухих веществ 83% и выше с предварительным разведением ее водой.

Техника определения — взвешивают бюксу со стеклянной палочкой и крышкой (палочка должна быть такого размера, чтобы бюкса закрывалась крышкой), помещают в нее 4—6 г патоки и снова взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г. В бюксу с патокой цилиндром или градуированной пипеткой вносят дистиллированную воду в количестве, несколько превышающем (на 2—3 см³) удвоенное количество взятой пробы. Патоку растворяют в открытой бюксе на водяной бане при температуре не выше 70 °C. Затем бюксу с раствором охлаждают, закрывают крышкой, тщательно вытирают снаружи фильтровальной бумагой. Взвешивают бюксу с раствором, палочкой и крышкой.

2—3 капли раствора наносят на призму рефрактометра и отсчитывают показания по шкале прибора при 20 °C. Если температура отличается от 20 °C, то по соответствующей таблице находят поправку, которую прибавляют или вычитают из показаний рефрактометра. По полученному отсчету в таблице, приложенной к рефрактометру, находят массовую долю сухих веществ в растворе патоки. Для определения видимого содержания сухих веществ в патоке умножают массовую долю сухих веществ в растворе патоки на разведение патоки (отношение массы раствора патоки к массе патоки). Полученное значение умножают на коэффициент пересчета для определения величины истинного содержания сухих веществ в патоке. Этот коэффициент можно найти в табл. 18 по показанию сахариметра при поляризации основного раствора патоки, а также по массовой доле редуцирующих сахаров в ней (в случае определения их йодометрическим методом).

Коэффициенты преломления при рефрактометрическом определении сухих веществ патока по показанным сахарметром при поляризации основного рисунка патока

Р-Отсчет по саха- рметру	Дистанция в мм градус									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
55	0,9820	0,9819	0,9818	0,9617	0,9816	0,9815	0,9814	0,9813	0,9812	0,9811
56	0,9810	0,9809	0,9807	0,9806	0,9805	0,9804	0,9803	0,9802	0,9801	0,9800
57	0,9799	0,9798	0,9797	0,9796	0,9795	0,9794	0,9793	0,9792	0,9791	0,9790
58	0,9789	0,9788	0,9787	0,9786	0,9785	0,9784	0,9783	0,9782	0,9780	0,9779
59	0,9778	0,9777	0,9776	0,9775	0,9774	0,9773	0,9772	0,9771	0,9770	0,9769
60	0,9768	0,9767	0,9766	0,9765	0,9764	0,9763	0,9762	0,9761	0,9760	0,9759
61	0,9758	0,9757	0,9755	0,9754	0,9753	0,9752	0,9751	0,9750	0,9749	0,9748
62	0,9747	0,9746	0,9745	0,9744	0,9743	0,9742	0,9741	0,9740	0,9739	0,9738
63	0,9737	0,9736	0,9735	0,9734	0,9733	0,9732	0,9731	0,9729	0,9728	0,9727
64	0,9726	0,9725	0,9724	0,9723	0,9722	0,9721	0,9720	0,9719	0,9718	0,9717
65	0,9716	0,9715	0,9714	0,9713	0,9712	0,9711	0,9710	0,9709	0,9708	0,9707
66	0,9706	0,9705	0,9703	0,9702	0,9701	0,9700	0,9699	0,9698	0,9697	0,9696
67	0,9695	0,9694	0,9693	0,9692	0,9691	0,9690	0,9689	0,9688	0,9687	0,9686
68	0,9685	0,9684	0,9683	0,9682	0,9681	0,9680	0,9679	0,9678	0,9677	0,9676
69	0,9675	0,9673	0,9672	0,9671	0,9670	0,9669	0,9668	0,9667	0,9666	0,9665
70	0,9664	0,9663	0,9662	0,9661	0,9660	0,9659	0,9658	0,9657	0,9656	0,9655
71	0,9654	0,9653	0,9652	0,9650	0,9649	0,9648	0,9647	0,9646	0,9645	0,9644
72	0,9643	0,9642	0,9641	0,9640	0,9639	0,9638	0,9637	0,9636	0,9635	0,9634
73	0,9633	0,9632	0,9631	0,9630	0,9629	0,9628	0,9627	0,9625	0,9624	0,9623
74	0,9622	0,9621	0,9620	0,9619	0,9618	0,9617	0,9616	0,9615	0,9614	0,9613
75	0,9612	0,9611	0,9610	0,9609	0,9608	0,9607	0,9606	0,9605	0,9604	0,9603
76	0,9602	0,9601	0,9599	0,9598	0,9597	0,9596	0,9595	0,9594	0,9593	0,9592
77	0,9591	0,9590	0,9589	0,9588	0,9587	0,9586	0,9585	0,9584	0,9583	0,9582
78	0,9581	0,9580	0,9579	0,9578	0,9577	0,9576	0,9575	0,9574	0,9572	0,9571
79	0,9570	0,9569	0,9568	0,9567	0,9566	0,9565	0,9564	0,9563	0,9562	0,9561
80	0,9560	0,9559	0,9558	0,9557	0,9556	0,9555	0,9554	0,9553	0,9552	0,9551
81	0,9550	0,9549	0,9548	0,9546	0,9545	0,9544	0,9543	0,9542	0,9541	0,9540
82	0,9539	0,9538	0,9537	0,9536	0,9535	0,9534	0,9533	0,9532	0,9531	0,9530
83	0,9529	0,9528	0,9527	0,9526	0,9525	0,9524	0,9523	0,9521	0,9520	0,9519
84	0,9518	0,9517	0,9516	0,9515	0,9514	0,9513	0,9512	0,9511	0,9510	0,9509

Массовая доля
редуцирующих
веществ, %

Коэффициент
пересчета

30—34	0.9608
35—44	0.9661
45—50	0.9720
51—55	0.9760
56—60	0.9798

Массовую долю сухих веществ C (в %) рассчитывают по формуле:

$$C = C_p \frac{M}{m} K,$$

где C_p — массовая доля сухих веществ в растворе патоки, %; M — масса раствора патоки, г; m — масса патоки, г; K — коэффициент пересчета.

Запись в лабораторном журнале

Масса бюксы (m_1)	г
Масса бюксы с патокой (m_2)	г
Масса патоки ($m = m_2 - m_1$)	г
Масса бюксы с раствором патоки (m_3)	г
Масса раствора патоки ($M = m_3 - m_1$)	г
Разведение патоки (M/m)	
Показание рефрактометра при "С, (А)	Деление шкалы
Поправка на температуру (В)	Деление шкалы
Показание рефрактометра при 20 °С ($A \pm B$)	Деление шкалы
Массовая доля сухих веществ в растворе патоки (по табл. 18) (C_p)	%
Коэффициент пересчета (К)	
Массовая доля сухих веществ в патоке (С)	%
Заключение	

Определение массовой доли редуцирующих веществ. От массовой доли редуцирующих веществ патоки зависят ее антикристаллизационные свойства и гигроскопичность. Определить фактическое содержание каждого отдельного редуцирующего сахара в патоке и их сумму весьма затруднительно, поэтому массовую долю редуцирующих веществ выражают в условном пересчете на глюкозу.

ГОСТ 5194—68 предусматривает два метода для определения массовой доли редуцирующих веществ в патоке: поляриметрический и йодометрический.

Определение поляриметрическим методом. Техника определения — основной раствор поляризуют в трубке длиной 100 см³ в сахариметре. Отсчет по шкале сахариметра проводят 3—4 раза и берут среднеарифметическое. Пока-

зание сахариметра P_x (в град) пересчитывают на сухие вещества потоки по формуле

$$P_x = \frac{P_0 \cdot 100}{A}$$

где P_0 — отсчет по шкале сахариметра, град; A — массовая доля влаги в потоке, %.

По величине P_x в табл. 19 находят массовую долю редуцирующих веществ в процентах в пересчете на сухие вещества потоки.

Таблица 19

Полиризация P_x , град сахариметра в пересчете на сухие вещества	Массовая доля редуцирующих веществ, % на сухие вещества									
	Десятые доли градуса сахариметра									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
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
72	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	45,15
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	42,89	42,79	42,68	42,58	42,48	42,37	42,27	42,17	42,06
85	41,96	41,86	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	32,89	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

Запись в лабораторном журнале

Отсчет по шкале сахариметра (среднеарифметическое) (P_0)	град
Массовая доля сухих веществ в патоке (A)	%
Показание сахариметра в пересчете на сухие вещества патоки (P_1)	град
Массовая доля редуцирующих веществ в патоке (по табл. 19)	%
Заключение	

Определение йодометрическим методом (Вильштеттера и Шудля). Метод основан на том, что йод в щелочной орде количественно окисляет альдосахара в соответствующие одноосновные кислоты, 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, оттитровывают тиосульфатом натрия:



Техника определения — в мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 10 см³ основного раствора патоки, доливают до метки дистиллированной водой и перемешивают. Из полученного раствора берут пипеткой 10 см³, помещают в коническую колбу вместимостью 250—400 см³, вносят пипеткой 25 см³ 0,1 н. раствора йода и из бюретки медленно (по каплям) приливают 30 см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия. Содержимое колбы хорошо перемешивают, закрывают пробкой или часовым стеклом и оставляют на 15—20 мин в темном месте. Затем прибавляют 4,5—5 см³ 1 н. раствора H₂SO₄, титруют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия до светло-желтого окрашивания, после чего добавляют 1 см³ 1 %-ного раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания.

Параллельно ставят контрольную пробу. В коническую колбу пипеткой вносят 10 см³ дистиллированной воды, 25 см³ 0,1 н. раствора йода, из бюретки приливают 30 см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия, оставляют на 15—20 мин, подкисляют 4,5—5 см³ 1 н. раствора H₂SO₄ и титруют тиосульфатом натрия в присутствии крахмального раствора.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,5 %.

Массовая доля редуцирующих веществ определяется по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) K \cdot 0,009 \cdot 100 \cdot 100}{M(100 - W)},$$

где X — массовая доля редуцирующих веществ в патоке в пересчете на сухие вещества, %; V — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее

на титрование 25 см³ 0,1 н. раствора йода (контрольный опыт), см³; V_1 — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование остатка йода после взаимодействия с редуцирующими веществами патоки, см³; K — поправочный коэффициент 0,1 н. раствора тиосульфата натрия; 0,009 — количество глюкозы, соответствующее 1 см³ 0,1 н. раствора йода или 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, г; M — масса патоки, взятая для определения редуцирующих веществ, г; W — массовая доля влаги в патоке, %.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование 25 см³ 0,1 н. раствора йода (контрольная проба) (V) см³

Количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование остатка йода после взаимодействия с редуцирующими веществами патоки (V_1) см³

Количество 0,1 н. раствора йода, вступившее во взаимодействие с редуцирующими веществами патоки (K — поправочный коэффициент 0,1 н. раствора тиосульфата натрия) [$(V - V_1)K$] см³

Масса патоки, взятая для определения редуцирующих веществ (в 10 см³ разбавленного раствора) (M) г

Количество глюкозы в M г патоки [$(V - V_1)K \cdot 0,009$] г

Массовая доля глюкозы в патоке при ее фактической %

массовой доле влаги
$$\left[\frac{(V - V_1) \cdot 0,009 \cdot 100}{M} \right]$$

Массовая доля влаги (W) %

Массовая доля глюкозы в пересчете на сухие вещества %

патоки (X)

Заклчение

Определение температуры карамельной пробм. Температуру карамельной пробы определяют для карамельной и низкоосахаренной патоки.

Техника определения для карамельной патоки — в медный таз диаметром около 12 см и высотой около 3 см наливают приблизительно 100 см³ патоки, что соответствует массе 140—150 г, и нагревают на электрической плитке. Интенсивность нагрева регулируют таким образом, чтобы продолжительность варки от начала кипения до достижения необходимой температуры была не менее 20 мин для патоки с массовой долей сухих веществ 81,6% и не менее 25 мин для патоки с массовой долей сухих веществ 78,0%.

Вначале патока кипит спокойно, но по мере удаления воды мелкие пузырьки сменяются более крупными. Когда появляются большие пузыри, патоку начинают перемешивать термометром и наблюдают за изменением окраски патоки. Если появляются темные пятна и прожилки, фиксируют температуру и считают, что патока выдержала пробу только до этой температуры. Если цвет патоки не изменяется, то продолжают ее нагревать до температуры, установленной для данного вида патоки. Затем содержимое тазика выливают на мраморную или керамическую плит-

ку или на лист белой жести и после охлаждения определяют качество леденца.

Окраска леденца может несколько отличаться от окраски исходной патоки, леденец должен быть прозрачным, без темных прожилок и пятен.

Техника определения для низкоосахаренной патоки — в медный таз вносят 100 г сахарного песка, приливают 25 см³ воды и нагревают на электрической плитке до полного растворения сахара, после чего туда добавляют 50 г патоки. Смесь перемешивают термометром до получения однородной массы, продолжая нагревать до 150°C. Массу перемешивают и наблюдают за изменением окраски. При достижении в массе температуры 155°C содержимое выливают на мраморную или керамическую плиту или на лист белой жести.

Требования к внешнему виду леденца такие же, как и для леденца, полученного из карамельной патоки.

Определение цветности патоки. Определяют цветность патоки сравнением ее с типовыми образцами (эталоны), приготовленными растворением органической краски (метаниловая желтая АТ 250). Готовят основной раствор краски, взвешивая навеску массой 0,2 г с погрешностью $\pm 0,0002$ г и перенося ее количественно в мерную колбу вместимостью 1 дм³. Объем колбы доводят дистиллированной водой до метки.

Далее готовят эталоны краски.

Для эталона I — 3 см³ основного раствора краски доводят дистиллированной водой до объема 200 см³ и перемешивают.

Для эталона II — 6 см³ основного раствора краски доводят дистиллированной водой до объема 200 см³ и перемешивают.

Сравнивают патоку с эталонами в стаканах из бесцветного стекла невооруженным глазом при дневном свете на фоне белой бумаги.

Патоку, оказавшуюся менее или одинаково окрашенной с эталоном I, относят к высшему сорту. Патоку, оказавшуюся более окрашенной, чем эталон I, или одинаковой степени окраски с эталоном II, относят к I сорту.

Определение массовой доли золы. Состав золы в патоке зависит как от природы и качества перерабатываемого крахмала, так и от кислоты, которой проводился гидролиз. Так, при выработке патоки с серной кислотой зола больше всего содержит P₂O₅ (до 30%), СаО (до 20%) и SO₂ (до 15%).

Техника определения — 10 г патоки взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г в предварительно прокаленном до постоянной массы тигле (диаметром 4,5—5,5 см, высотой 6—7 см) и осторожно озоляют сначала на слабом (во избежание выбрасывания содержимого при вспучивании), а затем на постепенно усиливающемся открытом огне. Когда большая часть патоки

озолена, тигель охлаждают и приливают туда 1—2 см³ горячей дистиллированной воды. Воду выпаривают на водяной бане и тигель вновь прокаливают до полного озоления. Затем его охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Взвешивают через каждые 30 мин прокаливания, пока разница между двумя последующими взвешиваниями не будет превышать 0,005 г.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустого тигля (m_1)	г
Масса тигля с патокой (m_2)	г
Масса патоки ($m_2 - m_1$)	г
Масса тигля с золой (последнее прокаливание) (m_3)	г
Масса золы ($m_3 - m_1$)	г
Массовая доля золы в патоке при ее фактической массовой доле влаги ($\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100$)	%
Массовая доля сухих веществ (С)	%
Массовая доля золы в пересчете на сухие вещества патоки (З)	%
Заключение	

Определение кислотности. Кислотность патоки обуславливается наличием в ней кислых фосфатов, перешедших из крахмала в патоку, возможным остатком минеральной кислоты, применявшейся при гидролизе крахмала (в нестандартной патоке), а также кислотами, которые образуются при хранении за счет развития кислотообразующих бактерий. Этот показатель выражается в градусах кислотности патоки, под которым подразумевают количество см³ 0,1 н. раствора гидроксида натрия (или калия), необходимого для нейтрализации 100 г сухих веществ патоки при индикаторе фенолфталеине.

Кислотность патоки оказывает влияние на качество готовой карамели, которую получают увариванием раствора сахара и патоки. Известно, что при повышенной температуре и в кислой среде сахароза гидролизуетсся с образованием глюкозы и фруктозы. Эта реакция при определенных условиях протекает при получении карамели, так как конечная температура уваривания карамельной массы 140—145 °С. Использование патоки с высокой кислотностью создает кислую реакцию среды, необходимую для инверсии сахарозы. Образование инвертного сахара крайне нежелательно, ибо увеличивается содержание редуцирующих сахаров в готовом продукте. Кроме того, образующаяся фруктоза как самый гигроскопичный сахар повышает гигроскопичность карамели, которая при хранении начинает поглощать влагу из окружающего воздуха и намокает.

Техника определения — из основного раствора патоки отбирают пипеткой 100 см³, помещают в коническую колбу,

прибавляют 3—5 капель фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором гидроксида натрия до ясно заметной розовой окраски. Результат пересчитывают на 100 г сухих веществ патоки.

Кислотность патоки X (в град) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{V \cdot 100 \cdot 100}{mC}$$

где V — количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия или калия, пошедшее на титрование, см³; m — масса патоки, содержащаяся в 100 см³ основного раствора, г; C — массовая доля сухих веществ патоки, %.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование 100 см³ основного раствора патоки (V) см³

Масса патоки, содержащаяся в 100 см³ основного раствора (m) г

Количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование 100 г патоки при ее фактиче-

ской массовой доле влаги $\left(\frac{V}{m} \cdot 100 \right)$

Массовая доля сухих веществ патоки (C) %

Количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование 100 г сухих веществ патоки (кислотность) (X) град

Заключение

Определение активной кислотности (рН). Определение проводят на потенциометре любой марки, используя основной раствор патоки. Основной раствор наливают в стаканчик вместимостью 100—150 см³, устанавливают на столик прибора, погружают электроды в раствор. Если необходимо, корректируют температуру и снимают показание прибора.

Определение свободных минеральных кислот. В патоке не должны присутствовать свободные минеральные кислоты. Они могут появиться в ней только при неправильном технологическом процессе получения патоки, а именно при неполной нейтрализации серной или соляной кислот после их применения в качестве катализаторов при гидролизе крахмала.

Техника определения — 2—4 см³ основного раствора патоки помещают в фарфоровую чашку, в нее добавляют 2—3 капли индикатора метилового оранжевого и легким вращательным движением индикатор перемешивают с раствором патоки. Переход оранжевой окраски смеси в розовую указывает на присутствие свободных минеральных кислот.

Определение наличия мышьяка. Присутствие мышьяка в патоке ГОСТом не допускается. Его наличие фиксируют по изменению окраски полоски фильтровальной бумаги, пропитанной спиртовым раствором бромной ртути. Присутствие даже очень малых

количества гидроксида мышьяка (мышьяковистого водорода) окрашивает бромно-ртутную бумажку в желтый цвет. Мышьяковистый водород образуется при восстановлении мышьяковистых соединений водородом, который выделяется при реакции серной кислоты с цинком.

Техника определения — используется прибор, состоящий из колбы вместимостью 200 см³, которая плотно закрывается насадкой, имеющей вид трубки, открытой с двух сторон. Внутрь насадки сверху вставляют трубку с полоской бромно-ртутной бумажки. В колбу вносят около 10 г патоки и 25 см³ раствора серной кислоты (разведение 1 : 4). Содержимое колбы хорошо перемешивают и охлаждают, добавляют 0,2 г хлорида олова и 2 г металлического цинка, закрывают насадкой, в которой находится вата, обработанная уксусом (5%-ным раствором), и трубкой с бромно-ртутной бумажкой. Прибор ставят в темное место. Если через час при интенсивном выделении водорода (пузырьков) окраска бромно-ртутной бумажки не изменится, то считают, что мышьяк не обнаружен.

Контрольные вопросы

1. Что представляет собой крахмальная патока и для каких целей она применяется?
2. Какие виды и сорта патоки вырабатываются в СССР в настоящее время?
3. Каков состав патоки?
4. Какое влияние оказывают декстрины и редуцирующие вещества патоки на качество готовой продукции?
5. По каким показателям проверяется качество патоки?
6. Какие методы рекомендует ГОСТ для определения массовой доли сухих веществ в патоке?
7. Какими методами определяется массовая доля редуцирующих веществ в патоке? На какой сахар принято условно рассчитывать этот показатель?
8. В чем заключается сущность йодометрического метода определения массовой доли редуцирующих веществ?
9. Какое значение имеет показатель кислотности патоки и в каких единицах он выражается?
10. Каким требованиям должна удовлетворять патока по ГОСТу в зависимости от вида и сорта?
11. Как определяется цветность патоки?
12. Как проверить патоку на отсутствие в ней мышьяка?
13. Как определяют температуру карамельной пробы и содержание свободных минеральных кислот?

РАБОТА 22. АНАЛИЗ САХАРА

Сахар является основным видом сырья для целого ряда отраслей пищевой промышленности. Его выпускают в двух видах: сахар-песок и сахар-рафинад. Сырьем для производства сахара-песка является сахарная свекла или сахар-сырец, а для сахара-рафинада — сахар-песок или сахар-сырец.

Сахар-песок — сыпучий продукт сладкого вкуса, состоящий из однородных кристаллов с ясно выраженными гранями. Сахар-рафинад представляет собой дополнительно очищенный (рафинированный) сахар, который в зависимости от способа выработки делят на прессованный, литой, рафинированный сахарный песок и рафинадную пудру. По химическому составу сахар-песок и сахар-рафинад представляют собой практически чистую сахарозу ($C_{12}H_{22}O_{11}$).

Сахароза является дисахаридом и состоит из глюкозы и фруктозы, она малогигроскопична, начинает поглощать влагу из окружающей среды лишь при относительной влажности воздуха более 90%.

Сахароза хорошо растворяется в воде, причем с увеличением температуры с 20 до 100 °С ее растворимость возрастает почти в 2,5 раза. При растворении сахарозы образуются гидраты, вследствие чего наблюдается изменение объема раствора. В растворах этот сахар оптически активен: вращает плоскость поляризации вправо, удельное вращение водных растворов сахарозы +66,5. Это свойство широко используется для определения содержания сахара в продуктах. При нагревании растворы сахарозы, особенно повышенной концентрации, темнеют вследствие ее разложения на монозы и образования продуктов конденсации. В связи с отрицательным влиянием продуктов глубокого разложения сахарозы на цвет пищевых продуктов, прежде всего изделий кондитерской промышленности, при их получении стремятся снизить температуру нагрева за счет использования вакуума, сократить продолжительность процесса путем внедрения более совершенного оборудования, поддерживают нейтральную или слабокислую среду.

Сахароза не является редуцирующим сахаром, однако она может подвергаться кислотному (под действием повышенной температуры в кислой среде) или ферментативному (под действием β -фруктофуранозидазы) гидролизу с образованием глюкозы и фруктозы, так называемого инвертного сахара, который обладает восстанавливающей способностью. Эта реакция лежит в основе количественных методов определения содержания сахарозы в хлебобулочных и кондитерских изделиях.

По органолептическим показателям согласно ГОСТ 22—78 и ГОСТ 21—78 сахар-рафинад и сахар-песок должны иметь сладкий вкус без посторонних привкусов и запахов, белый цвет, причем у сахара-рафинада допускается слегка голубоватый оттенок. Они должны полностью растворяться в воде без посторонних включений, растворы должны быть прозрачными.

По физико-химическим показателям сахар-песок и сахар-рафинад должны удовлетворять требованиям, указанным в табл. 20.

Показатель	Норма			
	Сахар-песок		Сахар-рафинад	
	торговый	прессованный быстро- растворимый	литой колотый	песок
Массовая доля сахарозы в пересчете на сухие вещества, %, не менее	99,75	99,9	99,9	99,9
Массовая доля редуцирующих веществ в пересчете на сухие вещества, %, не менее	0,050	0,03	0,03	0,03
Массовая доля золы в пересчете на сухие вещества, %, не более	0,03	—	—	—
Массовая доля влаги, %, не более	0,14	0,20	0,40	0,10
Цветность, усл. ед., не более	0,8	—	—	—
Массовая доля ферропримесей, %, не более	0,0003	0,0003	0,0003	0,0003

Размеры кристаллов сахара 0,2—2,5 мм. Допускаются отклонения от верхнего и нижнего пределов указанных размеров на 5% массы сахара-песка.

При органолептической оценке качества сахара-песка и сахара-рафинада определяют внешний вид, привкус и запах в соответствии с ГОСТ 12576—67.

Определение привкуса и запаха. Для определения привкуса готовят 25%-ный раствор сахара в дистиллированной воде, который дегустируют небольшими глотками, задерживая его некоторое время во рту. По этому же раствору определяют чистоту и полноту растворения сахара. Для определения чистоты раствора сахара-рафинада навеску 50 г сахара-рафинада растворяют в 50 см³ дистиллированной воды при размешивании стеклянной палочкой и нагревании на водяной бане до температуры 80—90 °С.

Запах определяют в растворе сахара. Чистую, не имеющую постороннего запаха стеклянную банку с притертой пробкой наполняют раствором сахара на $\frac{3}{4}$ объема и выдерживают в течение часа, а затем сразу после открывания пробки определяют запах на уровне края горлышка банки.

Определение массовой доли сахарозы (ГОСТ 12571—86), (СТ СЭВ 5226—85). Техника определения — определение проводят поляриметрическим методом, для чего готовят 26%-ный раствор сахара-песка или сахара-рафинада, последний предварительно измельчают в ступке. Взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г, результат округляют до тысячных долей грам-

ма. Навеску растворяют в горячей дистиллированной воде небольшими порциями, затем содержимое колбы охлаждают до 20 °С и доводят водой до метки. Раствор фильтруют, первые порции фильтрата отбрасывают. Для определения достаточно 100 см³ раствора. Отфильтрованный раствор заливают в поляриметрическую трубку длиной 200 мм и снимают показание по отсчетному устройству сахариметра, которое соответствует массовой доле сахарозы в сахаре, выраженной в процентах.

Отсчет проводят не менее пяти раз.

Массовую долю сахарозы рассчитывают по формуле

$$X = \frac{P \cdot 100}{100 - W} \cdot$$

где X — массовая доля сахарозы в пересчете на сухие вещества, %; P — показание сахариметра, полученное как среднеарифметическое результатов пяти определений, %; W — массовая доля влаги в сахаре, %.

Запись в лабораторном журнале

Показание сахариметра (среднее арифметическое пяти результатов) (P)	%
Массовая доля влаги в сахаре (W)	%
Массовая доля сахарозы в пересчете на сухие вещества (X)	%
Заключение	

Определение массовой доли влаги (ГОСТ 12570—67) (СТ СЭВ 5225—85). Метод основан на высушивании навески до постоянной массы, для чего используют предварительно высушенные бюксы с притертыми крышками.

Техника определения — навеску сахара-песка или тонкоизмельченного сахара-рафинада массой около 10 г взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г и высушивают в вакуум-сушильном шкафу при температуре 100 °С и давлении 93 кПа или в сушильном шкафу при температуре 105 °С до постоянной массы. Высушивание начинают при температуре 50 °С и в течение 30 мин доводят ее до 100 °С в вакуумном и до 105 °С в обычном сушильном шкафу. Первое взвешивание при высушивании в вакуум-сушильном шкафу проводят через 1,5 ч после достижения указанной температуры, а при высушивании в сушильном шкафу — через 3 ч. Каждое последующее взвешивание осуществляют через каждый час сушки. Навеску высушивают до тех пор, пока разница между двумя последующими взвешиваниями не превышает 0,001 г. Во всех случаях взвешивание ведут с погрешностью не более 0,0002 г. Результаты взвешивания округляют до тысячных долей грамма.

Определение массовой доли редуцирующих веществ (ГОСТ 12575—86) (СТ СЭВ 5229—85). Метод основан на восстановлении двухвалентной меди, содержащейся в избытке раствора

Мюллера, в одновалентную редуцирующим сахаром исследуемого объекта. Масса вступивших в реакцию редуцирующих сахаров фиксируется йодометрически. Одновалентная медь окисляется точно отмеренным избытком раствора йода, а его непрореагировавший остаток оттитровывают раствором тиосульфата натрия в присутствии индикатора — раствора крахмала. Нагревание в водяной бане улучшает воспроизводимость метода, а использование для подкисления уксусной кислоты препятствует появлению синей окраски раствора после окончания титрования, благодаря чему более четко определяется конец титрования.

Приготовление реактива Мюллера — навеску кристаллического сульфата меди ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) массой 35 г, взятую с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют в 400 см³ кипящей дистиллированной воды. Отдельно растворяют в 500 см³ кипящей дистиллированной воды 175 г растертого в ступке кристаллического калия — натрия тартрата и 68 г безводного карбоната натрия. Оба раствора после охлаждения смешивают в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученный раствор взбалтывают с 3—5 г активного угля (норит, карборафин) и отстоявшийся в течение 2 ч раствор фильтруют. Фильтрат хранят в темной склянке с притертой пробкой.

Техника определения — навеску сахара-песка или сахара-рафинада массой 20 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки, взбалтывают и фильтруют в сухую колбу. Пипеткой отбирают 50 см³ фильтрата, что соответствует 10 г сахара, в коническую колбу вместимостью 250—300 см³, добавляют цилиндром 50 см³ дистиллированной воды и пипеткой 10 см³ реактива Мюллера. Колбу помещают на 10 мин в кипящую водяную баню так, чтобы находящийся в колбе раствор был на 2—3 см ниже уровня воды в бане. Колбу помещают на подставку, чтобы она не касалась дна бани. Баня должна иметь такие размеры, чтобы в ней не прекращалось кипение при помещении в нее колбы. После кипячения раствор должен иметь голубой или зеленоватый оттенок. В противном случае анализ повторяют с меньшим количеством фильтрата, например отбирают 20 см³. При этом результаты пересчитывают на 10 г сахара. Затем колбу охлаждают под струей холодной воды до температуры 20 °С, не взбалтывая содержимого. Добавляют цилиндром 5 см³ 5 н. раствора уксусной кислоты, которая растворяет выпавший осадок оксида меди, и точно отмеренный пипеткой избыток 1/30 н. раствора йода (обычно 10 или 15 см³ с учетом количества выделившегося Cu_2O). После этого колбу закрывают, содержимое периодически перемешивают вращательным движением в течение 2 мин, прибавляют 5 см³

0,5%-ного раствора крахмала и избыток йода оттитровывают 1/30 н. раствором тиосульфата натрия. Объем израсходованного тиосульфата натрия вычитают из объема добавленного раствора йода. Таким образом, определяют расход раствора йода, вступившего в реакцию. Полученное значение уменьшают на 2,5 см³ (поправка на восстановление 10 г сахарозы составляет 2,2 см³, поправка на 10 мл реактива Мюллера и контрольный опыт — 0,3 см³). Расчет ведут, исходя из того, что 1 см³ 1/30 н. раствора йода соответствует 1 мг инвертного сахара.

Массовую долю редуцирующих веществ X (в %) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(V_1 K_1 - V_2 K_2 - 2,5) 0,001 \cdot 100}{m}$$

где V_1 — количество внесенного 1/30 н. раствора йода, см³; K_1 — поправочный коэффициент 1/30 н. раствора йода; V_2 — количество 1/30 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование избытка йода, не вступившего в реакцию с редуцирующими веществами, см³; K_2 — поправочный коэффициент 1/30 н. раствора тиосульфата натрия; 2,5 — поправка на восстановление 10 г сахарозы, 10 см³ реактива Мюллера и контрольный опыт, см³; m — масса сахара, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустого стакана (m_1)	г
Масса стакана с навеской сахара (m_2)	г
Масса сахара ($m = m_2 - m_1$)	г
Количество внесенного 1/30 н. раствора йода (K_1 — поправочный коэффициент 1/30 н. раствора йода) ($V_1 K_1$)	см ³
Количество 1/30 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование избытка йода, не вступившего в реакцию с редуцирующими веществами (K_2 — поправочный коэффициент 1/30 н. раствора тиосульфата натрия) ($V_2 K_2$)	см ³
Количество 1/30 н. раствора йода, вступившее в реакцию с редуцирующими веществами, содержащимися в m г сахара с учетом поправки ($V_1 K_1 - V_2 K_2 - 2,5$)	см ³
Количество инвертного сахара, соответствующее 1 см ³ 1/30 н. раствора йода	0,001 г
Количество редуцирующих веществ в m г сахара ($(V_1 K_1 - V_2 K_2 - 2,5) \cdot 0,001$)	г
Массовая доля редуцирующих веществ	%
Закключение	

Определение массовой доли золы (ГОСТ 12574—67). Существует два метода определения массовой доли золы в сахаре-песке и сахаре-рафинаде: кондуктометрический, основанный на измерении электропроводности сахарных растворов определенной концентрации, и сульфатный, основанный на определении массы минеральных веществ, оставшихся после сжигания сахара в присутствии серной кислоты. Второй метод, описание которого здесь

приводится, применяют при возникновении разногласий в оценке качества продукта.

Техника определения — навеску сахара-песка или измельченного сахара-рафинада массой 20—35 г взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г и помещают частями в предварительно прокаленный, охлажденный и взвешенный фарфоровый тигель диаметром около 50 мм и высотой 40 мм. Каждую порцию сахара осторожно смачивают концентрированной серной кислотой в количестве 0,5—1 см³ и осторожно, во избежание вспучивания и выбрасывания, сжигают на газовой горелке сначала на слабом пламени, а затем при постоянном усилении обогрева до обугливания сахара. На 10 г сахара необходимо 2—2,5 см³ серной кислоты. После обугливания всей навески сахара тигель помещают в муфельную печь при температуре 550 °С (вишнево-красное каление) и прокаливают. Добавляют несколько капель серной кислоты и снова прокаливают при температуре 800 °С (белое каление) до постоянной массы. Тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Во всех случаях взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г. Результаты взвешивания округляют до тысячных долей грамма. Массовую долю золы рассчитывают в пересчете на сухие вещества с учетом коэффициента для пересчета сульфатной золы на карбонатную (для этого полученное значение процентного содержания золы умножают на 0,9).

Определение массовой доли ферропримесей (ГОСТ 12573—67). Метод основан на извлечении ферропримесей из сахара магнитом, определении их массы и размеров по специальной измерительной сетке со стороной квадрата 0,3 мм.

Техника определения — навеску сахара массой 500 г рассыпают тонким ровным слоем на стекле или листе белой бумаги толщиной 5 мм.

Извлекают ферропримеси подковообразным магнитом или электромагнитом. Для облегчения съема ферропримесей на полюса магнита надевают плотно прилегающие наконечники из тонкой папиросной бумаги. В слое сахара полюсами магнита проводят полосы, параллельные одной из сторон стекла или бумаги так, чтобы покрыть всю поверхность бороздками, не оставляя не пройденных магнитом участков. Затем аналогично проводят магнитом в слое сахара в направлении, перпендикулярном первому. Собранные примеси переносят на часовое стекло, промывают их на нем горячей дистиллированной водой температурой 60—80 °С, затем их помещают на предварительно взвешенный бумажный фильтр и высушивают в сушильном шкафу в течение 2 ч при температуре 100—105 °С. Полученную массу ферропримесей взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г и рассчитывают процент этих примесей. Для определения величины ферропримесей в наибольшем линейном измерении их переносят на

измерительную сетку с размером ячейки 0,3 мм и рассматривают под лупой.

Массовую долю ферропримесей X (в %) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1}$$

где m — масса ферропримесей, г; m_1 — масса сахара-песка, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса сахара-песка (m_1)	г
Масса бумажного фильтра (m_2)	г
Масса бумажного фильтра с ферропримесью после высушивания (m_3)	г
Масса ферропримесей ($m = m_3 - m_2$)	г
Массовая доля ферропримесей (X)	%
Заключение	

Определение цветности (ГОСТ 12572—67). Метод основан на сопоставлении цвета профильтрованного раствора сахара со специальными стандартными стеклами определенной интенсивности окраски, так называемыми «нормальными» стеклами. Цветность определяют на колориметре. В комплект прибора входят нормальные стекла разной интенсивности (густоты) окраски: 1; $1/2$ (0,5); $1/4$ (0,25); $1/8$ (0,125). При работе на колориметре через стакан с раствором исследуемого сахара и через трубу прибора с окрашенным нормальным стеклом направляют два световых потока от лампы дневного света. Свет, пройдя через систему призм, направляется в окуляр, и наблюдатель видит поле зрения, разделенное на две половины. Изменяя высоту столба раствора в стакане, добиваются одинаковой освещенности обеих половин поля зрения. Отсчет по шкале прибора показывает толщину слоя раствора в миллиметрах, при котором он имеет оптическую плотность, равную выбранному нормальному стеклу. Если необходимо, то вводят колориметрические стекла другой интенсивности окраски.

Цветность выражают в условных единицах (градусах) на 100 частей сухих веществ в 100 см³ раствора.

Техника определения — готовят сахарный раствор, для чего 200 г сахара растворяют в 215 см³ горячей дистиллированной воды, в профильтрованном и охлажденном до 20 °С растворе при помощи рефрактометра определяют массовую долю сухих веществ и, пользуясь таблицами, по полученному значению находят плотность приготовленного раствора. Определяют цветность колориметром, проводя не менее пяти определений, для расчета берут среднеарифметическое.

Цветность рассчитывают по формуле

$$Ц = \frac{HK \cdot 100 - 100}{МСд}$$

где C — цветность, усл. ед. (град); H — интенсивность (нормальность) окраски колориметрического стекла (1; 0,5; 0,25 или 0,125); K — поправочный коэффициент, который указывается на стекле; M — среднее показание шкалы колориметра, мм; S — массовая доля сухих веществ в испытуемом сахарном растворе, %; d — плотность испытуемого сахарного раствора, г/см³.

Запись в лабораторном журнале

Массовая доля сухих веществ в сахарном растворе (C)	%
Плотность сахарного раствора (d)	г/см ³
Интенсивность окраски (нормальность) колориметрического стекла (H)	
Поправочный коэффициент колориметрического стекла (K)	
Показание колориметра (среднеарифметическое) (M)	мм
Цветность (C)	усл. ед. (град)
Заключение	

Контрольные вопросы

1. Какими свойствами обладает сахароза?
2. Как проводится органолептическая оценка качества сахара-песка и сахара-рафинада?
3. На чем основан метод определения массовой доли влаги и в чем его особенности?
4. На чем основан метод определения массовой доли редуцирующих веществ?
5. Каким образом определяют массовую долю золы? В каких случаях применяют сульфатный метод и в чем его особенности?
6. Как определяют цветность сахара-песка?

РАБОТА 23. АНАЛИЗ ПРОДУКТОВ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ЯГОД

Плоды и ягоды в свежем и консервированном виде играют важную роль в питании человека. Они не только содержат важные в пищевом отношении вещества, но и способствуют лучшему усвоению организмом человека других компонентов пищи. Плоды и ягоды содержат легкоусвояемые углеводы, органические кислоты, минеральные, пектиновые, ароматические вещества, витамины, клетчатку и др. Большая часть этих веществ растворима в воде и находится в клеточном соке свежих плодов. Из нерастворимых веществ, содержащихся в плодах и ягодах, важную роль играют крахмал, клетчатка, жиры, жирорастворимые витамины, липонды, протопектин и др.

Из сахаров в плодах и ягодах содержатся глюкоза, фруктоза, сахароза. Их содержание колеблется в пределах от 2 до 25%. Чем больше в плодах и ягодах фруктозы, тем они слаще. Главная составная часть клеточных стенок плодов и ягод — клетчатка. Ее содержание может колебаться от 0,2 до 2,8%. Плоды

с меньшим содержанием клетчатки отличаются более нежной консистенцией, лучшими вкусовыми качествами. Клетчатка в организме человека практически не расщепляется, однако современная наука о питании придает важную роль содержанию ее в пищевых рационах, так как она способствует правильной работе пищеварительного аппарата, предохраняя тем самым организм от ряда заболеваний. Помимо клетчатки, в состав клеточных стенок входят гемицеллюлозы — пентозаны, образующие при гидролизе пентозу, арабинозу и ксилозу. Содержание пентозанов от 0,3 до 2,7%. Как и клетчатка, пентозаны организмом человека не усваиваются.

Высокомолекулярные соединения — пектиновые вещества содержатся в плодах и ягодах, они играют важную роль в регулировании их водного обмена и процессах созревания. В незрелых плодах содержится протопектин, по мере созревания плодов и ягод протопектин переходит в растворимый пектин и плоды размягчаются. Гидролиз протопектина в растительной ткани идет при участии фермента протопектиназы. В основе строения молекулы пектина лежит полигалактуроновая цепочка, состоящая из остатков галактуроновой кислоты, карбоксильные группы которой частично или полностью замещены на метоксильные (т. е. степень метоксилирования может быть различной).

Важнейшим свойством пектина является его студнеобразующая способность. Пектиновые студни широко используются в кондитерской промышленности при изготовлении мармелада, зефира, пастилы. Пектин как загуститель используется при производстве фруктовых желе, мороженого, напитков. Для образования пектинового студня необходимо, чтобы массовая доля пектина была в пределах 0,5—1,5%, сахара — 60%, кислоты — 1%. Содержание пектиновых веществ в плодах и овощах меняется по мере их роста, созревания и хранения. Общее содержание пектиновых веществ в яблоках составляет 0,8—1,3%; в черной смородине — 0,9—1,5%; сахарной свекле — 2,5% и т. д. Пектиновые вещества играют важную физиологическую роль — способствуют заживлению ран, выводят из организма токсичные вещества, в том числе соли тяжелых металлов, способствуют лучшей свертываемости крови. Плоды и ягоды являются важнейшими источниками минеральных веществ для организма человека в виде хорошо усвояемых солей различных органических и минеральных кислот. Минеральные вещества плодов и ягод входят также в состав высокомолекулярных органических соединений: белков, ферментов, липоидов (сера, фосфор); в состав зеленого пигмента — хлорофилла (магний) и т. д. В составе зол плодов и ягод обнаружено около 60 различных макро- и микроэлементов: калий, кальций, магний, железо, марганец, сера, фосфор, хлор, йод,

медь и др. Массовая доля минеральных веществ в плодах и ягодах колеблется от 0,25 до 1,5%.

Органические кислоты содержатся в ряде свежих плодов и ягод—яблочная, лимонная, винная, щавелевая, бензойная и др. Их содержание зависит от вида плодов, степени зрелости и других особенностей и влияет на вкус плодов, ощущение сладости. Следует учитывать, что дубильные вещества, также содержащиеся в плодах, усиливают ощущение кислого вкуса.

Содержание азотистых веществ в плодах и ягодах составляет менее 1%. Это в основном белки, свободные аминокислоты, как заменимые, так и незаменимые, и др.

Плоды и ягоды — ценные источники витаминов, необходимых человеку, особенно витаминов С и Р. Витамин С содержится в них в виде аскорбиновой кислоты. Им богаты черная смородина, яблоки зимних сортов, земляника и др. Витамин Р — рутин обычно сопутствует витамину С. Его много в черноплодной рябине, кожуре лимонов и др. Витамины В₁ и В₂ содержатся в плодах и ягодах в незначительных количествах.

Благодаря водоудерживающим свойствам белков, пектиновых веществ, липидов, углеводов обеспечивается сочность и свежесть плодов. Количество влаги в них составляет от 72 до 95%. Потеря даже 5—7% воды приводит к повышению концентрации сухих веществ в клетках, нарушению нормального обмена веществ, увяданию плодов. Высокая влажность обуславливает интенсивный обмен веществ в клетках и тканях плодов, что затрудняет их хранение. Чтобы снизить интенсивность обмена веществ, плоды и ягоды хранят при температурах, близких к нулевой, или в регулируемой газовой среде — в атмосфере с повышенным содержанием углекислого газа и пониженным — кислорода. Однако до настоящего времени потери при хранении весьма велики. Часть плодов и овощей подвергают промышленной переработке — консервированию различными способами.

В хлебопекарной и кондитерской отраслях пищевой промышленности широко используют следующее плодово-ягодное сырье: пульпу, плодово-ягодное пюре, варенье, джем, повидло, подварку, припас и т. д.

Пульпа — целые или нарезанные плоды или целые ягоды, консервированные диоксидом серы. Пульпу вырабатывают только из свежих плодов или ягод и классифицируют по виду: яблочная, черносмородиновая и т. д.

Плодово-ягодное пюре представляет собой протертую плодovou мякоть. Пюре готовят из плодов или ягод одного вида, и в зависимости от применяемого сырья пюре получает свое наименование — яблочное, из черной смородины, вишневое и т. д. Пюре консервируют диоксидом серы, бензойной или сорбиновой кислотой.

с меньшим содержанием клетчатки отличаются более нежной консистенцией, лучшими вкусовыми качествами. Клетчатка в организме человека практически не расщепляется, однако современная наука о питании придает важную роль содержанию ее в пищевых рационах, так как она способствует правильной работе пищеварительного аппарата, предохраняя тем самым организм от ряда заболеваний. Помимо клетчатки, в состав клеточных стенок входят гемицеллюлозы — пентозаны, образующие при гидролизе пентозу, арабинозу и ксилозу. Содержание пентозанов от 0,3 до 2,7%. Как и клетчатка, пентозаны организмом человека не усваиваются.

Высокомолекулярные соединения — пектиновые вещества содержатся в плодах и ягодах, они играют важную роль в регулировании их водного обмена и процессах созревания. В незрелых плодах содержится протопектин, по мере созревания плодов и ягод протопектин переходит в растворимый лектин и плоды размягчаются. Гидролиз протопектина в растительной ткани идет при участии фермента протопектиназы. В основе строения молекулы пектина лежит полигалактуроновая цепочка, состоящая из остатков галактуроновой кислоты, карбоксильные группы которой частично или полностью замещены на метоксильные (т. е. степень метоксилирования может быть различной).

Важнейшим свойством пектина является его студнеобразующая способность. Пектиновые студни широко используются в кондитерской промышленности при изготовлении мармелада, зефира, пастилы. Пектин как загуститель используется при производстве фруктовых желе, мороженого, напитков. Для образования пектинового студня необходимо, чтобы массовая доля пектина была в пределах 0,5—1,5%, сахара — 60%, кислоты — 1%. Содержание пектиновых веществ в плодах и овощах меняется по мере их роста, созревания и хранения. Общее содержание пектиновых веществ в яблоках составляет 0,8—1,3%; в черной смородине — 0,9—1,5%; сахарной свекле — 2,5% и т. д. Пектиновые вещества играют важную физиологическую роль — способствуют заживлению ран, выводят из организма токсичные вещества, в том числе соли тяжелых металлов, способствуют лучшей свертываемости крови. Плоды и ягоды являются важнейшими источниками минеральных веществ для организма человека в виде хорошо усвояемых солей различных органических и минеральных кислот. Минеральные вещества плодов и ягод входят также в состав высокомолекулярных органических соединений: белков, ферментов, липондов (сера, фосфор); в состав зеленого пигмента — хлорофилла (магний) и т. д. В составе зол плодов и ягод обнаружено около 60 различных макро- и микроэлементов: калий, кальций, магний, железо, марганец, сера, фосфор, хлор, йод.

медь и др. Массовая доля минеральных веществ в плодах и ягодах колеблется от 0,25 до 1,5%.

Органические кислоты содержатся в ряде свежих плодов и ягод—яблочная, лимонная, винная, щавелевая, бензойная и др. Их содержание зависит от вида плодов, степени зрелости и других особенностей и влияет на вкус плодов, ощущение сладости. Следует учитывать, что дубильные вещества, также содержащиеся в плодах, усиливают ощущение кислого вкуса.

Содержание азотистых веществ в плодах и ягодах составляет менее 1%. Это в основном белки, свободные аминокислоты, как заменимые, так и незаменимые, и др.

Плоды и ягоды — ценные источники витаминов, необходимых человеку, особенно витаминов С и Р. Витамин С содержится в них в виде аскорбиновой кислоты. Им богаты черная смородина, яблоки зимних сортов, земляника и др. Витамин Р — рутин обычно сопутствует витамину С. Его много в черноплодной рябине, кожуре лимонов и др. Витамины В₁ и В₂ содержатся в плодах и ягодах в незначительных количествах.

Благодаря водоудерживающим свойствам белков, лектиновых веществ, липидов, углеводов обеспечивается сочность и свежесть плодов. Количество влаги в них составляет от 72 до 95%. Потеря даже 5—7% воды приводит к повышению концентрации сухих веществ в клетках, нарушению нормального обмена веществ, увяданию плодов. Высокая влажность обуславливает интенсивный обмен веществ в клетках и тканях плодов, что затрудняет их хранение. Чтобы снизить интенсивность обмена веществ, плоды и ягоды хранят при температурах, близких к нулевой, или в регулируемой газовой среде — в атмосфере с повышенным содержанием углекислого газа и пониженным — кислорода. Однако до настоящего времени потери при хранении весьма велики. Часть плодов и овощей подвергают промышленной переработке — консервированию различными способами.

В хлебопекарной и кондитерской отраслях пищевой промышленности широко используют следующее плодово-ягодное сырье: пульпу, плодово-ягодное пюре, варенье, джем, повидло, подварку, припас и т. д.

Пульпа — целые или нарезанные плоды или целые ягоды, консервированные диоксидом серы. Пульпу вырабатывают только из свежих плодов или ягод и классифицируют по виду: яблочная, черносмородиновая и т. д.

Плодово-ягодное пюре представляет собой протертую плодовую мякоть. Пюре готовят из плодов или ягод одного вида, и в зависимости от применяемого сырья пюре получает свое наименование — яблочное, из черной смородины, вишневое и т. д. Пюре консервируют диоксидом серы, бензойной или сорбиновой кислотой.

Повидло — однородный продукт мажущейся консистенции, вырабатываемый путем уваривания плодового пюре с сахаром. Повидло подразделяется на виды, соответствующие наименованию плодового сырья, из которого оно выработано: яблочное, абрикосовое и т. д. При изготовлении повидла допускается использование смеси не более чем двух видов различного пюре. Доля основного пюре, которому соответствует наименование, должна быть не менее 60%. Яблочное повидло вырабатывается только из яблочного пюре. Для изготовления повидла допускается использование пюре, консервированного химическими консервантами (диоксидом серы, бензоатом натрия и сорбиновой кислотой).

Подварка представляет собой пюре из плодов или ягод, уваренное с сахаром. В подварке допускается добавка пищевых кислот и пектина. Подварка подразделяется на виды в зависимости от используемого сырья: яблочная, абрикосовая, алычовая и т. д. Для производства подварки используют свежие плоды и ягоды; быстрозамороженные плодово-ягодные полуфабрикаты; пюре, консервированное химическими консервантами, и т. д. Срок хранения подварки 9 мес.

Припас представляет собой полуфабрикат, приготовленный из свежих плодов или ягод, обладающих выраженным ароматом. При изготовлении аромат плодов или ягод должен быть сохранен. Припас используют для придания кондитерским изделиям вкуса и запаха натуральных плодов и ягод. Его консервируют с сахаром и изготавливают двумя способами: горячим (пастеризованные) и холодным (непастеризованные). В припас, приготовляемый холодным способом, допускается введение лимонной кислоты, доля сахара в нем значительно выше, чем в пастеризованном.

При оценке качества продуктов переработки плодов и ягод по органолептическим и физико-химическим показателям правила отбора проб для проведения испытаний плодовоовощных консервов установлены ГОСТ 26313—84. По стандарту на приемку должны направляться однородные партии продукции: консервы одного вида и наименования, одного сорта, в одинаковой упаковке, изготовленные в течение одного дня и за одну смену. Стандарт предусматривает контроль качества транспортной и потребительской упаковки; массы нетто и массовой доли составных частей продукта; физико-химических, микробиологических и органолептических показателей качества продукта и т. д.

Имеется специальный стандарт (ГОСТ 26671—85) по правилам подготовки пробы продукта для физико-химических испытаний. Подготовка пробы состоит в том, что продукт измельчают, тщательно перемешивают, используя мясорубки, размельчители тканей, миксеры, ступки и др. При подготовке и хранении проб необходимо принимать все меры по сохранению в неизменности

тех свойств продукта, которые подлежат контролю. Например, если определять содержание витаминов, то контакт продукта с металлом, излишняя аэрация и нагрев не допускаются и т. д.

Специальный стандарт (ГОСТ 4.458—86) систематизирует показатели качества консервов овощных, плодовых и ягодных, согласно которому определяют следующие показатели качества:

массовая доля растворимых сухих веществ; массовая доля составных частей продукта; массовая доля сахаров; массовая доля титруемых кислот; посторонние примеси растительного происхождения в единице массы; массовая доля минеральных примесей; массовая доля пектина; химический состав продукта; массовая доля сернистой кислоты.

Определение вкуса, запаха, цвета. Согласно ГОСТ 8756.1—79 определение органолептических показателей исследуемого объекта проводится после десульфитации. Продукт должен соответствовать по всем определяемым показателям требованиям соответствующего ГОСТа.

Определение массовой доли сухих веществ (ГОСТ 8756.2—82). В основе метода лежит зависимость показателя преломления раствора от его концентрации. Для определения используют рефрактометр марки РЛ, РПЛ-3, УРЛ или другой, имеющий шкалу содержания сухих веществ.

Техника определения — если анализируют жидкий продукт, то на центральную часть поверхности нижней призмы рефрактометра наносят оплавленной стеклянной палочкой каплю испытуемой жидкости.

Если исследуемый раствор представляет собой массу, включающую твердые частицы, то небольшое количество этого продукта берут в сложенный вдвое кусок марли, медленным надавливанием выжимают 2—3 капли жидкости, отбрасывают их, а следующую каплю наносят на призму рефрактометра. Опускают верхнюю часть призмы и плотно прижимают ее к нижней части призмы, находят границу между светлой и темной частями поля зрения. Эту границу устанавливают так, чтобы она совпадала с пунктирной линией, после чего на шкале отмечают массовую долю сухих веществ. При снятии показаний устанавливают температуру, при которой проводилось определение. Если определение проводили при температуре, отличной от 20 °С, вносят соответствующую температурную поправку согласно таблице, приложенной к прибору.

При исследовании темноокрашенных продуктов или таких, у которых трудно отделить жидкую фазу для нанесения ее на призму рефрактометра, поступают следующим образом. Навеску средней пробы продукта массой 5—10 г, взятую на технических весах с точностью $\pm 0,1$ г, смешивают с дистиллированной водой, количество которой (в см³) численно равно массе взятой навески

в граммах, добавляют около 4 г очищенного песка и смесь тщательно растирают пестиком. Часть полученной массы отжимают через два слоя марли, первые 2—3 капли отбрасывают, а последующие наносят на призму рефрактометра и снимают показания по шкале сухих веществ.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,2%.

Массовая доля сухих веществ в отдельных видах плодово-ягодного сырья приведена в табл. 21.

Таблица 21

Вид плодово-ягодного сырья	Способ подготовки плодов и ягод	Массовая доля сухих веществ, %, не менее	
		Сорт	
		I	II
Пульпа:			
яблоки	Целые плоды	9,0	8,0
»	Дольки или кусочки	9,0	8,0
абрикосы	Целые плоды	9,0	7,0
»	Половинки	10,0	9,0
слива	С косточкой	10,0	9,0
»	Без косточек	10,0	9,0
Пюре плодовое и ягодное:			
айвовое, алычевое, грушевое, персиковое, сливовое, черносмородиновое и яблочное		—	— 10,0
Яблочное из ранних сортов		—	— 9,0
Варенье:			
стерилизованное		—	— 68,0
нестерилизованное		—	— 70,0
Джем:			
стерилизованный		—	— 68,0
нестерилизованный		—	— 70,0
Повидло		—	— 66,0
Подварка		—	— 69,0

Запись в лабораторном журнале

Показания рефрактометра (b)	%
Температура, при которой проводился отсчет	°C
Температурная поправка ($\pm b_1$)	
Показания рефрактометра, приведенные к 20 °C ($a = b \pm b_1$)	%
Коэффициент, компенсирующий степень разведения	2
Массовая доля сухих веществ ($C = 2a$)	%

Определение массовой доли сернистой кислоты. Определение можно проводить двумя методами: стандартным и ускоренным.

Определение массовой доли сернистой кислоты стандартным методом. Основой метода является выделение из объекта исследования диоксида серы при нагревании под воздействием соляной кислоты в токе диоксида углерода. Выделенный диоксид серы окисляется раствором пероксида водорода в серную кислоту, которую определяют либо весовым методом путем

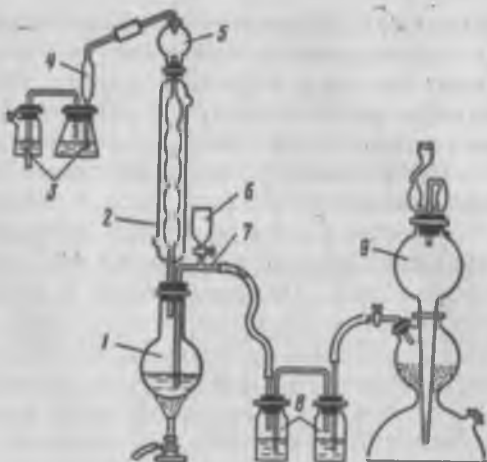


Рис. 17. Прибор для определения массовой доли сернистой кислоты:

1 — круглодонная колба; 2 — холодильник шариковый; 3 — промывные склянки; 4 — пипетка; 5 — насадка Кельдаля; 6 — воронка; 7 — тройник; 8 — промывные колбы; 9 — источник оксида углерода

осаждения ее в виде бариевой соли, либо объемным — путем титрования образовавшейся серной кислоты раствором гидроксида натрия или калия.

Техника определения весовым методом — для анализа используют прибор, изображенный на рис. 17. Круглодонная реакционная колба 1 вместимостью около 500 см³ закрыта пробкой с двумя отверстиями. В одно отверстие вставлен шариковый холодильник 2, расположенный вертикально. Входной конец холодильника соединен через насадку Кельдаля 5 и изогнутую пипетку 4 на 50 см³ с двумя промывными склянками 3. Склянки заполняют 3%-ным раствором пероксида водорода, не содержащим серной кислоты: в первую вводят 15 см³, во вторую — 10 см³. В каждую склянку, кроме того, вводят по 3 капли 0,1%-ного раствора бромфенолового синего. Во второе отверстие пробки реакционной колбы вставлена стеклянная трубка, входящая почти до дна колбы. Второй конец трубки соединен с тройником 7. К верхнему концу тройника присоединяют капельную воронку 6 так, чтобы жидкость из нее стекала в реакционную колбу. Третий конец тройника соединяют через две промывные колбы 8 с источником оксида углерода 9.

Оксид углерода для очистки промывают 5%-ным раствором сульфата меди и таким же раствором карбоната натрия. Для этого после источника оксида углерода (баллон с газом или аппарат Кипа, загруженный кусочками мрамора и 10%-ным рас-

твором серной кислоты) устанавливают две промывные колбы 8.

В реакционную колбу вводят 250 см³ дистиллированной воды, закрывают ее и в течение 5 мин пропускают оксид углерода для вытеснения находящегося в колбе воздуха. Быстро, не прекращая тока оксида углерода, в реакционную колбу количественно переносят навеску предварительно измельченного и тщательно перемешанного объекта массой около 25 г, взвешенного с погрешностью до 0,01 г. Массу навески находят по разности двух взвешиваний тары с навеской до и после ее переноса в реакционную колбу. Закрыв пробкой колбу, зажигают под ней горелку или включают электроплитку. Через капельную воронку спускают в реакционную колбу 20 см³ 10%-ного раствора соляной кислоты, промывают воронку в ту же колбу 10—20 см³ дистиллированной воды и закрывают кран воронки. Ток оксида углерода регулируют так, чтобы в приемнике можно было сосчитать отдельные его пузырьки. После кипения жидкости в реакционной колбе в течение часа прибор разъединяют на стыке изогнутой пипетки с насадкой Кьельдаля и только после этого прекращают подачу диоксида углерода.

Если определение образовавшейся серной кислоты будет проводиться весовым способом, то содержимое обоих сосудов приемника сливают в стакан, оба сосуда и изогнутую пипетку обмывают дистиллированной водой в количестве по 5 см³ и сливают эту воду в ту же емкость. К содержимому стакана приливают 1 см³ концентрированной соляной кислоты и 5 см³ 10%-ного раствора хлорида бария. Жидкость в стакане нагревают до кипения и кипятят в течение 10 мин, затем оставляют в покое на теплой песчаной бане 3—4 ч, прикрыв часовым стеклом. Когда раствор над осадком в стакане будет совершенно прозрачным, содержимое фильтруют через плотный беззольный фильтр (с синей полосой). Осадок из стакана количественно переносят на фильтр, промывают несколько раз дистиллированной водой, сушат, затем сжигают его в предварительно взвешенном на аналитических весах тигле и прокаливают. Тигель с остатком (белого цвета) после остывания в эксикаторе взвешивают на аналитических весах и по разнице находят массу осадка.

Массовая доля сернистой кислоты рассчитывается по формуле

$$X = (m_1 - m_0) 0,274 \cdot 100 / m,$$

где X — массовая доля общей сернистой кислоты в пересчете на SO_2 при определении весовым методом, %; m_1 — масса тигля с прокаленным осадком, г; m_0 — масса пустого прокаленного тигля, г; 0,274 — коэффициент пересчета сульфата бария на SO_2 ; m — масса навески продукта, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса навески объекта исследования г
(m)

Масса пустого прокаленного тигля (m_0)	г
Масса тигля с прокаленным осадком (m_1)	г
Коэффициент пересчета сульфата бария на SO_2	0,274
Массовая доля общей сернистой кислоты, определенной весовым методом (X)	%
Заключение	

Техника определения объемным методом — при определении количества серной кислоты объемным методом содержимое обоих сосудов приемника сливают в коническую колбу, оба сосуда и изогнутую пипетку обмывают дистиллированной водой в количестве 5 см³ и сливают эту воду в ту же колбу, добавляют туда же 3 капли индикатора бромфенолового синего и титруют серную кислоту 0,01 н. раствором гидроксида натрия или калия.

Массовую долю сернистой кислоты при определении объемным методом рассчитывают по формуле

$$X = 100 \cdot 0,32V/m \cdot 1000,$$

где X — массовая доля общей сернистой кислоты в пересчете на SO_2 при определении объемным методом, %; 0,32 — количество SO_2 , соответствующее 1 см³ 0,01 н. раствора гидроксида натрия или калия, мг; V — количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия или калия, пошедшее на титрование серной кислоты, см³; m — масса исследуемого продукта, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса исследуемого продукта (m)	г
Количество SO_2 , соответствующее 1 см ³ 0,01 н. раствора гидроксида натрия или калия	0,32 мг
Количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия или калия, пошедшее на титрование серной кислоты (V)	см ³
Массовая доля общей сернистой кислоты в 100 г продукта (X)	%
Заключение	

Определение массовой доли общей сернистой кислоты ускоренным методом. Метод основан на окислении сернистой кислоты йодом. При определении раствор объекта исследования предварительно обрабатывают последовательно раствором гидроксида калия или натрия и серной кислотой для превращения связанной сернистой кислоты в свободную.

Техника определения — в химический стакан вносят навеску измельченного исследуемого продукта массой 5 г с погрешностью до 0,01 г и смывают 50 см³ дистиллированной воды в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 200—250 см³. Колбу встряхивают или перемешивают на магнитной мешалке 5 мин, приливают 25 см³ 1 н. раствора гидроксида калия или натрия, вновь закрывают пробкой, взбалтывают и оставля-

ют на 15 мин, затем вносят 10 см³ серной кислоты (1:3), 1 см³ 1%-ного раствора крахмала и титруют при перемешивании 0,01 н. раствором йода до появления не исчезающей в течение нескольких секунд синей окраски.

Контрольный опыт проводят в тех же условиях, но без навески.

Массовая доля общей сернистой кислоты рассчитывается по формуле

$$X = (V - V_0) 0,32 / 10m,$$

где X — массовая доля общей сернистой кислоты в 100 г продукта, %; V — количество 0,01 н. раствора йода, израсходованного на титрование исследуемого раствора, см³; V_0 — количество 0,01 н. раствора йода, израсходованного в контрольном опыте, см³; 0,32 — количество SO₂, соответствующее 1 см³ 0,01 н. раствора йода, мг; m — масса продукта, г.

Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 6% (отн.).

Предельно допустимые нормы консервантов в отдельных видах фруктово-ягодного сырья приведены в табл. 22.

Таблица 22

Вид плодово-ягодного сырья	Вид консерванта	Массовая доля консервантов, в %, не более
Пюре	Сернистая кислота (в пересчете на SO ₂)	0,2
	Бензоат натрия	0,1
	Сорбиновая кислота	0,06
Джем	Сернистая кислота (в пересчете на SO ₂)	0,01
	Сорбиновая кислота при фасовке в тару из термопластичных материалов	0,06
Повидло	Общая сернистая кислота (в пересчете на SO ₂)	0,01
	Бензоат натрия (в пересчете на бензойную кислоту)	0,07
	Сорбиновая кислота	0,05

Запись в лабораторном журнале

Масса продукта (m)	г
Количество 0,01 н. раствора йода, израсходованного на титрование исследуемого раствора (V)	см ³
Количество 0,01 н. раствора йода, израсходованного в контрольном опыте (V_0)	см ³
Количество SO ₂ , соответствующее 1 см ³ 0,01 н. раствора йода	0,32 мг
Массовая доля общей сернистой кислоты (X)	%
Заключение	

Определение массовой доли бензоата натрия. Метод основан на экстракции хлороформом бензойной кислоты из водной вытяжки после осаждения из нее белковых веществ с помощью

растворов сульфата цинка и гексацианоферрата калия (II). Количество бензойной кислоты определяют путем титрования раствором гидроксида натрия или калия.

Техника определения — порце в количестве 100—150 г, взвешенное с погрешностью до 0,01 г, переносят при помощи дистиллированной воды в мерную колбу вместимостью 500 см³. Затем прибавляют 10%-ный раствор гидроксида натрия до щелочной реакции на лакмус, вносят 10 см³ 15%-ного раствора гексацианоферрата калия (II) и 12 см³ 30%-ного раствора сульфата цинка. После прибавления каждого из этих реактивов колбу с содержимым энергично взбалтывают. Затем содержимое в колбе доводят дистиллированной водой до метки. Перемешивают и через 5 мин фильтруют в сухую колбу. Фильтрат в количестве 100 или 200 см³ переносят количественно в делительную воронку, нейтрализуют 10%-ным раствором соляной кислоты до нейтральной реакции по лакмусу и добавляют еще 5 см³ этой же кислоты. Жидкость экстрагируют хлороформом 4 раза с интервалом 15—20 мин. Причем если берется 200 см³ фильтрата, то объем хлороформа соответственно составит 70; 50; 40 и 30 см³. При меньшем количестве фильтрата объем хлороформа пропорционально уменьшают. После каждого добавления порции хлороформа раствор взбалтывают круговыми вращательными движениями. После непродолжительного отстаивания хлороформенный слой обычно легко отделяется. При его сливании не следует захватывать водного слоя. При соблюдении этого условия не требуется промывки хлороформенной вытяжки, в противном случае хлороформенный слой следует промывать дистиллированной водой 2 раза по 5 см³.

При удалении хлороформа в целях экономии можно $\frac{3}{4}$ его объема отогнать на водяной бане при температуре около 65°C, а остаток ($\frac{1}{4}$ объема) в колбе перенести в выпарительную чашку, после чего колбу смывают небольшим количеством хлороформа в ту же чашку и выпаривают его досуха при температуре около 40—50°C. Работают с хлороформом только под тягой. Остаток бензойной кислоты в чашке растворяют в 30—50 см³ 95%-ного нейтрального по фенолфталеину спирта, прибавляют $\frac{1}{4}$ часть по объему воды, 2 капли фенолфталеина и титруют 0,05 н. раствором гидроксида натрия или калия. Титр гидроксида натрия или калия рекомендуется устанавливать по химически чистой бензойной кислоте.

Массовую долю бензоата натрия рассчитывают по формуле

$$X = aK \cdot 7,1 V_1 \cdot 100 / V_2 m \cdot 1000,$$

где X — массовая доля бензоата натрия в пересчете на 100 г продукта, %; a — количество 0,05 н. раствора гидроксида натрия или калия, пошедшее на титрование, см³; K — коэффициент поправки для 0,05 н. раствора гидроксида натрия или калия; 7,1 — количество бензоата натрия, эквивалентное 1 см³

0,05 н. раствора гидроксида натрия или калия, мг; V_1 — вместимость медной келбы, в которой растворена навеска пюре, см³; V_2 — количество фильтрата, взятое для извлечения бензойной кислоты, см³; m — масса продукта, г.

Если количество бензоата натрия нужно выразить в пересчете на бензойную кислоту, то коэффициент 7,1 заменяют на коэффициент 6,1.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,05 н. раствора гидроксида натрия или калия, пошедшее на титрование (a)	см ³
Коэффициент поправки для 0,05 н. раствора гидроксида натрия или калия (K)	
Количество бензоата натрия, эквивалентное 1 см ³ 0,05 н. раствора гидроксида натрия или калия	7,1 мг
Вместимость мерной колбы, в которой растворена навеска пюре (V_1)	см ³
Количество фильтрата, взятое для извлечения бензойной кислоты (V_2)	см ³
Навеска продукта (m)	г
Массовая доля бензоата натрия в пересчете на 100 г продукта	%
Заклучение	

Определение общей кислотности. Под общей кислотностью подразумевается массовая доля в продукте всех кислот и веществ, реагирующих с гидроксидом натрия или калия. Кислотность выражают в условных единицах: градусах или процентах в пересчете на преобладающую в данном продукте кислоту. Согласно ГОСТ 25555.0—82 определяют общую титруемую кислотность в продуктах переработки плодов и овощей двумя методами: потенциометрическим и визуальным.

Определение потенциометрическим методом. Техника определения — берут навеску средней пробы продукта массой 25 г с погрешностью до 0,01 г в стакане или фарфоровой чашке и количественно переносят, смывая горячей дистиллированной водой через воронку в мерную колбу вместимостью 250 см³. Колбу доливают горячей дистиллированной водой температурой 80 °С до $\frac{3}{4}$ объема, хорошо встряхивают и оставляют в покое на 30 мин, время от времени вновь встряхивая. Затем колбу охлаждают под струей воды до комнатной температуры, доливают дистиллированной водой до метки и хорошо перемешивают. Жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр, полученный фильтрат используют для определения общей кислотности. На титрование берут 50 см³ фильтрата (от 25 до 100 см³).

Метод основан на потенциометрическом титровании исследуемого раствора до pH 8,1 0,1 н. раствором гидроксида натрия. Титрование ведут на pH-метре в зоне измерения pH от 4 до 9. Электрод измерительный — стеклянный; электрод сравнения —

хлорсеребряный, каломельный или комбинированный электрод. Правильность показаний рН-метра проверяют на соответствующих буферных растворах.

Весь процесс титрования ведут при непрерывном перемешивании, сначала довольно быстро до рН 6,0, затем медленнее до рН 7,0 и далее очень осторожно, приливая одновременно по 4 капли гидроксида натрия, отмечая расходуемое количество и значение рН, до достижения рН 8,1.

Заканчивают титрование добавлением не менее 4 капель раствора гидроксида натрия после достижения рН 8,1. Количество раствора гидроксида натрия, соответствующее точно рН 8,1, находят путем интерполяции данных титрования. Значения рН, применяемые для интерполяции, должны находиться в пределах $8,1 \pm 0,2$.

Общую (титруемую) кислотность X (в %) рассчитывают по формуле

$$X = 0,1aMV_0 \cdot 100 / mV \cdot 1000 = 2 \cdot 10^{-3} aM,$$

где a — количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, израсходованное на титрование, см³; M — молярная масса эквивалента кислоты, на которую ведется расчет, г/моль; V_0 — вместимость мерной колбы, в которую введена навеска, см³; m — масса продукта, г; V — количество фильтрата, взятое для титрования, см³.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое двух параллельных определений. Допускаемое расхождение не должно превышать 5% (отн.).

Молярная масса эквивалента пищевых кислот, используемая при расчетах, приведена ниже:

Кислота	Молярная масса, г/моль
Яблочная M ($1/2$ $C_4H_6O_5$)	67,0
Винная M ($1/2$ $C_4H_6O_6$)	75,0
Лимонная M ($1/3$ $C_6H_8O_7$)	64,0
Уксусная M ($C_2H_4O_2$)	60,0
Щавелевая M ($1/2$ $C_2H_2O_4$)	45,0
Молочная M ($C_3H_5O_3$)	90,1

Запись в лабораторном журнале

Количество титрованного раствора гидроксида натрия, израсходованное на титрование (a)	см ³
Масса навески (m)	г
Молярная масса кислоты, на которую ведется расчет (M)	г/моль
Вместимость мерной колбы, в которую введена навеска (V_0)	см ³
Количество фильтрата, взятое для титрования (V)	см ³
Общая кислотность (X)	%
Завключение	

Определение визуальным методом. Метод основан на титровании исследуемого раствора раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

Техника определения — в коническую колбу отбирают пипеткой от 25 до 50 см³ фильтрата, приготовленного, как указано выше. Количество фильтрата подбирают с таким расчетом, чтобы на титрование расходовалось от 10 до 20 см³ раствора гидроксида натрия. В колбу с фильтратом добавляют 3 капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия при непрерывном перемешивании до получения розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Запись в лабораторном журнале и расчет титруемой кислотности проводят как указано выше.

Общая кислотность в пересчете на яблочную кислоту должна составлять согласно стандарту для повидла 0,2—1,0%; подварки — 0,2—1,0%; припаса (непастеризованного) — 4,0—5,0%.

Определение студнеобразующей способности плодового пюре. Студнеобразующая способность определяется в том случае, если пюре используется для приготовления мармелада. Предварительно необходимо установить массовую долю сухих веществ и кислотность испытуемого пюре. Студнеобразующую способность определяют путем уваривания пюре с сахаром. Навеска пюре зависит от массовой доли сухих веществ в нем и определяется по табл. 23.

Техника определения — во взвешенную медную или алюминиевую кастрюлю с мешалкой отвешивают 100 г пюре с погрешностью до 1 г, содержащего 10% сухих веществ и 100 г

Таблица 23

Массовая доля сухих веществ, %	Навеска, г	Объем вводимой воды, см ³	Массовая доля сухих веществ, %	Навеска, г	Объем вводимой воды, см ³
9,0	111	0	12,0	88,3	17
9,2	109	0	12,2	82,0	18
9,4	106	0	12,4	80,6	20
9,6	104	0	12,6	79,4	21
9,8	102	0	12,8	78,0	22
10,0	100	0	13,0	76,9	23
10,2	98,0	2	13,2	75,8	24
10,4	96,2	4	13,4	74,6	25
10,6	94,3	6	13,6	73,5	27
10,8	92,6	8	13,8	72,5	28
11,0	90,1	10	14,0	71,4	29
11,2	89,3	11	14,2	70,4	30
11,4	87,7	13	14,4	69,4	31
11,6	86,2	14	14,6	68,5	31
11,8	84,7	15	14,8	67,6	33

сахара-песка. Если массовая доля сухих веществ в пюре меньше или больше 10%, то, пользуясь таблицей, подбирают нужные соотношения навески пюре и воды, чтобы обеспечить содержание сухих веществ в смеси, равное 10%. Содержимое кастрюли тщательно перемешивают, доводят до кипения и кипятят 15 мин при постоянном перемешивании.

В конце варки на поверхности смеси появится тонкоскладчатая пленка, масса должна хорошо отставать от стенок кастрюли. По окончании варки кастрюлю с содержимым и мешалкой быстро взвешивают на технических весах с погрешностью до 1 г для проверки выхода сваренной массы, составляющего 165 г. Если выход больше, массу еще некоторое время уваривают, если меньше — опыт следует повторить. Кислотность сваренной массы должна быть близка к 0,8% в пересчете на лимонную кислоту. Если используется пюре с недостаточной кислотностью, то по табл. 24 находят, какое количество 50%-ного раствора лимонной

Т а б л и ц а 24

Кислотность пюре в пересчете на яблочную кислоту, %	Объем 50%-ного раствора лимон- ной кислоты, см ³	Кислотность пюре в пересчете на яблочную кислоту, %	Объем 50%-ного раствора лимон- ной кислоты, см ³
0,2	1,5	0,6	0,8
0,3	1,4	0,7	0,7
0,4	1,3	0,8	0,6
0,5	1,0	1,0	0,4

кислоты (заранее приготовленной) надо ввести в сваренную горячую массу, чтобы получить нужную кислотность.

Полученную горячую массу быстро разливают в виде круглых лепешек диаметром 20—30 мм в формы, которые выдерживают затем 20 мин при 20 °С. Качество студня проверяют на упругость, отлипание, легкость выборки его из формы и способность сохранять форму. Эти свойства студня, определяемые органолептически, характеризуют студнеобразующую способность.

Запись в лабораторном журнале

Показатели студнеобразующей способности пюре,
определяемые органолептически

Упругость студня

Отлипание от стенок формы

Легкость выборки студня из формы

Способность студня сохранять форму

Характеристика полученного студня

Закключение

Определение массовой доли твердых минеральных примесей.
Присутствие твердых минеральных примесей в пищевых продук-

тах недопустимо. Поэтому стандарты на плодово-ягодное сырье — повидло, пюре, подварку, порошок, получаемый из яблочных выжимок, и другое — предусматривают определение массовой доли твердых минеральных примесей и строго регламентируют их содержание. Предельно допустимое содержание твердых минеральных примесей в некоторых видах плодово-ягодного сырья приведено ниже:

Виды плодово-ягодного сырья	Массовая доля минеральных примесей (песка), %, не более
Пюре	0,03
Повидло	0,05
Подварка	0,05
Порошок из яблочных выжимок	0,01

Метод определения массовой доли твердых минеральных примесей основан на отделении органических веществ исследуемого продукта, помещенного в специально приспособленную делительную воронку. Отделение проводят путем отмывания водой с последующим озолением полученного осадка и количественным определением его золы весовым методом. Для определения используют делительную воронку, снабженную пробкой с двумя изогнутыми стеклянными трубками (рис. 18).

Техника определения — навеску продукта массой

100 г, взятую с погрешностью до 0,1 г, переносят в делительную воронку 1, частично заполненную водой. Делительную воронку закрывают пробкой 4, через которую проходят стеклянные трубки 2 и 3, при этом конец более длинной трубки 3 устанавливают на уровне середины воронки. Другой конец длинной трубки присоединяют к водопроводному крану и пускают такой ток воды, чтобы образовалось бурление, обеспечивающее отделение от продукта минеральных веществ. После удаления продукта (пульпы или др.), находящегося во взвешенном состоянии, стеклянную трубку опускают в узкую часть воронки и проводят отмывание до тех пор пока на дне воронки останутся только минеральные вещества (песок). Тогда делительную воронку устанавливают над конической воронкой с беззольным фильтром, пе-



Рис. 18. Прибор для определения массовой доли минеральной примеси:

1 — делительная воронка;
2, 3 — стеклянные трубки; 4 — пробка; 5 — дно воронки

реносят осадок на фильтр, промывают дистиллированной водой. Фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, прокаленный и взвешенный с погрешностью до 0,0002 г. Тигель с фильтром озоляют, прокаливают, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Массовую долю твердых минеральных примесей X (в %) рассчитывают по формуле

$$X = (m_1 - m_0) 100 / m,$$

где m_1 — масса прокаленного тигля с озоленным остатком, г; m_0 — масса пустого прокаленного тигля, г; m — масса образца, взятого для анализа, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустого прокаленного тигля (m_0)	г
Масса прокаленного тигля с озоленным ос- татком (m_1)	г
Масса образца, взятого для анализа (m)	г
Массовая доля твердых минеральных приме- сей (X)	%
Закключение	

Контрольные вопросы

1. Почему плоды и ягоды являются необходимыми компонентами пищевого рациона?
2. Какие физиологические функции выполняют пектиновые вещества в организме человека?
3. По каким показателям оценивается качество плодово-ягодного сырья?
4. Какие консерванты используются при производстве плодово-ягодного сырья?

РАБОТА 24. АНАЛИЗ ХИМИЧЕСКИХ РАЗРЫХЛИТЕЛЕЙ

При производстве мучных кондитерских изделий (за исключением галет, крекеров и ряда других) в качестве разрыхлителя используют не дрожжи, а химические добавки, что связано со значительным содержанием в рецептуре этих изделий сахара и жира. Повышенные концентрации сахара увеличивают осмотическое давление в жидкой фазе теста и вызывают плазмолиз дрожжевых клеток, прекращая их жизнедеятельность. При внесении в тесто значительных количеств жира он полностью покрывает дрожжевую клетку пленкой, не проницаемой для воды и питательных веществ, без которых дрожжи существовать не могут.

Все химические разрыхлители можно разделить на две группы: щелочные и кислотно-щелочные. К первой группе относятся гидрокарбонат натрия и карбонат аммония.

Гидрокарбонат натрия NaHCO_3 представляет собой белый мелкокристаллический порошок без запаха. Его растворимость в воде сравнительно невелика: при 20 °C в 100 весовых частях воды растворяется 9,3 г, при 30 °C — только 11,1 г. Гидрокарбонат натрия выпускается трех сортов.

Согласно ГОСТ 2156—76 гидрокарбонат натрия по физико-химическим показателям должен удовлетворять требованиям, указанным в табл. 25.

Таблица 25

Показатели качества	Нормы для гидрокарбоната натрия сортов		
	I	II	III
Массовая доля гидрокарбоната натрия, % в пересчете на сухие вещества, не менее	99,5	99,0	98,5
Массовая доля карбоната натрия, % на сухие вещества, не более	0,4	0,7	1,0
Массовая доля влаги, % на сухие вещества, не более	0,1	0,2	1,0
Массовая доля хлоридов (в пересчете на NaCl), %, не более	0,02	0,04	0,05
Массовая доля железа, % на сухие вещества, не более	0,001	0,05	Не нормируется
Массовая доля кальция, % на сухие вещества, не более	0,04	0,05	—
Массовая доля сульфатов (в пересчете на SO_4^{2-}), %, не более	0,02	0,02	—

Примечание. Наличие мышьяка и гидрокарбоната натрия не допускается.

Разрыхляющее действие этого соединения проявляется при нагревании, когда идет его разложение с выделением диоксида углерода по уравнению



Гидрокарбонат натрия как разрыхлитель имеет ряд недостатков: реакция его разложения идет не до конца, поэтому выделяется только 50% свободной углекислоты, которая участвует в разрыхлении теста; образующийся карбонат натрия придает готовым изделиям специфический привкус.

Карбонат аммония пищевой $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ поступает на предприятия в виде твердых кусков размером не более 10 см. Он имеет белый цвет и характеризуется острым запахом аммиака, который возникает из-за неустойчивости карбоната аммония на воздухе и медленного разложения при плюсовой температуре. При выпечке изделий с повышением температуры этот процесс усиливается, в результате образуются газообразные продукты — диоксид углерода и аммиак. Реакция разложения идет по уравнению



Особенность этого вещества как химического разрыхлителя состоит в том, что при нагревании оно разлагается целиком с об-

разованием около 82% газообразных веществ (CO_2 и NH_3) и примерно 18% паров воды, т. е. это вещество является более эффективным разрыхлителем, чем гидрокарбонат натрия. Однако аммиак не полностью удаляется из продукта при выпечке и придает ему неприятный запах, что является существенным недостатком. Остаток аммиака в изделиях можно значительно уменьшить при использовании смеси гидрокарбоната натрия и карбоната аммония.

Применение этих двух разрыхлителей имеет общий и весьма существенный недостаток, связанный с тем, что при их разложении образуются соединения (карбонат натрия при использовании гидрокарбоната натрия и аммиак при использовании карбоната аммония), придающие готовым изделиям щелочную реакцию. В связи с этим щелочность изделий ограничена и не должна превышать 2°.

Для того чтобы избежать этого недостатка, применяют кислотно-щелочные разрыхлители, представляющие собой смесь гидрокарбоната натрия с различными кислыми солями. В результате реакция готового продукта нейтральная, расход гидрокарбоната натрия снижается в два раза, так как он разлагается при нагревании полностью. Однако использование кислотно-щелочных разрыхлителей не получило широкого распространения в нашей стране, так как изделия приобретали специфический вкус, отличный от привычного вкуса продукта, приготовленного на щелочных разрыхлителях.

По физико-химическим показателям карбонат аммония должен удовлетворять следующим требованиям ГОСТ 18916—73: массовая доля аммиака — 28—35%; массовая доля нелетучих соединений — не более 0,02%; массовая доля хлоридов — не более 0,0001%; растворимость в воде в соотношении 1:5 полная. Присутствие органических примесей не допускается, так же как и примесей свинца и мышьяка.

Определение массовой доли влаги в гидрокарбонате натрия. Сущность метода состоит в сушке гидрокарбоната натрия в эксикаторе над концентрированной серной кислотой с плотностью 1840 кг/м^3 .

Техника определения — в высушенную и взвешенную бюксу берут навеску гидрокарбоната натрия массой 3 г с погрешностью $\pm 0,0002$ г. Бюксу с навеской помещают в эксикатор с серной кислотой и высушивают до постоянной массы. Массовую долю влаги рассчитывают в % на 100 г продукта.

Определение массовой доли гидрокарбоната натрия. Техника определения — в предварительно прокаленный и взвешенный тигель берут навеску массой 2 г с погрешностью $\pm 0,0002$ г. Тигель с навеской прокаливают при температуре

300 °С до постоянной массы. Предварительно рассчитывают потерю массы при прокаливании Π (в %) по формуле

$$\Pi = (m_1 - m_2) 100 / m,$$

где m_1 , m_2 , m — масса тигля соответственно с навеской до прокалывания, после прокалывания и масса гидрокарбоната натрия, г.

Массовую долю гидрокарбоната натрия рассчитывают по формуле

$$D = (\Pi - B) 2,71 \cdot 100 / (100 - B),$$

где D — массовая доля гидрокарбоната натрия в пересчете на сухие вещества, %; B — массовая доля влаги, %; 2,71 — коэффициент пересчета потери массы ($\text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$) на гидрокарбонат натрия.

Определение массовой доли карбоната натрия в гидрокарбонате натрия. Метод основан на титровании карбоната натрия в присутствии индикатора метилового оранжевого.

Техника определения — навеску гидрокарбоната натрия массой 2 г, взвешенную с погрешностью $\pm 0,0002$ г, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды, добавляют несколько капель раствора метилового оранжевого и титруют 1 н. раствором серной или соляной кислоты до розово-оранжевого цвета.

Предварительно рассчитывают общую щелочность по формуле

$$\text{Щ} = V \cdot 0,084 \cdot 100 \cdot 100 / m (100 - W),$$

где Щ — общая щелочность в пересчете на сухие вещества, %; V — количество 1 н. раствора серной или соляной кислоты, израсходованное на титрование, см³; 0,084 — количество гидрокарбоната натрия, соответствующее 1 см³ точно 1 н. раствора кислоты, г; m — масса гидрокарбоната натрия, г; W — массовая доля влаги, %.

Массовую долю карбоната натрия рассчитывают по формуле

$$X = (\text{Щ} - W) 0,631,$$

где X — массовая доля карбоната натрия в пересчете на сухие вещества, %; 0,631 — коэффициент пересчета гидрокарбоната натрия на карбонат натрия.

Запись в лабораторном журнале

Количество 1 н. раствора соляной или серной кислоты, пошедшее на титрование (V)	см ³
Количество гидрокарбоната натрия, соответствующее 1 см ³ точно 1 н. раствора кислоты	0,084 г
Масса гидрокарбоната натрия (m)	г
Массовая доля влаги (W)	%
Общая щелочность (Щ)	%
Коэффициент пересчета гидрокарбоната натрия в карбонат натрия	0,631
Массовая доля карбоната натрия (X)	%
Заключение	

Определение наличия мышьяка в гидрокарбонате натрия. Анализ проводится в приборе, используемом для определения присутствия мышьяка в крахмальной патоке, но измененной конструкции: торцы насадки и трубки пришлифованы, а кусочек бромно-ртутной бумаги помещен между этими торцевыми поверхностями. Отшлифованные концы должны плотно прилегать друг к другу, для этого используют специальные зажимы из органического стекла.

Техника определения — навеску образца массой 1 г растворяют в дистиллированной воде, нейтрализуют, вносят в колбу прибора вместимостью 200—300 см³, приливают 20 см³ раствора серной кислоты (разведение 1:4), 0,5 см³ 10%-ного раствора дихлорида олова в соляной кислоте*, перемешивают, быстро прибавляют 5 г цинка и сразу же закрывают колбу прибора пробкой с насадкой. Содержимое осторожно перемешивают вращательным движением, через 90 мин проверяют окраску бромно-ртутной бумажкой. Если она не изменит свой цвет, то в исследуемом образце отсутствует мышьяк.

Определение массовой доли аммиака в карбонате аммония пищевом. Метод основан на разложении карбоната аммония соляной кислотой и оттитровыванием ее избытка гидроксидом натрия.

Техника определения — навеску карбоната аммония массой 25 г, взятую с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют в 100 см³ дистиллированной воды и переносят количественно в мерную колбу вместимостью 250 см³, объем колбы доводят до метки, перемешивают. В коническую колбу вместимостью 250—300 см³ пипеткой вносят 20 см³ полученного раствора, 30 см³ дистиллированной воды и медленно приливают из цилиндра 50 см³ 1 н. раствора соляной кислоты. Затем содержимое кипятят в течение 5—6 мин для удаления диоксида углерода и охлаждают до комнатной температуры, вводят 1—2 капли раствора метилового красного и титруют 1 н. раствором гидроксида натрия до появления желтой окраски.

Массовую долю аммиака X (в %) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(50 - V) 0,01703 - 100}{m}$$

где 50 — количество 1 н. раствора соляной кислоты, взятое для реакции, см³; V — количество 1 н. раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование, см³; 0,01703 — коэффициент, соответствующий массе аммиака, эквивалентный 1 см³ 1 н. раствора соляной кислоты, г; m — масса карбоната аммония, содержащаяся в 20 см³ раствора, г.

* Навеску дихлорида олова двуводного массой 10 г, взятую с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют в 90 см³ 15 %-ной соляной кислоты и перемешивают

Запись в лабораторном журнале

Количество 1 н. раствора соляной кислоты, взятое для реакции (50)	см ³
Количество 1 н. раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование (V)	см ³
Коэффициент, соответствующий массе аммиака, эквивалентный 1 см ³ 1 н. раствора соляной кислоты	0,01703
Масса карбоната аммония, содержащаяся в 20 см ³ раствора (m)	г
Массовая доля аммиака (X)	%
Заключение	

Определение массовой доли нелетучих веществ в карбонате аммония пищевом. Метод основан на взвешивании остатка после прокаливания.

Техника определения — высокнй тигель № 5 предварительно прокалнвают при температуре 550—600 °С, охлаждают и взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г. Берут навеску карбоната аммония массой 100 г с погрешностью $\pm 0,01$ г. Тигель помещают на электроплитку и затем в него по частям вносят навеску. Последующую порцию продукта вносят тогда, когда предыдущая улетучится. После полного удаления летучих веществ тигель с осадком помещают в муфельную печь с температурой 300 °С, а затем постепенно увеличивают температуру до 550—600 °С. Нагревание при этой температуре продолжают до полного прокаливания остатка. Затем тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г. Продукт считают надлежащего качества, если масса остатка будет меньше 20 мг.

Определение растворимости карбоната аммония пищевого. Техника определения — карбонат аммония в количестве 2 г взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г. Навеску помещают в колбу, вносят 10 см³ дистиллированной воды. Полное растворение должно наступить в течение часа при комнатной температуре, допустимо небольшое помутнение при отсутствии осадка.

Определение наличия органических примесей в карбонате аммония пищевом. Техника определения — навеску карбоната аммония массой 1 г, взятую с погрешностью $\pm 0,01$ г, помещают в фарфоровую чашку и растворяют в 5 см³ 25%-ного раствора азотной кислоты. Содержимое чашки выпаривают досуха на водяной бане. Если получается осадок белого цвета, то считают, что органические примеси отсутствуют.

Определение наличия тяжелых металлов в карбонате аммония пищевом. Техника определения — навеску карбоната аммония 5 г, взятую с погрешностью $\pm 0,01$ г, вносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. Пипеткой отбирают 10 см³ полученного раствора в пробирку из бесцветного стекла и вносят 10%-ный раствор уксусной кислоты до кислой реакции по фенолфталеину.

Затем в пробирку вносят 5 капель свежеприготовленного 10%-ного раствора сульфида натрия. Если содержимое пробирки не темнеет, то тяжелые металлы отсутствуют.

Определяют наличие мышьяка так же, как при анализе гидрокарбоната натрия. Отличие состоит лишь в величине навески карбоната натрия (2 г).

Контрольные вопросы

1. В каких случаях и почему в качестве разрыхлителя теста используют химические добавки?
2. Какими свойствами обладают гидрокарбонат натрия и карбонат аммония?
3. На чем основано действие щелочных химических разрыхлителей? В чем их особенности?
4. Что представляют собой кислотно-щелочные разрыхлители?
5. По каким показателям проводится оценка качества гидрокарбоната натрия и карбоната аммония?
6. В чем сущность методов определения массовой доли гидрокарбоната натрия и карбоната натрия в гидрокарбонате натрия?
7. В чем особенность определения массовой доли влаги и пробы на мышьяк в гидрокарбонате натрия?
8. Как определяют массовую долю амиака в карбонате аммония?
9. В чем сущность методов определения содержания нелетучих веществ, отсутствия тяжелых металлов в карбонате аммония?
10. Как определить растворимость карбоната аммония?

РАБОТА 25. АНАЛИЗ ПОВАРЕННОЙ СОЛИ

Поваренная соль представляет собой природный хлорид натрия с очень незначительной примесью других солей. Она хорошо растворяется в воде, в 100 частях воды при 20 °С растворяется 35,6 части поваренной соли. С повышением температуры ее растворимость повышается, но весьма незначительно. В спирте и многих органических растворителях соль нерастворима. Чистый хлорид натрия негигроскопичен, поваренная соль же вследствие содержания в ней хлоридов кальция и магния — гигроскопична. Порогом гигроскопичности, т. е. относительной влажности воздуха, при которой начинается поглощение влаги солью, являются 75 %.

Кристаллы хлорида натрия прозрачны, однако в мелкодробленном виде соль имеет белый цвет. Находящиеся в ней примеси придают ей различные оттенки. Соль не обладает запахом.

Поваренную соль добывают различными способами. В зависимости от этого различают соль каменную, самосадочную, садочную и выварочную.

Каменная соль залегает мощными пластами на большой глубине и добывается горным способом путем устройства шахт. Добытая соль размалывается и просеивается для сортировки по

крупноте зерен. Она отличается высокой степенью чистоты и малым содержанием влаги.

Самосадочная соль находится в виде пластов на дне соленых озер. Летом, когда озера высыхают, ее легко добывать технически. Этот вид соли является основным.

Садочная (или бассейновая) соль получается из естественных или искусственных соленых водоемов путем выпаривания или вымораживания, при этом вследствие пересыщения выпадает в осадок. Этот вид соли добывается в незначительных количествах.

Выварочная соль получается путем выпаривания из рассолов, добываемых прокачиванием воды через подземные залежи соли. Полученные рассолы содержат до 30% хлористого натрия и примеси иных солей, которые удаляют в результате химической очистки. Затем рассол уваривают под вакуумом для кристаллизации соли, которую центрифугируют, высушивают и просеивают. Наиболее чистой является выварочная соль.

Примеси оказывают влияние на свойства поваренной соли. Кроме влияния на гигроскопичность, о чем говорилось выше, соли магния придают ей горьковатый привкус, соли кальция — грубый щелочной вкус. Примеси солей железа вызывают при соприкосновении с жирами красно-бурые пятна и, являясь катализаторами окислительных процессов, ускоряют прогоркание жиров.

Для районов страны, где в питьевой воде содержится недостаточное количество йода, в целях профилактики эндемического зоба выпускают йодированную соль с добавлением 25 г йодистого калия на 1 т соли, а для его стабилизации во все сорта, кроме сорта «Экстра», вводят тиосульфат натрия в количестве 250 г на 1 т.

В основу деления соли по сортам положена чистота соли и крупнота ее частиц (тонина размол). По сортам выпускается соль «Экстра», высшего, I и II сортов. По крупноте помола различают помол № 0, являющийся самым мелким, № 1, 2 и 3.

ГОСТ 13284—85 и ГОСТ 13830—84 предусматривает определение органолептических, физико-химических показателей и гранулометрического состава соли.

Определение цвета, вкуса и запаха соли. По органолептическим показателям цвет соли «Экстра» и высшего сорта должен быть белым, а у I и II — белым с возможными оттенками: сероватым, голубоватым или желтоватым. Запах соли определяют непосредственно после растирания навески 20 г в чистой фарфоровой ступке. В холодное время года соль перед растиранием выдерживают в закрытом сосуде 10—15 мин при температуре 20 °С. Запах у соли должен отсутствовать. Для определения вкуса, который должен быть чисто соленым, готовят 5%-ный раствор соли в дистиллированной воде, имеющий температуру 15—25 °С. В со-

ли не должны содержаться заметные глазу посторонние примеси. Согласно ГОСТ 13830—84 качество поваренной соли должно удовлетворять следующим требованиям (табл. 26).

Таблица 26

Показатели качества	Сорт			
	«Экстра»	высший	I	II
Массовая доля хлористого натрия, % в пересчете на сухие вещества, не менее	99,7	98,4	97,7	97,0
Массовая доля нерастворимых в воде веществ, % в пересчете на сухие вещества, не более	0,03	0,16	0,45	0,85
Массовая доля влаги, %, не более:				
выварочной соли	0,1	0,1	0,1	—
каменной соли	—	0,25	0,25	0,25
самосадочной и садочной соли	—	3,00	3,00	4,00

Реакция водного раствора соли на лакмус должна быть нейтральной или близкой к ней.

ГОСТ устанавливает нормы содержания массовой доли различных ионов в зависимости от сорта поваренной соли: кальция-иона (0,02—0,65%), магния-иона (0,01—0,25%), сульфат-иона (0,16—1,5%), а также ряда солей: оксида железа (III) и сульфата натрия, количество которых измеряется десятими, сотыми или тысячными долями процента.

Гранулометрический состав поваренной соли зависит от ее сорта и номера помола.

Определение реакции соли по лакмусу. Этот показатель, как и все последующие, определяется в соответствии с ГОСТ 13685—84.

Техника определения — навеску соли массой около 5 г растворяют в 15 см³ дистиллированной воды, опускают в раствор красную и синюю лакмусовые бумажки, наблюдая за изменением их окрасок; соответственно определяют реакцию раствора: «кислая по лакмусу», «нейтральная по лакмусу», «слабокислая по лакмусу», «щелочная по лакмусу» или «слабощелочная по лакмусу». Соль со слабокислой или слабощелочной реакцией по лакмусу считается соответствующей требованиям стандарта.

Определение массовой доли влаги. Техника определения — в предварительно высушенную и взвешенную бюксу помещают навеску соли массой около 10 г и взвешивают с погрешностью $\pm 0,001$ г. Высушивание проводят в сушильном шкафу при температуре 140—150 °С до постоянной массы. Первое взве-

шиванье осуществляют через час после помещения навески в шкаф, последующие — через каждые 30 мин. Постоянная масса считается достигнутой, если разница между двумя взвешиваниями не превышает 0,001 г.

Соль типа дробленка перед взятием навески для определения массовой доли влаги измельчают до размера зерна не более 5 мм.

Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ. Метод основан на выделении из раствора соли веществ, нерастворимых в воде, путем фильтрации с последующим высушиванием и взвешиванием.

Техника определения — предварительно подготовленную для анализа пробу соли растирают вручную в фарфоровой ступке или на механических истирателях и просеивают через сито с отверстиями 0,25 мм до полного прохождения продукта через ячейки сита.

В предварительно высушенную и взвешенную бюксу берут навеску соли массой 10 г с погрешностью $\pm 0,0002$ г. При испытании сорта «Экстра» масса навески должна быть не менее 50 г. Ее количественно переносят в стакан вместимостью 300 см³ и добавляют 150—200 см³ горячей дистиллированной воды. Полученный раствор накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане 30 мин. Раствор охлаждают до температуры 20—25 °С и фильтруют через беззольный фильтр «синяя лента», предварительно высушенный при температуре 100—105 °С, охлажденный в эксикаторе и взвешенный.

Остаток на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с нитратом серебра). Фильтр с нерастворимым осадком переносят в бюксу и высушивают при температуре 100—105 °С до постоянной массы. Первое взвешивание — через 1 ч после помещения осадка в шкаф, последующие — через 0,5 ч. Сушку считают законченной, если разница между двумя взвешиваниями не превышает 0,0002 г.

Массовая доля нерастворимых в воде веществ определяется по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1) 100 - 100}{m(100 - W)} \times$$

где X — массовая доля нерастворимых в воде веществ в пересчете на сухие вещества, %; m_2 — масса бюксы с фильтром и нерастворимым в воде осадком после высушивания, г; m_1 — масса бюксы с фильтром, г; m — масса соли, г; W — массовая доля влаги, %.

Запись в лабораторном журнале

Масса соли (m)	г
Масса бюксы с фильтром (m_1)	г
Масса бюксы с фильтром и нерастворимым в воде осадком после высушивания (m_2)	г

Масса нерастворимого в воде осадка	г
$(m_2 - m_1)$	
Массовая доля влаги (W)	%
Массовая доля нерастворимых в воде веществ в пересчете на сухие вещества (X)	%
Закключение	

Контрольные вопросы

1. Какими свойствами обладает поваренная соль?
2. Какие существуют виды поваренной соли? Какими способами ее получают?
3. Как проводится качественная оценка соли?
4. Для какой цели проводится реакция соли по лакмусу?
5. В чем особенность определения массовой доли влаги в соли?
6. На чем основан метод определения массовой доли нерастворимых в воде веществ?
7. Какое влияние оказывают на качество соли различные примеси?

РАБОТА 26. АНАЛИЗ ПИЩЕВЫХ КИСЛОТ

Пищевые кислоты применяют при производстве кондитерских изделий, пищевых концентратов, безалкогольных напитков, желе, конфитюра, повидла, плодовых и ягодных соков, маринадов. В пищевой промышленности используют в основном лимонную, молочную, винную (винно-каменную), яблочную кислоты.

Качество пищевых кислот характеризуется по органолептическим (внешний вид и цвет, вкус, запах, структура) и физико-химическим показателям.

Анализ качества лимонной кислоты. Пищевая лимонная кислота является трехосновной кислотой, получают ее в результате ферментации сахаросодержащего сырья плесневым грибом *Aspergillus niger*. Основным сырьем для производства лимонной кислоты служит меласса. Биосинтез лимонной кислоты осуществляют поверхностным или глубинным способом. При более совершенном глубинном способе ферментации используют специальные аппараты — ферментаторы, в которых готовят питательные среды из мелассного раствора и растворов солей, затем вносят культуру посевного материала. Сброженная среда содержит смесь лимонной, глюконовой и щавелевой кислот. Для выделения лимонной кислоты к сброженному раствору добавляют мел, при этом образуются осадки цитрата и оксалата кальция, отделяемые фильтрованием. Осадок промывают и обрабатывают серной кислотой, цитрат кальция разлагается с образованием свободной лимонной кислоты и гипса. Полученный раствор лимонной кислоты подвергают очистке, затем упаривают, проводят кристаллизацию, отделяют и сушат кристаллическую лимонную кислоту.

Пищевая лимонная кислота $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ согласно

ГОСТ 908—79 вырабатывается в форме моногидрата следующих сортов: «Экстра», высший и I. Это бесцветный кристаллический или белый порошок без комков, для кислоты I сорта допускается желтоватый оттенок, имеет кислый вкус без постороннего привкуса, структура сыпучая и сухая, на ощупь не липкая. Раствор кислоты в дистиллированной воде концентрацией 2% не должен иметь запаха.

По физико-химическим показателям качество пищевой лимонной кислоты должно соответствовать следующим требованиям (табл. 27).

Таблица 27

Показатель	Нормы для сортов лимонной кислоты		
	«Экстра»	высший	I
Массовая доля кислоты в пересчете на моногидрат, %:			
не менее	99,5	99,5	99,5
не более	101,0	Не нормируется	
Цвет, единицы показателя цветности раствора йодной шкалы, не более	4	6	10
Массовая доля золы, %, не более	0,07	0,10	0,35

В лимонной кислоте определяют массовые доли свободной серной кислоты, мышьяка, сульфатной золы, проводят пробы на наличие свинца, меди, цинка, олова, оксалатов, бария, феррицианидов.

Определение массовой доли лимонной кислоты. Метод основан на нейтрализации лимонной кислоты 1 н. раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина.

Техника определения — в сухом стаканчике или бюксе взвешивают около 2 г лимонной кислоты с точностью до 0,0002 г. Навеску количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 50 см³ дистиллированной воды. Прибавляют к раствору 3—5 капель фенолфталеина и титруют 1 н. раствором гидроксида натрия до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Массовую долю лимонной кислоты M_A (в %) вычисляют по формуле

$$M_A = \frac{0,07V \cdot 100}{m},$$

где 0,07 — количество лимонной кислоты, соответствующее 1 см³ 1 н. раствора гидроксида, г; V — объем 1 н. раствора гидроксида, пошедший на титрование, см³; m — масса кислоты, г.

Запись в лабораторном журнале

Масса бюксы	г
Масса бюксы с кислотой	г
Масса кислоты (m)	г
Объем 1 н. раствора гидроксида, пошедший на титрование (V)	см ³
Количество лимонной кислоты (моногидрата), соответствующее 1 см ³ 1 н. раствора гидроксида натрия	0,07 г
Массовая доля лимонной кислоты (M_d)	%
Заключение	

Определение цвета. Проводят сравнение раствора лимонной кислоты концентрацией 60 г в 100 см³ с растворами йодной шкалы. Определять можно визуальным или инструментальным методами.

Фотоэлектроколориметрический метод основан на измерении оптической плотности раствора лимонной кислоты (60 г в 100 см³) и определении величины показателя цветности по калибровочной кривой, построенной по растворам йодной шкалы.

Цвет лимонной кислоты выражают в единицах показателя цветности раствора йодной шкалы и округляют до целого значения.

Техника определения — взвешивают 60 г лимонной кислоты с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в стакане в горячей дистиллированной воде при нагревании на водяной бане. Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают до комнатной температуры, доводят дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют под вакуумом через два слоя фильтра, первые порции фильтрата отбрасывают.

Фильтрат помещают в кювету с толщиной слоя раствора 50 мм фотоэлектроколориметра ФЭК-56М или аналогичного прибора. Определение оптической плотности проводят при длине волны 400 нм (светофильтр № 3), раствором сравнения является дистиллированная вода.

По величине оптической плотности раствора лимонной кислоты определяют показатель цветности по калибровочной кривой.

Для построения калибровочной кривой готовят растворы йодной шкалы (растворы сравнения) путем смешивания основного раствора йода с водой. При приготовлении основного раствора йода, содержащего 0,1 мг йода в 1 см³ раствора, навеску 0,4 г йодида калия, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в небольшом количестве воды, приливают 0,79 см³ 0,1 н. раствора йода, объем раствора доводят до метки и перемешивают. Основной раствор можно хранить в течение 2 мес в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

Таблица 29

Йодная шкала	Показатель плотности											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Основной раствор, см ³	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Дистиллированная вода, см ³	99	98	97	96	95	94	93	92	91	90	89	88

Растворы сравнения готовят непосредственно перед определением из основного раствора и дистиллированной воды в различных соотношениях (табл. 28).

В мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят градуированной пипеткой или бюреткой с погрешностью не более 0,02 см³ основной раствор, доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают.

Определяют оптическую плотность растворов йодной шкалы на ФЭК-56М при длине волны 400 нм в кювете с толщиной слоя раствора 50 мм, раствор сравнения — вода. При построении калибровочной кривой откладывают по оси абсцисс показатель цветности раствора, а по оси ординат — величину оптической плотности.

Запись в лабораторном журнале

Величина оптической плотности раствора лимонной кислоты

Цвет лимонной кислоты, единицы показателя цветности раствора йодной шкалы

Заключение

Определение массовой доли золы. Метод основан на определении несгораемого остатка лимонной кислоты при сжигании ее в муфельной печи при температуре 600—800°C.

Техника определения — в предварительно доведенном до постоянной массы тигле взвешивают около 2—3 г лимонной кислоты с погрешностью не более 0,0002 г. Осторожно озоляют лимонную кислоту и прокаливают в муфельной печи при температуре 600—800°C. После первого прокаливания охлаждают тигель и смачивают его содержимое тремя каплями 10%-ного раствора нитрата аммония. Затем подсушивают и прокаливают тигель до постоянной массы.

Массовую долю золы выражают в % с точностью до 0,01%.

Запись в лабораторном журнале

Масса тигля . г

Масса тигля с кислотой до озонирования г

Масса кислоты г

Анализ качества молочной кислоты. Пищевую молочную кислоту получают ферментацией углеводсодержащего сырья термофильными молочнокислыми бактериями *Bact. Delbruckii*. В качестве сырья для получения сусла применяют рафинадную патоку, мелассу, предварительно осахаренный картофельный и кукурузный крахмал. Молочную кислоту производят методом анаэробной глубинной ферментации. В процессе брожения выделяющуюся молочную кислоту нейтрализуют мелом, образуется лактат кальция, растворимый в горячей воде. Сброженное сусло температурой 80—90 °С очищают и фильтруют. При последующем охлаждении происходит кристаллизация лактата кальция, его отделяют, промывают и обрабатывают серной кислотой. Полученный раствор молочной кислоты очищают и упаривают под вакуумом.

Пищевая молочная кислота $C_3H_6O_3$ представляет собой 40%-ный водный раствор молочной кислоты, согласно ГОСТ 490—79 выпускается высшего, I, II сортов.

Молочная кислота является нестойким химическим соединением. Водный раствор молочной кислоты содержит различные продукты ее дегидратации, называемые ангидридами молочной кислоты (лактилы, ангидриды, лактиды). Ангидриды имеют менее кислый вкус, что снижает качество молочной кислоты.

По органолептическим показателям молочная кислота представляет собой прозрачную жидкость без мути и осадка, со слабым специфическим запахом молочной кислоты, кислым вкусом без постороннего привкуса, она не должна иметь неприятного запаха, обусловленного присутствием летучих кислот.

По физико-химическим показателям качество пищевой молочной кислоты должно соответствовать следующим требованиям (табл. 29).

В молочной кислоте определяют содержание железа, мышьяка, сульфатов, проводят пробы на наличие бария, солей тяжелых металлов, ферроцианидов, цианистоводородной кислоты, свободной серной кислоты.

Определение массовой доли общей молочной кислоты и прямотитруемой молочной кислоты. Определение включает нейтрализацию молочной кислоты раствором гидроксида натрия, последующее омыление ангидридов основанием и нейтрализацию избытка гидроксида раствором серной кислоты.

Техника определения — 20 г молочной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят до метки ди-

Таблица 29

Показатель	Нормы для сортов молочной кислоты		
	высший	I	II
Массовая доля общей молочной кислоты, %	40,0±1,0	40,0±1,0	40,0±1,0
Массовая доля прямотитруемой молочной кислоты, %, не менее	37,5	37,5	35,0
Массовая доля ангидридов, %, не более	2,5	2,5	5,0
Цветность, усл. градусы, не более	6,5	10	30
Массовая доля золы, %, не более	0,6	1,0	4,0
Массовая доля редуцирующих веществ, %, не более	1,0	Не нормируется	

стиллированной водой и тщательно перемешивают. В коническую колбу вместимостью 250 см³ пипеткой вносят 25 см³ раствора, 70—80 см³ дистиллированной воды, 3—5 капель фенолфталеина и титруют 1 н. раствором гидроксида натрия до слабо-розового окрашивания. Записывают объем гидроксида натрия, израсходованный на нейтрализацию прямотитруемой молочной кислоты.

К нейтрализованному раствору молочной кислоты приливают из бюретки 1 н. раствор гидроксида натрия до общего объема 20 см³. Колбу соединяют с обратным холодильником, кипятят в течение 5 мин и охлаждают, закрыв колбу пробкой со вставленной трубкой с натронной известью. Затем содержимое колбы титруют 1 н. раствором серной кислоты до обесцвечивания раствора.

Проводят контрольный опыт, для чего в колбу вместимостью 250 см³ вносят пипеткой 10 см³ 1 н. раствора гидроксида натрия и 90 см³ дистиллированной воды, колбу соединяют с обратным холодильником, кипятят 5 мин, охлаждают и титруют 1 н. раствором серной кислоты. Коэффициент контрольного опыта рассчитывают путем деления объема 1 н. раствора гидроксида натрия на объем 1 н. раствора серной кислоты, пошедший на титрование.

Массовую долю прямотитруемой молочной кислоты M_m (в %) определяют по формуле

$$M_m = \frac{V_1 \cdot 0,09 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot 20} = 4,5V_1,$$

где V_1 — количество 1 н. раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование молочной кислоты, см³; 0,09 — количество молочной кислоты, соответствующее 1 см³ 1 н. раствора гидроксида натрия, г; 250 — вместимость мерной колбы, см³; 25 — количество раствора молочной кислоты, взятое на определение, см³; 20 — масса молочной кислоты, г.

Массовую долю общей молочной кислоты M_o (в %) определяют по формуле

$$M_o = \frac{(20 - KV_2)0,09 \cdot 250 \cdot 100}{25 \cdot 20} = 4,5(20 - KV_2),$$

где 20 — объем 1 н. раствора гидроксида натрия, см³; K — коэффициент контрольного опыта; V_2 — количество 1 н. раствора серной кислоты, пошедшее на титрование избытка щелочи, см³.

По разности между массовыми долями общей молочной кислоты и прямотитруемой молочной кислоты вычисляют массовую долю прямонетитруемой молочной кислоты (в %):

$$M_n = M_o - M_m.$$

Прямонетитруемая молочная кислота включает ангидриды и редуцирующие вещества. Определив содержание редуцирующих веществ путем титрования раствором молочной кислоты щелочного раствора меди, можно вычислить массовую долю ангидридов по разности между массовыми долями прямонетитруемой кислоты и редуцирующих веществ.

Запись в лабораторном журнале

Объем 1 н. раствора гидроксида натрия, пошедший на титрование молочной кислоты (V_1)	см ³
Количество молочной кислоты, соответствующее 1 см ³ 1 н. раствора гидроксида натрия	0,09 г
Объем 1 н. раствора серной кислоты, пошедший на титрование избытка гидроксида натрия (V_2)	см ³
Коэффициент контрольного опыта (K)	
Массовая доля общей молочной кислоты	%
Массовая доля прямотитруемой молочной кислоты	%
Заключение	

Определение цветности. Цветность молочной кислоты выражают в условных градусах. Один градус цветности соответствует цвету раствора йода, содержащего 1 см³ 0,1 н. раствора йода в 1 дм³.

Фотоэлектроколориметрический метод определения цветности молочной кислоты заключается в измерении величины оптической плотности молочной кислоты и сравнении ее с оптической плотностью стандартного раствора.

Техника определения — молочную кислоту помещают в кювету с толщиной слоя раствора 10 мм и определяют оптическую плотность на ФЭК-56М или аналогичном приборе при длине волны 400 нм, используя в качестве раствора сравнения дистиллированную воду. При оптической плотности более 1,3—1,4 молочную кислоту разбавляют в 2—3 раза дистиллированной водой, определяют цветность и пересчитывают на исходную кислоту.

По величине оптической плотности молочной кислоты определяют цветность в условных градусах с помощью калибровочной кривой.

Для построения калибровочной кривой готовят серию стандартных растворов различной концентрации. Исходный стандартный раствор содержит 16,2000 г нитрата уранила, 2,6300 г сульфата кобальта, 11,2 см³ 0,001%-ного раствора метилового фиолетового в 100 см³ дистиллированной воды. Этот раствор соответствует 20 усл. град цветности.

Для приготовления серии стандартных растворов в 19 пробирок отмеривают с помощью градуированной пипетки или бюретки исходный стандартный раствор и дистиллированную воду в количествах, указанных в табл. 30.

Таблица 30

Условные градусы цветности	Компонент шкалы		Условные градусы цветности	Компонент шкалы	
	стандартный раствор, см ³	дистиллиро- ванная вода, см ³		стандартный раствор, см ³	дистиллиро- ванная вода, см ³
1	0,5	9,5	11	5,5	4,5
2	1,0	9,0	12	6,0	4,0
3	1,5	8,5	13	6,5	3,5
4	2,0	8,0	14	7,0	3,0
5	2,5	7,5	15	7,5	2,5
6	3,0	7,0	16	8,0	2,0
7	3,5	6,5	17	8,5	1,5
8	4,0	6,0	18	9,0	1,0
9	4,5	5,5	19	9,5	0,5
10	5,0	5,0	20	10	—

Определяют оптическую плотность полученных стандартных растворов на ФЭК-56М при длине волны 400 нм. Строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс условные градусы цветности, а по оси ординат — величину оптической плотности.

Запись в лабораторном журнале

Величина оптической плотности молочной кислоты

Цветность молочной кислоты

усл. град

Заключение

Определение массовой доли золы. Определяют количество несгораемого остатка молочной кислоты при сжигании ее в муфельной печи при 600—800 °С.

Техника определения — в предварительно доведенном до постоянной массы тигле взвешивают около 2—5 г молочной кислоты с погрешностью не более 0,0002 г, упаривают досуха на

песочной бане, озоляют, доводят до постоянной массы в муфельной печи при температуре 600—800 °С, охлаждают и взвешивают.

Массовую долю золы выражают в % с точностью до 0,01 %.

Запись в лабораторном журнале

Масса тигля	г
Масса тигля с молочной кислотой до озоления	г
Масса молочной кислоты	г
Масса тигля с золой	г
Массовая доля золы	%
Закключение	

Анализ качества винной кислоты. Пищевую кристаллическую винную кислоту получают из отходов виноделия. Согласно ГОСТ 21205—83 винная кислота $C_4H_6O_6$ вырабатывается высшего и I сортов. Она представляет собой бесцветные кристаллы или белый порошок. Для кислоты I сорта допускается желтоватый оттенок, она имеет кислый вкус. 2%-ный раствор кислоты в дистиллированной воде не должен иметь запаха.

По физико-химическим показателям винная кислота должна соответствовать следующим требованиям (табл. 31).

Таблица 31

Показатель	Нормы для сортов винной кислоты	
	высший	I
Массовая доля винной кислоты, %, не менее	99,0	99,0
Массовая доля золы, %, не более	0,3	0,5

В винной кислоте определяют содержание свободной серной кислоты, меди, мышьяка, хлоридов, сульфатов, проводят пробы на свинец, оксалаты, ферроцианиды, барий.

Массовую долю винной кислоты определяют так же, как и лимонной кислоты. Техника определения и порядок записи в лабораторном журнале изложены в соответствующем разделе. Количество винной кислоты, соответствующее 1 см³ 1 н. раствора гидроксидна натрия, составляет 0,075 г.

Массовую долю золы определяют так же, как при анализе лимонной кислоты. Техника определения и форма записи данных приведены в соответствующем разделе.

1. Какие кислоты используют при производстве пищевых продуктов?
2. Как проводится органолептическая оценка качества пищевых кислот?
3. Какова методика определения массовой доли кислоты?
4. Какие методы существуют для определения цвета кислоты? Какова сущность фотоэлектроколориметрического метода определения цвета кислоты?
5. Как определяется содержание в пищевых кислотах минеральных веществ?

РАБОТА 27. АНАЛИЗ ФЕРМЕНТНЫХ ПРЕПАРАТОВ

Важным средством совершенствования технологического процесса производства хлеба и улучшения его качества является применение ферментных препаратов, выделенных из культур микроорганизмов.

Ферментные препараты оказывают существенное влияние на скорость биохимических и микробиологических процессов, реологические свойства теста и хлеба. Их использование приводит к увеличению объема хлеба, замедлению процесса черствения.

Развитие микробиологической промышленности в нашей стране позволило обеспечить выпуск в промышленных масштабах разнообразных ферментных препаратов высокой степени очистки, содержащих комплекс ферментов, с преобладанием определенного вида фермента. В качестве продуцентов ферментов используются различные микроорганизмы: грибы, бактерии, дрожжи.

Выбор и применение того или иного типа ферментного препарата зависят от качества муки, рецептуры и способа приготовления теста и хлеба. Наиболее широко в отечественном хлебопечении используются амилолитические ферментные препараты, которые содержат преимущественно амилолитические ферменты, а также могут содержать в незначительном количестве протеолитические и другие ферменты гидролитического действия.

Гидролиз крахмала катализируют α -амилаза, β -амилаза и глюкоамилаза. Эти ферменты различаются по своим свойствам, способу воздействия на крахмал и распространению в природе. Кроме того, α -амилаза различного происхождения имеет существенные отличия в свойствах и механизме действия на крахмал.

α -Амилаза более чувствительна к кислотности среды, оптимум ее действия лежит при pH около 5,7, а β -амилаза имеет оптимум действия при pH 4,2. α -Амилаза более устойчива к действию повышенных температур.

α -Амилазы различного происхождения различаются по своей устойчивости к температуре. Грибная α -амилаза быстрее разрушается при повышенной температуре, α -амилаза солода более устойчива к температуре и наиболее термостабильна бактериальная α -амилаза. α -Амилаза выделенная из бактерий, отличается

и иным характером воздействия на крахмал. Она вызывает быстрое разжижение крахмального клейстера, действуя на нативный крахмал, разрушает его зерна на отдельные фрагменты, повышая тем самым его атакуемость. В сочетании с высокой термостабильностью такое воздействие бактериальной α -амилазы в процессе выпечки хлеба приводит к значительному повышению содержания декстринов, что отрицательно влияет на физические свойства мякиша хлеба. Однако добавление бактериальных амилаз в строго контролируемых дозах приводит к образованию более нежного мякиша хлеба и способствует замедлению черствения хлеба.

Глюкоамилаза (α -1,4-глюкоангидролаза) гидролизует крахмал, поли- и олигосахариды до глюкозы и способна воздействовать как на α -1,4-, так и на α -1,6-связи. Продуцируется фермент плесневыми грибами и некоторыми видами дрожжей. Особенно эффективно использование этого фермента совместно с грибной α -амилазой, так как образуемые α -амилазой декстрины расщепляются глюкоамилазой до глюкозы.

Из других гидролитических ферментов для хлебопекарной промышленности имеет большое значение β -галактозидаза, гидролизующая молочный сахар (лактозу) до глюкозы и галактозы. В настоящее время одним из эффективных средств повышения пищевой ценности хлеба является применение различных продуктов молочной промышленности (молочная и подсырная сыворотка, сухое обезжиренное молоко и т. д.). Однако введение этих продуктов в больших количествах приводит к снижению интенсивности газообразования в тесте, ухудшаются реологические свойства теста, снижается качество хлеба. Это обусловлено в основном тем, что хлебопекарные дрожжи не сбраживают лактозу и снижение скорости микробиологических и биохимических процессов приводит к негативным явлениям.

Использование же β -галактозидазы совместно с побочными продуктами молочной промышленности позволяет интенсифицировать процесс брожения, повысить содержание белка в хлебе до 30%, улучшить качество хлеба.

Эффективность использования ферментных препаратов в хлебопечении зависит не только от качества основного сырья, но и в значительной степени от дозы вносимого ферментного препарата. Количество вносимого препарата определяют, исходя из активности основного фермента, входящего в состав ферментного препарата.

За единицу активности E любого фермента (по Международной классификации) принимается количество фермента, которое катализирует превращение одного микромоля субстрата в минуту при заданных стандартных условиях. Если субстратом служит молекула, в которой фермент атакует более чем одну

связь (белок, полисахарид, пектин и т. д.), за скорость реакции принимается число расщепленных связей.

Однако при использовании ферментных препаратов в промышленности за единицу активности фермента принимается такое количество фермента, которое катализирует расщепление 1 г субстрата за 1 ч (или за 1 мин) в принятых условиях.

Таким образом, количество ферментов в препаратах определяют косвенным путем — по скорости катализируемой ферментами реакции. Но эта скорость зависит также от концентрации субстрата, от количественного соотношения фермента и субстрата и условий реакции — температуры, длительности и активной кислотности (рН) среды. На скорость реакции оказывает влияние присутствие ингибиторов и активаторов. Поэтому определение активности препаратов проводят в строго постоянных условиях.

Все выпускаемые промышленностью ферментные препараты имеют специальную номенклатуру. Наименование препарата содержит название основного фермента и вид продуцента (микроорганизм, из которого получен ферментный препарат). Название содержит обязательное окончание «ин». После названия следуют буквы и число. Буквы «Г» или «П» характеризуют способ культивирования микроорганизма — глубинный или поверхностный. Буквой «Х» условно обозначают содержание фермента в стандартной культуре, которая обладает строго определенной активностью на единицу массы. Числом условно выражают степень очистки препарата: 2 — сироп; 3 — высушенная культуральная жидкость или диффузионная вытяжка; 10, 15, 20 — очищенные препараты, полученные осаждением органическими растворителями, солями или другими методами.

В хлебопекарной промышленности чаще всего применяют два ферментных препарата. Амилоризин П10х — очищенный препарат из культуры плесневого гриба *Aspergillus oryzae*, выращенной поверхностным способом, основной фермент — α -амилаза и амилосубтилин Г10х — очищенный препарат бактериального происхождения, выделенный из *Bacillus subtilis*, основной фермент — α -амилаза.

Все препараты, выпускаемые промышленностью, имеют стандартную активность $A_{ст}$, соответствующую принятым государственным или отраслевым стандартам. Однако в зависимости от степени очистки и других факторов препараты могут отличаться по содержанию основного фермента. Для сравнения препаратов используют формулу пересчета

$$Q_{ст} = Q_t A_0 / A_{ст},$$

где $Q_{ст}$ — количество стандартного препарата; Q_t — количество товарного препарата; A_0 — фактическая ферментативная активность товарного препарата,

ед/г сухого вещества; $A_{ст}$ — активность препарата по ОСТу или ГОСТу, ед/г сухого вещества.

В соответствии с ГОСТ 202641—74 ферментные препараты характеризуются по органолептическим, физико-химическим и микробиологическим показателям.

Определение амилолитической активности ферментных препаратов. В соответствии с ГОСТ 20264.4—74 амилолитическую активность ферментных препаратов определяют колориметрическим методом, основанным на гидролизе крахмала ферментами амилолитического комплекса декстринов различной молекулярной массы.

За единицу амилолитической активности (АС) принимают такое количество фермента, которое катализирует гидролиз 1 г крахмала за 1 ч. Ферментативная реакция проводится при температуре 30 °С и pH среды: 4,7 — для грибных препаратов, 6,0 — для бактериальных и 4,8—4,9 — для солодовых.

Необходимые реактивы: 1%-ный раствор крахмала (субстрат), ацетатный буферный раствор с pH 4,7; фосфатный буферный раствор с pH 6,0; 0,1 н. раствор HCl; основной и рабочий растворы йода; основной и рабочий растворы ферментного препарата.

Приготовление 1%-ного раствора крахмала (субстрат) — используют растворимый крахмал (ГОСТ 10163—76) с учетом массовой доли в нем, которую определяют методом высушивания до постоянной массы (см. работу 2). Навеску крахмала a (в %) рассчитывают по формуле

$$a = V \cdot l / (100 - W),$$

где V — вместимость мерной колбы для приготовления раствора крахмала, см³; l — требуемая концентрация крахмала в растворе; W — массовая доля влаги в крахмале, %.

Навеску крахмала (a) взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в предварительно взвешенном химическом стаканчике, количественно переносят в мерную колбу и добавляют дистиллированной воды до половины объема мерной колбы. Суспензию перемешивают и помещают в кипящую водяную баню, непрерывно перемешивая, выдерживают в бане до полного растворения крахмала. Полученный раствор охлаждают, добавляют 10 см³ соответствующего буферного раствора, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Полученный раствор можно использовать в течение 10 дней при условии хранения на холоде. Перед использованием такой субстрат нагревают в кипящей водяной бане в течение 5—10 мин, а затем охлаждают.

Приготовление растворов йода — для получения основного раствора йода 0,5 г металлического йода (ГОСТ

4159—79) и 5 г йодида калия (ГОСТ 4232—74) взвешивают в бюксе с притертой крышкой и растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды (около 2 см³) при закрытой крышке и перемешивании. После растворения йода раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³ с притертой пробкой и доводят объем в колбе до метки дистиллированной водой. Полученный раствор хранят в темном месте не более 30 сут.

Рабочий раствор йода готовят перед анализом, для чего 2 см³ основного раствора разводят 0,1 н. раствором HCl в мерной колбе вместимостью 100 см³. Затем проверяют оптическую плотность полученного раствора на фотоэлектроколориметре со светофильтром с максимумом светопропускания при $\lambda = 453$ нм в кювете с толщиной слоя раствора 1 см. Оптическая плотность рабочего раствора йода должна быть равна $0,22 \pm 0,01$. В случае отклонения плотности от указанной величины добавляют к раствору несколько капель кислоты или основного раствора йода.

Приготовление раствора ферментного препарата — для приготовления основного раствора 0,1 г ферментного препарата взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в стаканчике вместимостью 25—30 см³, тщательно растирают стеклянной палочкой с небольшим количеством воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят объем жидкости дистиллированной водой до метки, перемешивают и при необходимости полученный раствор фильтруют. Основной раствор может храниться в течение 1 сут при температуре от +2 до —4°C.

Рабочий раствор фермента готовят из основного раствора, разбавляя его так, чтобы в 5 см³ рабочего раствора содержалось такое количество фермента, которое обеспечивает в принятых условиях гидролиз крахмала от 20 до 70%. Для этого берут различное количество основного раствора (в зависимости от активности исследуемого препарата) и разбавляют его водой до 50 см³ (при испытании препарата с активностью от 20 до 700 ед/г) и до 200 см³ (при активности 700 ед/г и выше).

Количество основного раствора препарата, которое необходимо взять для приготовления рабочего раствора фермента, находят по табл. 32.

Все пипетки, используемые при испытании, должны иметь ватные тампоны (во избежание попадания в раствор слюны, содержащей амилазу).

Техника определения — в две пробирки диаметром 2 см и высотой 18 см наливают по 10 см³ 1%-ного раствора крахмала и ставят их в ультратермостат или водяную баню с температурой $30 \pm 0,2$ °C на 5—10 мин. Затем, не вынимая пробирок из термостата, наливают в первую пробирку 5 см³ дистиллиро-

Таблица 32

Амилитическая активность препарата (предполагаемая), ед г	Количество препарата в 5 см ³ рабочего раствора, мг	Количество рабочего раствора, необходимое для второго разбавления	Общий объем рабочего раствора, см ³
25—28	5,0	50	50
81—150	2,0	20	50
151—300	1,0	10	50
301—700	0,5	5	50
701—1200	0,25	10	200
1201—2500	0,125	5	200
2501—5000	0,05	2	200
Свыше 5000	0,025	1	200

ванной воды (контрольная), во вторую — 5 см³ ферментного раствора (опытная). Смеси быстро перемешивают и выдерживают в термостате 10 мин (по секундомеру). Затем из каждой пробирки (контрольного и опытного растворов) отбирают по 0,5 см³ раствора, переносят их в колбы с предварительно налитыми туда 50 см³ рабочего раствора йода и перемешивают. В результате одновременно происходит инактивация ферментов и йодокрахмальная реакция. Образуются окрашенные растворы: контрольный — синий, опытный — фиолетовый различной интенсивности в зависимости от количества непрогидролизованного крахмала.

Определяют оптическую плотность полученных растворов на фотоэлектроколориметре с использованием светофильтра с длиной волны $\lambda=656$ нм и кювет с толщиной слоя раствора 1 см. Контрольным раствором при колориметрировании является дистиллированная вода.

Полученная оптическая плотность контрольного образца D_1 характеризует количество взятого на ферментативную реакцию крахмала, а оптическая плотность опытного раствора D_2 соответствует количеству крахмала, находящегося в реакционной среде. Разница оптических плотностей растворов соответствует количеству прогидролизованного крахмала.

Количество гидролизованного крахмала C (в г) определяют по формуле $C=0,1(D_1-D_2)/D_1$, где 0,1 — количество крахмала, взятое для ферментативной реакции в качестве субстрата, г. Если C меньше 0,02 или больше 0,07, то испытание повторяют, приготовив новый рабочий раствор фермента, беря большее или меньшее количество исходного раствора для разбавления.

Если в результате ферментативной реакции количество превращенного крахмала находится в указанных пределах, полученные данные используют для расчета амилитической активности.

Амилолитическую активность AC (в ед/г) препаратов грибного происхождения определяют по формуле

$$AC_r = \frac{(7,264C - 0,03766) 1000}{P}$$

для препаратов бактериального происхождения:

$$AC_b = \frac{(5,885C - 0,001671) 1000}{P}$$

для солодовых препаратов:

$$AC_c = \frac{(6,889C - 0,02939) 1000}{P}$$

где 7,264; 0,03766; 5,885; 0,001671; 6,889; 0,02939 — коэффициенты расчетного уравнения зависимости количества гидролизованного крахмала от количества фермента, взятого для испытания, в коэффициенты введен множитель для пересчета на 1 ч действия фермента; C — количество прогидролизованного крахмала, г; 1000 — коэффициент пересчета миллиграмм в граммы; P — количество ферментного препарата, взятое для испытания, мг.

Запись в лабораторном журнале

Величина оптической плотности контрольного образца (D_1)

Величина оптической плотности опытного образца (D_2)

Количество гидролизованного крахмала (C)

г

Количество основного раствора ферментного препарата, взятое для приготовления рабочего раствора (V)

см³

Общий объем рабочего раствора ($V_{об}$)

см³

Количество ферментного препарата, взятое для проведения ферментативной реакции

мг

$$P = \frac{0,1 V \cdot 5}{100 V_{об}}$$

Амилолитическая активность исследуемого ферментного препарата (AC_r , AC_b или AC_c)

ед/г

Заключение

Определение осахаривающей активности ферментных препаратов. Метод основан на определении скорости ферментативной реакции превращения крахмала в редуцирующие сахара — мальтозу и глюкозу.

За единицу осахаривающей активности (OC) принято такое количество фермента, которое в строго определенных условиях за 1 мин при 30°C катализирует расщепление до восстанавливающих сахаров 1 мэкв гликозидных связей. OC выражается в ед/г ферментного препарата.

Необходимые реактивы: 1%-ный раствор крахмала (субстрат); ацетатный буферный раствор с pH 4,7; 0,1 н. раствор йода; 0,1 н. раствор тиосульфата натрия; раствор серной кисло-

ты (1:4); 0,1 н. раствор NaOH или KOH; 1 н. раствор соляной кислоты; фосфатный буферный раствор с pH 6,0.

Техника определения — готовят 0,1%-ный раствор ферментного препарата, для чего взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г навеску ферментного препарата массой 0,1 г, тщательно растирают стеклянной палочкой с небольшим количеством воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют.

При определении осахаривающей активности грибных препаратов для приготовления 1%-ного раствора крахмала используют ацетатный буферный раствор с pH 4,7, а при исследовании бактериальных препаратов — фосфатный буфер с pH 6,0. В 100 см³ раствора крахмала должно быть 10 см³ буферного раствора.

При анализе препаратов из грибных культур в конические колбы вместимостью 50 см³ вносят пипеткой 20 см³ субстрата (1%-ный раствор крахмала) и выдерживают в термостате или водяной бане с температурой $30 \pm 0,02^\circ\text{C}$ в течение 10 мин, затем в колбы добавляют от 1 до 10 см³ раствора ферментного препарата и перемешивают. Общий объем реакционной смеси должен быть 30 см³. Недостающий объем дополняют дистиллированной водой, которую вводят перед добавлением раствора ферментного препарата. Реакционную смесь выдерживают в термостате 10 мин, а затем для прекращения действия фермента добавляют 2 см³ 1 н. раствора соляной кислоты.

Для определения образовавшейся мальтозы содержимое колбы количественно переносят в коническую колбу вместимостью 300 см³, смывая остатки реакционной смеси дистиллированной водой в эту же колбу, добавляют туда пипеткой 20 см³ 0,1 н. раствора йода и 60 см³ 0,1 н. раствора NaOH или KOH. Раствор гидроксида натрия или калия добавляют по каплям при перемешивании, накрывают колбу часовым стеклом и оставляют на 15 мин в защищенном от света месте. Потом вводят 2 см³ H₂SO₄ (1:4) и титруют выделившийся йод 0,1 н. раствором тиосульфата натрия.

Одновременно ставят контрольный опыт в конической колбе с теми же количествами всех реагентов, только раствор ферментного препарата вводят после добавления 2 см³ 1 н. раствора соляной кислоты (без выдерживания в термостате).

Разница между результатом титрования контрольного и опытного растворов должна составлять 0,5—6,0 см³ 0,1 н. раствора тиосульфата натрия. Если разница меньше 0,5 или больше 6,0 см³, то анализ повторяют с большим или меньшим количеством раствора ферментного препарата.

При определении осахаривающей активности препаратов из

бактерий после введения 20 см³ 0,1 н. раствора йода к смеси добавляють 52,5 см³ 0,1 н. раствора NaOH или KOH, остальной ход определения остается без изменений.

Осахаривающую активность *OC* (в ед/г) в препаратах *Asp. oryzae* определяют по формуле

$$OC_1 = \frac{e}{mt}$$

где *e* — количество единиц активности, найденное по табл. 33 в соответствии с результатами титрования (разность титрований контрольного и опытного растворов 0,1 н. раствором Na₂S₂O₃), эквив гликозидных связей; *m* — масса навески препарата, взятого на анализ, г; *t* — время гидролиза, мин.

Таблица 33

Количество 0,1 н. раство- ра Na ₂ S ₂ O ₃ , см ³ (V _к - V _о)	Единицы <i>OC</i> (е)	Количество 0,1 н. раствора Na ₂ S ₂ O ₃ , см ³ (V _к - V _о)	Единицы <i>OC</i> (е)	Количество 0,1 н. раствора Na ₂ S ₂ O ₃ , см ³ (V _к - V _о)	Единицы <i>OC</i> (е)
0,1	5,0	2,1	118,9	4,1	273,8
0,2	10,0	2,2	125,5	4,2	283,2
0,3	15,0	2,3	132,1	4,3	292,8
0,4	20,2	2,4	138,9	4,4	302,7
0,5	25,5	2,5	145,8	4,5	312,8
0,6	30,8	2,6	152,8	4,6	323,1
0,7	36,2	2,7	159,9	4,7	333,6
0,8	41,6	2,8	167,1	4,8	344,4
0,9	47,0	2,9	174,4	4,9	355,5
1,0	52,6	3,0	181,9	5,0	366,9
1,1	58,2	3,1	189,5	5,1	378,6
1,2	63,9	3,2	197,2	5,2	390,6
1,3	69,7	3,3	205,1	5,3	402,9
1,4	75,5	3,4	213,1	5,4	415,6
1,5	81,5	3,5	221,3	5,5	428,8
1,6	87,6	3,6	229,6	5,6	442,3
1,7	93,6	3,7	238,1	5,7	456,2
1,8	99,8	3,8	246,8	5,8	470,6
1,9	106,1	3,9	255,6	5,9	485,0
2,0	112,5	4,0	264,6	6,0	501,2

Осахаривающую активность в препаратах *Asp. awamori* определяют по формуле

$$OC_2 = \frac{(V_k - V_o) 50}{mt}$$

где (V_к - V_о) — разность титрований контрольного и опытного растворов 0,1 н. раствором Na₂S₂O₃, см³; 50 — коэффициент пересчета на эквив гликозидных связей

Осахаривающую активность в препаратах *Bacillus subtilis* (Амилосубтилин Г10х) определяют по формуле

$$OC_3 = \frac{e_1}{mt}$$

где e_1 — количество единиц активности, найденное по табл. 34 в соответствии с результатом титрования (разность титрований контрольного и опытного растворов 0,1 н. раствором тиосульфата натрия), мкэв гликозидных связей.

Таблица 34

Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, см ³ ($V_K - V_0$)	Единицы ОС (e_1)	Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, см ³ ($V_K - V_0$)	Единицы ОС (e_1)	Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, см ³ ($V_K - V_0$)	Единицы ОС (e_1)
0,9	45,0	2,0	113,1	3,1	250,6
1,0	52,1	2,1	119,9	3,2	278,2
1,1	58,7	2,2	128,8	3,3	312,1
1,2	63,3	2,3	138,0	3,4	366,2
1,3	67,8	2,4	150,3	3,5	452,3
1,4	74,7	2,5	158,3	3,6	517,0
1,5	81,4	2,6	169,7	3,7	585,7
1,6	85,9	2,7	180,9	3,8	662,7
1,7	92,7	2,8	192,3	3,9	740,8
1,8	99,6	2,9	209,9	4,0	811,9
1,9	108,5	3,0	226,1	4,1	891,6
				4,2	968,1

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование контрольного опыта (V_K) см³

Количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, пошедшее на титрование опытного раствора (V_0) см³

Количество единиц активности (по табл. 33, 34) (e) ед/г

Количество ферментного раствора, взятого на анализ (a) см³

Количество ферментного препарата, участвовавшего в реакции гидролиза [($m=0,1a/100$)] г

Осахаривающая активность исследуемого препарата ОС₁, ОС₂ или ОС₃ ед/г

Заключение

Определение глюкоамилазной активности. Метод основан на определении глюкозы, образующейся при гидролизе растворимого крахмала ферментом глюкоамилазой. Глюкоамилазная активность (ГЛА) характеризует способность ферментных материалов катализировать расщепление растворимого крахмала до глюкозы и выражается числом единиц активности в 1 г исследуемого препарата.

За единицу глюкоамилазной активности принято такое количество фермента, которое, гидролизуя растворимый крахмал при температуре 30°C и рН 4,7 в течение 1 мин, освобождает 1 мкмоль глюкозы.

Количество глюкозы, образующееся в результате ферментативного расщепления крахмала, определяют с помощью ферментов глюкозооксидазы и пероксидазы следующим образом.

Глюкозооксидаза катализирует окисление D-глюкозы кисло-

где a — количество глюкозы, образовавшейся в 1 см³ гидролизата за счет действия фермента, мкг; b — количество фермента в 1 см³ гидролизата, г или см³; 180 — молекулярная масса глюкозы (пересчет микрограммов в микромоли); 10 — время гидролиза, мин.

Запись в лабораторном журнале

Масса навески ферментного препарата для приготовления основного раствора в колбе вместимостью, см ³ (m)	г
Количество основного раствора фермента, взятое для приготовления рабочего раствора в колбе вместимостью V' см ³ (n)	см ³
Количество рабочего раствора, взятое для проведения ферментативной реакции (k)	см ³
Количество ферментного препарата, находящееся в 1 см ³ реакционной среды (b) $\left(b = \frac{mnk}{VV' \cdot 15}\right)$	г
Величина оптической плотности (D)	
Количество глюкозы, найденное по калибровочной кривой (a)	мкг
Глюкоамилазная активность (ГЛА)	ед/г
Заключение	

Определение протеолитической активности ферментных препаратов. Протеолитическая активность (ПС) характеризует способность ферментов катализировать расщепление белка до пептидов и аминокислот. Ее выражают числом единиц протеазы в 1 г препарата.

Для характеристики ферментных препаратов по протеолитической активности в промышленности и научных исследованиях широко используются две группы методов.

В первой группе методов протеолитическую активность определяют по общему количеству продуктов, не осаждаемых трихлоруксусной кислотой, образующихся за определенный промежуток времени при гидролизе белка (казеина, казеината натрия, гемоглобина). Анализ гидролизатов проводят интерферометрическим методом.

Во второй группе методов скорость ферментативной реакции гидролиза белка устанавливают по количеству образовавшихся аминокислот — тирозина и триптофана, которые определяют колориметрически с применением реактива Фолина.

Каждый из методов имеет свои недостатки и достоинства. Первая группа методов проста, имеет высокую точность, однако необходима проверка расчетных уравнений для каждого ферментного препарата из нового продуцента.

Колориметрические методы отличаются сложностью, меньшей точностью, но не требуют внесения каких-либо изменений в расчет величины активности.

Определение протеолитической активности модифицированным методом Ансона. Метод основан на гидролизе белка казеината натрия препаратом фермента с последующей инактивацией фермента и осаждением негидролизованного белка трихлоруксусной кислоты (ТХУК). Скорость реакции определяют по количеству образовавшегося тирозина, которое устанавливают колориметрической реакцией с фенольным реактивом Фолина. Интенсивность окраски получаемого комплексного соединения определяют на фотоэлектроколориметре. С помощью калибровочной кривой по полученным оптическим плотностям определяют количество образовавшегося тирозина и, подставляя эту величину в расчетную формулу, получают протеолитическую активность.

За единицу протеолитической активности (ПС) принимают такое количество фермента, которое за 1 мин при 30°C превращает в неосаждаемое ТХУК состояние казеинат натрия в количестве, соответствующем 1 мкмоль тирозина (1 мкмоль тирозина равен 0,181 мг).

Активность грибных и бактериальных протеиназ определяют при следующих значениях pH: $2,5 \pm 0,2$ — кислая протеиназа; $3,5 \pm 0,2$ — кислая протеиназа; $7,2 \pm 0,2$ — нейтральная протеиназа; $9,5 \pm 0,2$ — щелочная протеиназа.

Необходимые реактивы: 0,1 М универсальный буферный раствор — готовят смешиванием равных объемов растворов А (0,1 М раствор уксусной кислоты — 5,7 см³ ледяной уксусной кислоты растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды), В (0,1 М раствор ортофосфорной кислоты — 6,45 см³ ортофосфорной кислоты растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды) и С (0,1 М раствор ортоборной кислоты — 6,18 см³ ортоборной кислоты растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды) и различных количеств 1 н. раствора гидроксида натрия (40 г NaOH растворяют в 1 дм³ воды), получают буферные растворы с pH от 1,8 до 12,0.

0,5 М универсальный буферный раствор — готовят смешиванием пятикратных количеств растворов А, В и С.

0,01 М универсальный буферный раствор — готовят смешиванием девяти объемов дистиллированной воды с одним объемом 0,1 М универсального буферного раствора.

0,3 М раствор ТХУК — 50 г ТХУК разводят дистиллированной водой в мерной колбе на 1 дм³ и фильтруют.

1 н. раствор соляной кислоты.

0,5 М раствор карбоната натрия.

0,2 н. раствор соляной кислоты.

Реактив Фолина (см. работу 5).

Приготовление растворов ферментных препаратов — 0,1—1,0 г исследуемого препарата отвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, тщательно растирают в стакан-

чике стеклянной палочкой с небольшим количеством 0,1 М универсального буферного раствора с рН, соответствующим для кислых, нейтральных или щелочных протеаз (см. выше). Затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят этим же универсальным буферным раствором объем жидкости до метки.

Приготовление субстрата (2%-ного раствора казеината натрия) — 2 г воздушно-сухого казеината натрия растворяют в 90 см³ 0,1 М буферного раствора с рН соответственно для кислых протеиназ 3,5 (рН раствора затем доводят до 2,5 добавлением 1 н. раствора соляной кислоты) и 5,5 (для доведения рН до 5,5 также используется 1 н. раствор соляной кислоты), для нейтральных — 7,2 (доводят с помощью 1 н. раствора NaOH), для щелочных — 9,5 (также используется 1 н. раствор NaOH). Затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки 0,1 М универсальным буферным раствором с соответствующим рН.

В целях сокращения времени растворения казеината натрия раствор готовят при нагревании до 70 °С при постоянном перемешивании с помощью магнитной мешалки. Срок хранения 2%-ного раствора казеината натрия не более 2 сут (в холодильнике).

Техника определения — в две пробирки наливают по 2 см³ субстрата и помещают их в ультратермостат при 30 °С. Через 10 мин в каждую пробирку приливают по 2 см³ раствора фермента, пробирки встряхивают и оставляют на 10 мин при 30 °С. Количество взятого фермента должно быть рассчитано так, чтобы присутствовал большой избыток субстрата и величина оптической плотности лежала в области 0,07—0,85 для кислых протеиназ и 0,20—0,60 — для нейтральных и щелочных протеиназ. Концентрация белка-субстрата в реакционной смеси должна быть 1%-ной. Через 10 мин в обе пробирки добавляют по 4 см³ 0,3 М раствора ТХУК для инактивации ферментов, осаждения белка и высокомолекулярных продуктов гидролиза. Смесь быстро перемешивают и выдерживают 20 мин при 30 °С для полного осаждения, а затем фильтруют через маленькие воронки с бумажными фильтрами в сухие пробирки. Из полученного прозрачного фильтрата отбирают в чистые сухие пробирки по 1 см³, добавляют по 5 см³ 0,5 М раствора карбоната натрия, перемешивают и быстро при непрерывном перемешивании приливают по 1 см³ рабочего раствора реактива Фолина. Через 20 мин измеряют оптическую плотность окрашенного в голубой цвет раствора на фотоэлектроколориметре.

Оптическую плотность растворов определяют по отношению к контрольному на фотоэлектроколориметре при длине волны 656—670 нм в кюветах с толщиной слоя раствора 10 мм.

Одновременно готовят контрольную пробу, приливая реактивы в такой последовательности: к 2 см³ ферментного раствора того же разведения, как и в опыте, добавляют 4 см³ ТХУК, выдерживают в термостате при 30°C 10 мин, а затем вносят 2 см³ субстрата. Через 20 мин раствор фильтруют, в сухую пробирку отбирают 1 см³ фильтрата и при перемешивании вносят 5 см³ 0,5 М раствора карбоната натрия и 1 см³ рабочего раствора реактива Фолина.

Построение калибровочной кривой — калибровочную кривую для расчета протеолитической активности строят по тирозину. Затем по полученной кривой вычисляют тирозиновый эквивалент *ТЭ*, т. е. ту оптическую плотность, которую бы дал 1 мкмоль тирозина в 1 см³ стандартного раствора. Этот эквивалент устанавливают для каждой партии реактива Фолина и каждого фотоэлектроколориметра. Для построения градуировочной кривой готовят раствор тирозина концентрацией 10⁻³ М. Для этого 181,19 мг чистого тирозина (погрешность взвешивания не более 0,0002 г) растворяют в 0,2 н. растворе соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 1 дм³ (готовят две параллельные пробы). Этот исходный раствор используют для получения рабочих растворов, для чего в мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят пипеткой определенное количество исходного раствора тирозина (в соответствии с табл. 35) и доводят раствор до метки 0,2 н. раствором соляной кислоты.

Таблица 35

№ раствора	Количество исходного раствора тирозина, см ³	Концентрация тирозина в рабочем растворе, мкмоль/см ³
1	1	0,02
2	2	0,04
3	4	0,08
4	5	0,10
5	7,5	0,15
6	10	0,20
7	15	0,30

Затем в пробирки вносят по 1 см³ раствора тирозина разной концентрации и добавляют в них при постоянном помешивании по 5 см³ 0,5 М раствора карбоната натрия и 1 см³ рабочего раствора Фолина.

Контрольный опыт готовят так же, но вместо раствора тирозина берут 1 см³ дистиллированной воды. Дают реакционной жидкости постоять 20 мин при комнатной температуре и измеряют величину оптической плотности опытных растворов на фо-

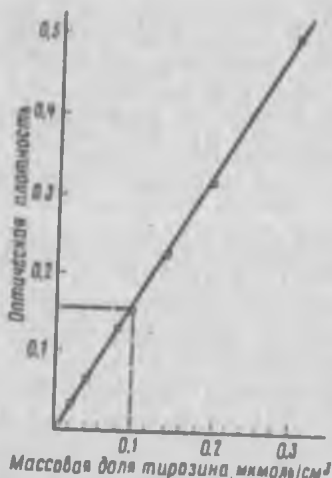


Рис. 19. Калибровочная кривая зависимости оптической плотности растворов от массовой доли в них тирозина

тоэлектроколориметре по сравнению с контрольным при длине волны 656—670 нм в кюветах с толщиной слоя раствора 10 мм. По средним данным, полученным из двух исходных растворов тирозина, строят калибровочную кривую. На оси абсцисс откладывают количество тирозина C (в ммоль/см³), на оси ординат — соответствующие значения оптической плотности D .

Например, в результате колориметрирования получены следующие величины оптических плотностей:

C , ммоль/см ³	0,02	0,04	0,08	0,10	0,15	0,20	0,30
D	0,037	0,070	0,127	0,151	0,220	0,310	0,500

Как видно по градуировочной кривой (рис. 19), раствор с содержанием 1 ммоль тирозина в 1 см³ дает оптическую плотность 0,151. Отсюда тирозиновый эквивалент $TЭ = 0,151/0,1 = 1,51$.

Протеолитическая активность $ПС$ (в ед/г) вычисляют по формуле

$$ПС = \frac{D \cdot 4 \cdot 1000}{TЭ \cdot 10 \cdot t},$$

где 4 — отношение объемов реакционной смеси и раствора фермента после добавления ТХУК; 1000 — коэффициент перевода полученных единиц на 1 г ферментного препарата; $TЭ$ — тирозиновый эквивалент, определяемый по калибровочной кривой; 10 — время гидролиза субстрата, мин; t — количество ферментного препарата, взятого на протеолиз, мг.

Запись в лабораторном журнале

Масса навески ферментного препарата (a) для приготовления основного раствора в колбе вместимостью V	г
Количество основного раствора фермента, взятое для приготовления рабочего раствора в колбе вместимостью V' (n)	см ³
Количество рабочего раствора фермента, взятое для проведения ферментативной реакции (k)	см ³
Количество ферментного препарата, взятое на анализ,	мг
$m = \frac{a \cdot n \cdot k \cdot 100}{V \cdot V'}$	

Величина оптической плотности (D)

Тирозиновый эквивалент (по калибровочной кривой) ($TЭ$)

Протеолитическая активность ($ПС$)

ед/г

Заключение

Контрольные вопросы

1. Какое влияние оказывают ферментные препараты на качество хлеба?
2. Какими свойствами обладают амилолитические ферменты?
3. Что понимается под активностью ферментного препарата?
4. В чем заключается сущность метода определения амилолитической активности?
5. В чем заключается сущность метода определения осахаривающей активности?
6. В чем заключается сущность метода определения глюкоамилазной активности?
7. В чем заключается сущность метода определения протеолитической активности?

РАБОТА 28. АНАЛИЗ ПИТЬЕВОЙ ВОДЫ

Вода на пищевых предприятиях используется для технологических, хозяйственных и теплотехнических целей. В технологии вода может являться сырьем, входящим в состав готового продукта, растворителем некоторых видов сырья, средой для выполнения производственных операций.

Предприятия обычно используют питьевую воду из городского водопровода. Вода, применяемая при изготовлении пищевых продуктов, должна удовлетворять всем требованиям, предъявляемым к питьевой воде в соответствии с ГОСТ 2874—82. Постоянный контроль качества воды осуществляется учреждениями и организациями, в ведении которых находятся централизованные системы водоснабжения. Государственный контроль за качеством воды проводится органами санитарно-эпидемиологической службы.

Качество воды оценивают по микробиологическим, токсикологическим, химическим и органолептическим показателям. Питьевая вода должна быть безопасна в эпидемиологическом отношении, безвредна по химическому составу, с благоприятными органолептическими свойствами.

Определение микробиологических показателей. Безопасность воды в эпидемиологическом отношении определяют по содержанию в ней общего числа микроорганизмов и числу бактерий группы кишечных палочек.

Техника определения — общее количество микроорганизмов определяют путем посева 1 см³ воды и подсчета образующихся колоний после выращивания на питательном агаре при температуре 37°C в течение 24 ч. В соответствии со стандартом число микроорганизмов в 1 см³ воды должно быть не более 100.

Количество бактерий группы кишечных палочек определяют методом концентрирования бактерий из определенного объема воды на мембранном фильтре, выращивания их на питательной среде при температуре 37°C в течение 18—24 ч, дифференцирования выросших колоний и подсчета количества бактерий груп-

пы кишечных палочек на 1 дм³ воды. Согласно стандарту число бактерий группы кишечных палочек в 1 дм³ воды (коли-индекс) должно быть не более 3. Наличие в воде бактерий группы кишечных палочек свидетельствует о фекальном загрязнении воды, их количество позволяет судить о степени этого загрязнения.

Определение токсикологических показателей. Показатели качества воды, характеризующие безвредность ее химического состава, предусматривают определение концентраций алюминия, бериллия, молибдена, мышьяка, нитратов, полиакриламида, свинца, селена, стронция, фтора и проверку соответствия их нормируемым величинам.

Определение органолептических показателей. Органолептические свойства воды оцениваются показателями, нормирующими вкус, цвет, запах, мутность, концентрацию ряда химических веществ.

Характер и интенсивность запаха воды определяют органолептически, отмечая ощущение воспринимаемого запаха: землистый, хлорный, нефтепродуктов и др. Интенсивность запаха оценивают по пятибалльной шкале.

Интенсивность вкуса и привкуса воды оценивают по пятибалльной системе, отмечают характер вкуса и привкуса: соленый, кислый, щелочной, металлический и др.

Цветность воды определяют путем сравнения проб исследуемой воды, профильтрованной через мембранный фильтр с растворами, имитирующими цвет природной воды, и выражают в градусах цветности.

Мутность воды определяют фотометрическим методом, сравнивая испытуемую воду со стандартными суспензиями из каолина или трепела. Мутность выражают в мг/дм³.

Органолептические свойства воды должны соответствовать следующим требованиям:

Запах, баллы, не более	2
Вкус и привкус, баллы, не более	2
Цветность, град, не более	20
Мутность, мг/дм ³	1,5

В паводковый период по согласованию с органами санитарно-эпидемиологической службы допускается увеличение цветности воды до 35 ° и мутности до 2 мг/дм³.

Содержание химических веществ, влияющих на органолептические свойства воды, встречающихся в природных водах или добавляемых в процессе обработки воды, должно соответствовать стандарту.

Вода должна иметь рН в пределах 6,0—9,0, содержать (в мг/дм³): железа — не более 0,3, марганца — 0,1, меди — 1,0, остаточных полифосфатов — 3,5, сульфатов — 500, хлоридов — 350,

ция — 5,0, сухого остатка — 1000. Общая жесткость воды не должна превышать 7 моль/м³.

Определение жесткости воды. Жесткость воды определяется содержанием солей кальция и магния. В воде чаще всего содержатся карбонаты, гидрокарбонаты, сульфаты, хлориды кальция и магния. Существуют следующие виды жесткости воды: общая, карбонатная, некарбонатная, устранимая, неустраиваемая.

В соответствии с ГОСТ 6055—86 жесткость выражают в молях на кубический метр (моль/м³). Жесткость 1 моль/м³ соответствует массовой концентрации эквивалентов ионов кальция ($\frac{1}{2} \text{Ca}^{2+}$) 20,04 г/м³ или магния ($\frac{1}{2} \text{Mg}^{2+}$) 12,153 г/м³. Числовое значение жесткости, выраженное в моль/м³, равно числовому значению жесткости, выраженному в мг·эquiv/л.

Общая жесткость представляет собой сумму молярных концентраций эквивалентов ионов кальция ($\frac{1}{2} \text{Ca}^{2+}$) и магния ($\frac{1}{2} \text{Mg}^{2+}$) в воде.

Карбонатную жесткость определяют как сумму молярных концентраций эквивалентов карбонатных (CO_3^{2-}) и гидрокарбонатных (HCO_3^-) ионов в воде.

Некарбонатную жесткость находят по разности между общей и карбонатной жесткостью воды.

Устранимая жесткость обусловлена наличием в воде карбонатных и гидрокарбонатных ионов солей кальция и магния, удаляемых при кипячении.

Неустраиваемую жесткость определяют по разности между общей и устранимой жесткостью воды.

В разных странах приняты различные единицы жесткости воды. Так, немецкий градус жесткости соответствует 10 мг/дм³ СаО в воде, французский — 10 мг/дм³ СаСО₃, американский — 1 мг/дм³ СаСО₃. Соотношение перечисленных единиц жесткости воды с отечественной единицей жесткости моль/м³ следующее: 1 моль/м³ соответствует 2,804° (нем.), 5,005° (фр.), 50,050° (амер.).

По величине общей жесткости (в моль/м³) вода характеризуется:

Очень мягкая	До 1,5
Мягкая	1,5—3
Умеренно жесткая	3—6
Жесткая	6—9
Очень жесткая	Более 9

Определение общей жесткости воды. Комплексометрический метод определения общей жесткости воды основан на образовании прочного комплексного соединения трилона Б (этилендиаминтетрауксусной кислоты) с ионами кальция и магния. Определение проводят путем титрования воды три-

лоном Б в присутствии индикатора хромогена черного или хро-
ма темно-синего. Устойчивость образующейся комплексной соли
зависит от pH раствора, поэтому титрование проводят в сильно-
щелочной среде.

Определению общей жесткости мешают медь, цинк, марга-
нец. При наличии меди и цинка их переводят в сульфиты, для
предотвращения окисления марганца добавляют гидроксиламин.

Приготовление реактивов—раствор трилона Б с
концентрацией 0,05 моль/дм³ готовят в мерной колбе на 1 дм³,
растворяют 9,31 г трилона Б и доводят объем до метки дистил-
лированной водой. Устанавливают поправочный коэффициент
путем титрования трилоном Б 10 см³ стандартного раствора
0,05 н. сульфата магния или хлорида цинка в присутствии 5—
7 капель индикатора.

Буферный раствор готовят путем растворения 10 г хлорида
аммония в дистиллированной воде, затем добавляют 50 см³
25%-ного раствора аммиака и доводят до 500 см³ дистиллиро-
ванной водой. Раствор следует хранить в плотно закрытой
склянке.

Техника определения—объем воды, необходимый
для анализа, зависит от ее жесткости. Суммарное количество
ионов кальция и магния в анализируемом объеме воды не долж-
но превышать 0,5 моль. Определяют объем в зависимости от
предполагаемой жесткости воды:

Жесткость воды, моль/м³
Объем воды, см³

1—15	15—30	30—60	60
100	50	25	10

В коническую колбу вносят пипеткой требуемый объем во-
ды, доводят его дистиллированной водой до 100 см³, добавляют
5 см³ буферного раствора, 5—7 капель раствора индикатора и
титруют 0,05 н. раствором трилона Б до изменения окраски в
эквивалентной точке на синюю. Если на титрование было израс-
ходовано более 10 см³ 0,05 н. раствора трилона Б, то во взятом
на определение объеме воды общее содержание ионов кальция
и магния превышает 0,5 моль. Определение следует повторить,
взяв меньший объем воды и разбавив его до 100 см³ дистилли-
рованной водой.

Общую жесткость воды Ж (моль/м³) вычисляют по формуле

$$Ж = \frac{0,05KV_1 \cdot 1000}{V},$$

где K — поправочный коэффициент раствора трилона Б; V_1 — количество
0,05 н. раствора трилона Б, израсходованное на титрование, см³; V — количе-
ство анализируемой воды, см³.

Запись в лабораторном журнале

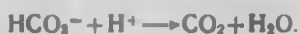
Количество анализируемой воды (V)	см ³
Количество 0,05 н. раствора трилона Б, израсходованное на титрование (V_1)	см ³
Поправочный коэффициент раствора трилона Б (K)	
Общая жесткость воды	моль/м ³
Заключение	

Определение карбонатной жесткости воды
Метод основан на определении массовых долей карбонат-иона (CO_3^{2-}) и гидрокарбонат-иона (HCO_3^-) при их совместном присутствии путем титрования воды раствором соляной кислоты с индикаторами фенолфталеином и метиловым оранжевым.

При нейтрализации карбонат-иона кислотой с фенолфталеином идет реакция:



Затем дотитровывают гидрокарбонат-ион соляной кислотой в присутствии метилового оранжевого:



В этом случае происходит нейтрализация гидрокарбонат-иона, содержащегося в воде, а также гидрокарбонат-иона, образовавшегося при нейтрализации карбонат-иона с фенолфталеином. Для определения количества титранта, вступившего в реакцию с гидрокарбонат-ионом, содержащимся в воде, следует из объема соляной кислоты, израсходованной на титрование в присутствии метилового оранжевого, вычесть объем ее, пошедший на титрование с фенолфталеином (рис. 20).

Техника определения — в коническую колбу на 300 см³ вносят пипеткой 100 см³ анализируемой воды, прибавляют 3—5 капель раствора фенолфталеина и титруют 0,05 н. раствором соляной кислоты до посветления окраски (слабо-розовый раствор). Записывают объем раствора кислоты, пошедший на титрование с фенолфталеином. Затем добавляют 1—2 капли раствора метилового оранжевого и продолжают титрование 0,05 н. раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски раствора в розовую.

Содержание карбонат-иона X (в моль/м³) вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,05KV_1 \cdot 1000 \cdot 2}{V}$$

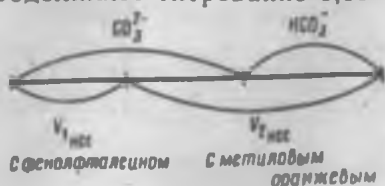


Рис. 20. Схема определения карбонат- и гидрокарбонат-ионов

где K — поправочный коэффициент раствора соляной кислоты; V_1 — количество 0,05 н. раствора соляной кислоты, пошедшее на титрование с фенолфталеином, см³; V — количество анализируемой воды, см³.

Содержание гидрокарбонат-иона F (в моль/м³) вычисляют по формуле

$$F = \frac{0,05K(V_2 - V_1)1000}{V},$$

где V_2 — количество 0,05 н. раствора соляной кислоты, пошедшее на титрование с метиловым оранжевым, см³; V — количество анализируемой воды, см³.

Карбонатную жесткость (в моль/м³) получают путем суммирования содержания карбонат- и гидрокарбонат-ионов.

Если карбонатная жесткость окажется больше общей жесткости воды, ее считают равной последней.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,05 н. раствора соляной кислоты, пошедшее на титрование с фенолфталеином (V_1)	см ³
Количество 0,05 н. раствора соляной кислоты, пошедшее на титрование с метиловым оранжевым (V_2)	см ³
Количество анализируемой воды (V)	см ³
Содержание карбонат-иона	моль/м ³
Содержание гидрокарбонат-иона	моль/м ³
Карбонатная жесткость воды	моль/м ³
Закключение	

Определение неустраняемой жесткости воды. Метод основан на удалении кипячением карбонатов и гидрокарбонатов кальция и магния, обуславливающих устранимую жесткость воды, и последующем определении жесткости воды путем комплексонометрического титрования.

Техника определения — 200 см³ анализируемой воды кипятят в течение 10 мин от начала закипания, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 см³, доводят объем дистиллированной водой до метки, перемешивают, фильтруют.

Комплексонометрическое титрование фильтрата трилоном Б проводят, как и при определении общей жесткости.

Рассчитывают величину неустраняемой жесткости воды в моль/м³.

Устранимую жесткость воды (в моль/м³) определяют по разности между общей и неустраняемой жесткостью.

Контрольные вопросы

1. По каким показателям оценивают качество воды в соответствии с ГОСТ?
2. Что такое жесткость воды? Какие существуют виды жесткости?

3. В каких единицах выражают общую жесткость воды?
4. Каковы условия определения общей жесткости комплексонометрическим методом?
5. В чем сущность метода определения карбонатной жесткости воды?

РАБОТА 29. АНАЛИЗ КАРТОФЕЛЯ

Картофель (из семейства пасленовых *Solanum tuberosum* L.) является одной из важнейших, широко распространенных и наиболее продуктивных сельскохозяйственных культур, которая используется не только для продовольственных и кормовых целей, но и в качестве сырья для крахмало-паточной, картофелеперерабатывающей и спиртовой промышленности. Клубни картофеля отличаются высокой пищевой ценностью, определяемой содержанием углеводов, азотистых и минеральных веществ, витаминов, и имеют хорошие вкусовые качества.

Химический состав картофеля колеблется в широких пределах и зависит от ряда факторов: сорта, условий выращивания, почвенно-климатических условий произрастания, агротехники, размера клубней, условий и длительности хранения и других факторов.

Средний химический состав клубней картофеля характеризуется следующими данными (в % к массе картофеля): массовая доля влаги — 75, сухих веществ — 25, в том числе крахмала — 17,5, сахаров — 1,5, клетчатки — 1, пектиновых веществ — 0,6, азотистых веществ — 2,0, минеральных — 1,0 и прочих органических соединений (липидов, органических кислот, веществ фенольной природы и др.) — 1,4.

В настоящее время для анализа качества картофеля утверждены ГОСТ 7176—85 «Картофель свежий продовольственный, заготавливаемый и поставляемый», ГОСТ 26545—85 «Картофель свежий продовольственный, реализуемый в розничной торговой сети», ГОСТ 6014—68 «Картофель свежий для переработки», ГОСТ 26832—86 «Картофель свежий для переработки на продукты питания». Картофель по ГОСТ 26832—86 в зависимости от сроков заготовки и поставки подразделяют на ранний (картофель урожая текущего года, поставляемый до 1 сентября) и поздний (с 1 сентября).

Анализ клубней картофеля. Качество картофеля в соответствии с действующим ГОСТ 7194—81 «Отбор проб и методы определения качества» устанавливают на основе анализа объединенной пробы от каждой партии продукции.

Технические требования в соответствии с ГОСТ 26832—86, которым должен удовлетворять картофель свежий для переработки на продукты питания, представлены ниже.

Внешний вид	Клубни целые, сухие, непроросшие, неувядшие, незагрязненные, непозеленевшие, без наростов, трещин, однородные по форме и окраске кожуры
Форма и размер	Округлая, округло-овальная и удлинённая. Размер не менее 50 мм для позднего и 30 мм для раннего картофеля по наибольшему поперечному диаметру
Цвет мякоти	От белого до желтого
Запах	Свойственный картофелю, без постороннего запаха
Массовая доля клубней размером на 5 мм менее установленных ГОСТом норм, %, не более	10
Базисная массовая доля крахмала для позднего картофеля (кроме картофеля для консервирования) в зависимости от районов выращивания, %, не менее	13, 14, 15
Массовая доля крахмала для раннего картофеля	Не нормируется
Массовая доля крахмала для картофеля, предназначенного для консервирования, %, не более	14,0
Массовая доля клубней с механическими повреждениями глубиной более 3 мм и длиной более 10 мм (порезы, вырвы, трещины, вмятины), %, не более	2,0
Массовая доля раздавленных клубней, половинок и частей клубней	Не допускается
Массовая доля клубней, пораженных болезнями, %, не более:	
паршой или ооспорозом при поражениях свыше 1/4 поверхности клубня	5,0
железистой пятнистостью (ржавостью)	Не допускается
мокрой, сухой, кольцевой, пуговичной гнилью и фитофторой	Не допускается
Массовая доля клубней, поврежденных сельскохозяйственными вредителями, %, не более	2,0
Грызунами	Не допускается

Массовая доля клубней, подмороженных, запаренных с признаками «удушья», позеленевших

Не допускается

Массовая доля земли, прилипшей к клубням, %, не более

1,0

Наличие органических и минеральных примесей (солома, ботва, камни и др.)

Не допускается

Определение загрязненности картофеля. В зависимости от загрязненности картофеля землей клубни очищают вручную ветошью или путем отмывания земли водой. В спорных случаях загрязненность картофеля определяют только отмыванием клубней от земли водой. Взвешивают клубни на специальных весах Парова или чашечных и других весах с погрешностью $\pm 0,01$ кг. Результат рассчитывают в % до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака. Ниже приведено определение на чашечных весах массовой доли земли, прилипшей к клубням.

Техника определения — из разных мест объединенной пробы отбирают около 5 кг клубней картофеля, взвешивают, перемещают в бак с водой и отмывают клубни от прилипшей земли (допускается удалять землю, прилипшую к клубням, вручную ветошью). Отмытые клубни помещают на противень с сетчатым дном на 2—3 мин для стекания воды и вновь взвешивают. Из массы отмытого картофеля вычитают массу оставшейся на поверхности клубней воды, условно принимаемую в количестве 1 % массы отмытого картофеля.

Массовую долю земли, прилипшей к клубням картофеля, выражают в % по отношению к его массе и полученные результаты сравнивают с требованиями стандарта.

Запись в лабораторном журнале

Масса образца картофеля (M)	г
Масса образца картофеля после отмывания его водой от земли (M_1)	г
Масса воды, оставшейся на поверхности клубней (m)	г
Масса земли, прилипшей к клубням, $M - (M_1 - m)$	г
Загрязненность картофеля	%
Заключение	

Определение размера клубней картофеля. Размер клубней — один из показателей качества картофеля, от которого зависит количество отходов при его очистке, производительность труда при доочистке клубней, содержание крахмала

в картофеле и т. д. Наибольшей крахмалистостью отличаются клубни среднего размера. Крупные клубни и очень мелкие, как правило, содержат меньше крахмала, чем средние.

Техника определения — для определения размера клубни всей объединенной пробы, отмытые или очищенные от земли, взвешивают, осматривают, измеряют наибольший поперечный диаметр (ширину) линейкой или штангенциркулем с погрешностью ± 1 мм и сортируют на фракции.

При этом мелкие клубни, допускаемые стандартом в ограниченной норме (менее 30 мм для раннего картофеля и 50 мм для позднего), и клубни, которые стандартом не допускаются, взвешиваются отдельно. Массу каждой фракции выражают в % массы всей пробы.

Запись в лабораторном журнале

Масса объединенной пробы картофеля		г
Масса картофеля с размером клубней по наибольшему поперечному диаметру:		
ранний картофель	поздний картофель	
менее 25 мм	менее 45 мм	г
от 25 до 30 мм	от 45 до 50 мм	г
свыше 30 мм	свыше 50 мм	г
Количество картофеля разных фракций:		
клубни, не соответствующие установленным и допускаемым стандартами нормам		%
клубни, соответствующие допускаемым стандартам нормам		%
клубни, соответствующие нормам, установленным стандартами на картофель		%

Заключение

Определение массовой доли клубней с различными дефектами. Клубни картофеля в процессе его выращивания, хранения могут увядать, повреждаться сельскохозяйственными вредителями или грызунами, поражаться различными микроорганизмами, в их тканях могут возникать физиологические расстройства. При уборке, перевозках, сортировке картофеля клубням могут быть нанесены различные механические повреждения.

В зависимости от степени поражения клубней картофель можно подразделять на такие категории:

картофель, отвечающий всем требованиям стандартов;

картофель, не отвечающий требованиям стандартов, но пригодный для торговли и переработки;

отходы, непригодные для торговли и переработки.

В картофеле, предназначенном для переработки на продукты питания, к отходам относят клубни, раздавленные, пораженные гнилями (мокрой, кольцевой, пуговичной), подмороженные, запаренные, с признаками «удушья», позеленевшие.

Парша обыкновенная — болезнь развивается на поверхности клубня в виде округлых шероховатых пятен (язв — коростинок) неправильной формы. Иногда язвы сливаются, образуя сплошную коросту на поверхности клубня. Мякоть остается нетронутой.

Фитофтора — на поверхности клубня появляются серовато-бурые, твердые, впоследствии слегка вдавленные пятна различной величины. На разрезе таких клубней видна побуревшая ткань, которая распространяется вглубь в виде вытянутых «язычков».

Сухая гниль — на месте механических повреждений клубней появляются небольшие сухие пятна, покрытые подушечками серовато-белого и розоватого оттенка. Ткань, находящаяся под пятном, буреет, опадает в результате образования под кожей полости, которая собирается в концентрические складки. На разрезе видна темная мякоть, пронизанная нитями серовато-белой или розовой грибницы.

Кольцевая гниль — на продольном разрезе клубня в зоне сосудистого кольца видны отдельные желтоватые, размягченные участки мякоти, которые, разрастаясь, сливаются вместе и образуют сплошное кольцо гнили.

Мокрая гниль — вызывается группой микроорганизмов. Мякоть клубня распадается на отдельные клетки, затем превращается в кашицеобразную слизистую массу белого, серого или желтого цвета с неприятным запахом.

Техника определения — для определения массовой доли клубней увядших, позеленевших, подмороженных осматривают поверхность объединенной пробы картофеля, отбирают дефектные клубни и взвешивают с погрешностью ± 1 г.

Затем из пробы картофеля выделяют клубни, поврежденные сельскохозяйственными вредителями или грызунами, а также с механическими повреждениями (порезы, трещины и т. д.) и определяют степень их повреждения по длине (измерением линейкой) и глубине (в центре повреждения на поперечном разрезе клубня линейкой или специальным ножом для очистки картофеля).

При определении массовой доли клубней, пораженных различными видами болезней, сначала выделяют из средней пробы картофеля клубни, пораженные паршой или ооспорозом, затем отбирают явно загнившие клубни (абсолютный отход) и определяют отдельно их массовую долю.

После этого из оставшейся объединенной пробы картофеля без выбора разрезают 50 штук клубней и осматривают мякоть на разрезе для обнаружения невидимых при внешнем осмотре болезней (железистая пятнистость, фитофтороз и др.). Если в разрезанных клубнях не будут обнаружены эти заболевания, остальные клубни в пробе не разрезают. В противном случае

разрезают клубни в количестве не менее 10% объединенной пробы.

Если клубень имеет несколько видов болезней или повреждений, учитывают только один, наиболее выраженный дефект.

Результаты анализа объединенной пробы выражают в процентах и характеризуют таким образом всю партию картофеля.

Запись в лабораторном журнале

Масса объединенного образца картофеля	г
Массовая доля позеленевших, подмороженных клубней	%
Массовая доля раздавленных клубней, половинок и частей клубня	%
Массовая доля клубней с механическими повреждениями глубиной более 3 мм и длиной более 10 мм	%
Массовая доля клубней, поврежденных сельскохозяйственными вредителями	%
Массовая доля клубней, пораженных болезнями:	
обыкновенной паршой или ооспозом при поражении свыше $\frac{1}{4}$ поверхности клубня	%
железистой пятнистостью	%
мокрой, сухой, кольцевой, пуговичной гнилью и фитофторой	%

Заключение

После проведения клубневого анализа делают заключение о качестве картофеля.

При оценке качества картофеля по физико-химическим показателям определяют массовую долю влаги, крахмала, нитратов, содержание аскорбиновой кислоты.

Отбор и подготовка проб для физико-химического анализа картофеля — для анализа клубней объединенную пробу картофеля отбирают согласно стандарту на методы определения качества (ГОСТ 7194—81).

Если полученная объединенная проба картофеля имеет большую массу, из нее выделяют методом квартования лабораторный образец массой 3,0—4,0 кг, используемый для исследований.

При небольших партиях картофеля объединенная проба, не превышающая 4 кг, является одновременно и лабораторным образцом.

Лабораторные образцы (пробы) картофеля, поступившие на анализ, очищают от внешних загрязнений. Для этого клубни картофеля промывают в воде и очищают щеткой или поролоном, а затем просушивают на воздухе.

Отобранная лабораторная проба клубней картофеля громоздкая, но для анализа нет надобности измельчать ее полностью. Поэтому из нее составляют меньшую по объему и массе пробу для анализа. С этой целью из каждого клубня вырезают $\frac{1}{4}$ или

1/8 часть в виде сегмента так, чтобы в него входили в соответствующей пропорции все разнокачественные зоны клубня, составляющие данный объект. Полученные сегменты быстро разрезают ножом на несколько частей или измельчают на пластмассовой терке и хорошо перемешивают. Полученный после проведения этих операций образец будет действительно средним, и его качественные показатели будут характеризовать всю анализируемую партию картофеля.

Определение массовой доли влаги. Массовая доля влаги в картофеле является важным показателем его физиологического состояния. От содержания влаги зависит активность химических, биохимических и других процессов, происходящих в клубнях, а также энергетическая ценность картофеля.

Кроме того, по содержанию массовой доли влаги (сухих веществ) в картофеле, используемом для переработки, например, на овощесушильных заводах определяют выход готовой продукции, время сушки сырья, затраты топлива и т. д.

Для определения массовой доли влаги в клубнях картофеля используют три метода: высушивание до постоянной массы, экспрессный (на приборе ВЧ) и рефрактометрический.

Определение массовой доли влаги методом высушивания до постоянной массы. Картофель относится к сочному растительному сырью, в его клубнях содержится в среднем 75% воды. Поэтому для ускорения процесса удаления влаги следует увеличить поверхности испарения и во избежание образования корочки, препятствующей сушке, навеску измельченного картофеля смешать с промытым и прокаленным кварцевым песком.

Техника определения — в чистую сухую стеклянную бюксу (диаметр 5,0—5,5 см, высота 4,0—5,0 см) со стеклянной палочкой помещают 10—12 г очищенного прокаленного песка и все вместе высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°C в течение 1 ч. Затем бюксу охлаждают в эксикаторе и взвешивают с погрешностью $\pm 0,001$ г.

Из подготовленной для анализа пробы картофеля отвешивают в бюксу навеску массой 5—6 г с погрешностью $\pm 0,001$ г и тщательно перемешивают ее с песком стеклянной палочкой. Открытую бюксу с навеской помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре 100—105°C до постоянной массы.

В начале процесса сушки содержимое бюксы время от времени осторожно перемешивают. Первое взвешивание проводят после 2—4 ч сушки, а каждые последующие — через 1 ч. Навеску высушивают до тех пор, пока разница между двумя последующими взвешиваниями не будет превышать 0,002 г.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,3%.

в размельчителе тканей до получения пенистой, хорошо взбитой массы.

Техника определения — навеску дополнительно измельченного картофеля массой 5,0 г отвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Для гидролиза крахмала приливают 50 см³ 1,124%-ного раствора соляной кислоты, а для осветления полученного раствора и осаждения в нем белков — 0,5—2,0 см³ 4%-ного раствора фосфорновольфрамовой кислоты или по 1 см³ 30%-ного раствора сульфата цинка и 15%-ного раствора гексацианоферрата калия. Фильтрат поляризуют в трубке длиной 200 мм на сахариметре или поляриметре. Последовательность проведения анализа см. в работе 8.

Клубни картофеля наряду с крахмалом содержат сахара, аминокислоты и другие оптически активные вещества, которые переходят в раствор, не осаждаются применяемыми осадителями и оказывают влияние на точность анализа. Поэтому при определении массовой доли крахмала в картофеле вводят поправку на растворимые углеводы.

Для этого в химический стакан вместимостью 100 см³ взвешивают с погрешностью $\pm 0,001$ г навеску измельченного картофеля массой 10 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ с помощью 75 см³ дистиллированной воды и при частом перемешивании оставляют на 30 мин. Образовавшуюся пену гасят изоамиловым спиртом, добавляют цилиндром 5 см³ 10%-ного раствора танина и 5 см³ ацетата свинца, перемешивают и доводят объем до метки насыщенным раствором сульфата натрия, взбалтывают и фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу. Отбирают пипеткой 50 см³ фильтрата, переносят в колбу вместимостью 100 см³, добавляют 2,5 см³ 25%-ного раствора соляной кислоты и помещают колбу в кипящую водяную баню на 15 мин. В дальнейшем поступают так, как описано в методике по определению массовой доли крахмала по методу Эверса. Полученные значения поправки вычитают из показаний сахариметра или поляриметра, найденных при определении массовой доли крахмала. Массовую долю крахмала рассчитывают в процентах на сухие вещества. Расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,5%.

Массовую долю крахмала в картофеле X (в %) вычисляют по формуле

$$X = (P_1 - P_2) 1,78$$

или

$$X = (P_1 - P_2) 5,12,$$

где P_1 — показания поляриметра в основном опыте; P_2 — показания поляриметра при определении поправки на растворимые углеводы; 1,78 и 5,12 — ко-

коэффициенты Эверса для картофельного крахмала при поляризации в сахариметре и поляриметре.

Запись в лабораторном журнале

Показания поляриметра или сахариметра в основном опыте (P_1)	ед. пр.
Показания поляриметра или сахариметра при оп- ределении поправки на углеводы (P_2)	ед. пр.
Коэффициент Эверса для картофельного крахма- ла при поляризации в сахариметре или поляри- метре	
Массовая доля крахмала в картофеле	%
Массовая доля влаги в картофеле	%
Массовая доля крахмала в картофеле	% на сухие вещества

Заключение

Определение содержания аскорбиновой кислоты. Ценность картофеля как пищевого продукта во многом обуславливается содержанием в нем витаминов: С (L — аскорбиновая кислота), В₁, В₂, В₃, В₆, РР, Н и др. Несмотря на то что в картофеле по сравнению с другими плодами и овощами содержится немного витамина С (10—20 мг%), значительный удельный вес картофеля в пищевом рационе человека позволяет считать его одним из постоянных источников витамина С, особенно в зимнее и весеннее время. Суточная потребность в витамине С составляет 70—100 мг.

Массовую долю витамина С в картофеле определяют методом титрования раствора натриевой солью 2,6-дихлорфенолиндофенола.

Техника определения — из подготовленной средней пробы картофеля, включающей 5—10 клубней, от каждого экземпляра (по направлению от вершины к основанию) отрезают тонкие пластинки — сегменты толщиной 0,5—1,0 см. Полученные сегменты измельчают ножом на мелкие кусочки и перемешивают.

Из измельченного и хорошо перемешанного материала взвешивают в химический стаканчик с предварительно налитыми 25 см³ смеси кислот (2%-ная соляная кислота и 2%-ная метафосфорная) навеску около 10 г картофеля.

Далее методику определения витамина С, форму записи и в лабораторном журнале см. в работе 11.

Определение массовой доли нитратов. Нитраты и нитриты содержатся в растениях в качестве нормальных метаболитов. Накопление нитратов в растительных продуктах может происходить не только в результате нерационального применения азотных удобрений, использования некоторых гербицидов, но и зависит от ряда других факторов: видовых и сортовых особенностей растений, фазы их развития, уровня освещенности, обес-

печенности почвы, кроме азота, другими питательными веществами (например, молибденом) и т. д.

Человек получает основную массу нитратов с картофелем, овощами и питьевой водой. Токсичность нитратов обуславливается восстановлением их в нитриты. Процесс восстановления нитратов обусловлен деятельностью микроорганизмов и протекает как в окружающей среде, так и в организме. Образование нитрита непосредственно зависит от концентраций нитрата в продукте питания.

Под влиянием нитритов в организме развивается в большей или меньшей степени кислородная недостаточность (метгемоглобинемия), страдают различные функции организма: генеративная, иммунологическая и др. Кроме того, в результате взаимодействия нитритов с вторичными и третичными аминами образуются нитрозамины, большинство из которых относится к канцерогенным соединениям.

Нитраты и нитриты во многих странах добавляют в качестве консервантов и для сохранения привычной окраски мясопродуктов в такие пищевые продукты, как мясо, колбасы, сыры, рыба и др.

Высокие концентрации вторичных аминов обнаружены в рыбных продуктах, в некоторых овощах, фруктовых соках. Кроме того, большое количество вторичных аминов применяется в качестве лекарственных препаратов, а также образуется в промышленности и попадает в окружающую среду.

Для предотвращения образования N-нитрозосоединений в организме необходимо предупредить поступление в него соответствующих соединений (нитрозирующих агентов, аминов, амидов), строго контролируя содержание нитритов и нитратов в пищевых продуктах.

Министерством здравоохранения СССР утверждены допустимые концентрации нитратов в основных видах плодов, овощей и картофеля.

Согласно санитарным правилам и нормам (СанПиН № 42—123—4619—88) допустимые концентрации нитратов в пищевых продуктах, принятые в СССР, представлены в табл. 36.

В дополнение к этим нормам утверждены допустимые концентрации нитратов в консервированных продуктах (мг NO_3^- на 1 кг продукта): консервированные фрукты, соки и пюре — 50; консервы овощные и фруктово-овощные для питания детей старше четырех лет — 200; тыква при изготовлении консервов для детского питания — 200.

Для определения массовой доли нитритов и нитратов существуют различные методы.

Методы определения нитратов в продуктах растениеводства приведены в Методических указаниях по определению нитратов

Вид продукции	Норма, мг NO ₃ ⁻ на кг про- дукта	Вид продукции	Норма, мг NO ₃ ⁻ на кг про- дукта
Картофель	250	Лук репчатый	80
Капуста белокочанная	900	Лук-перо	600
ранняя до 01.09		Листовые овощи (сала- ты, щавель, петрушка, шпинат, укроп)	2000
Капуста белокочанная	500	Листовые овощи, выра- щенные в защищенном	3000
поздняя		грунте	
Морковь ранняя до 01.09	400	Перец сладкий	200
Морковь поздняя	250	Перец сладкий, выращен- ный в защищенном грун- те	400
Томаты	150	Дыни	90
Томаты, выращенные в	300	Арбузы	60
защищенном грунте		Яблоки	60
Огурцы, выращенные в	400	Груши	60
защищенном грунте		Виноград столовых сор- тов	60
Огурцы	150		
Свекла столовая	1400		

в продукции растениеводства (№ 4228—86 от 24.11.86 г.), а также дополнениях к Методическим указаниям (№ 4415—87 от 29.07.87 г.).

Арбитражные методы (зафиксированные в ГОСТ 8558.2—78 и ГОСТ 8558.1—78) предусматривают восстановление нитратов до нитритов на колонке с кадмием с последующим фотометрическим измерением интенсивности окраски, образующейся при взаимодействии нитратов с сульфаниламидом и N-(1-нафтил)-этилендиаминдигидрохлоридом. Эти методы требуют затрат большого количества времени, дорогостоящей аппаратуры.

В последнее время широкое распространение получили качественные методы определения нитратов с помощью индикаторной бумаги ИНДАМ или реактива дифениламина, предназначенные для экспресс-контроля растительной продукции в местах ее выращивания, и количественный ионометрический метод для определения нитратов в лабораторных условиях.

Сущность определения нитратов ионометрическим методом состоит в извлечении их из анализируемого материала 1%-ным раствором сульфата калия — алюминия (алюмо-калиевых квасцов) и последующем измерении концентрации нитрат-ионов в полученной вытяжке ионоселективным электродом. Метод применим для анализа сырого растительного сырья, в которое не добавляют хлориды.

Предел определения нитратов в сухой пробе 300, во влажной — 24 мг/кг; чувствительность метода 6 мг/дм³.

Относительная погрешность метода, характеризующая сходимость результатов, составляет 12%, а воспроизводимость результатов 16%.

Для проведения анализа применяют: иономер типа И-120 или И-155 М; ЭВ-74, рН-метр милливольтметр «рН-340» или другие аналогичные приборы; ионоселективный нитратный электрод ЭМ-NO₃-01 или ЭИМ-1, ЭИМ-11, или другой электрод, имеющий такие же метрологические характеристики; электрод сравнения — хлорсеребряный насыщенный типа ЭВЛ-1МЗ (по ТУ 25.05.2181—77).

Необходимые реактивы: 1) Раствор сульфат калия — алюминия с массовой долей 1% (экстрагирующий раствор). 10 г сульфат калия — алюминия $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2$ взвешивают с погрешностью $\pm 0,1$ г, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора водой до метки.

2) Стандартные растворы — 0,1 М раствор нитрата калия [$p(\text{NO}_3^-) = -\lg C_{\text{NO}_3^-} = 1$]. 10,11 г KNO_3 , высушенного при 100—105 °С до постоянной массы, взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г, растворяют в 1%-ном растворе сульфата калия — алюминия в мерной колбе вместимостью 1 дм³, доводя объем до метки тем же раствором. Экстрагирующий раствор и раствор нитрата калия можно хранить в течение года. При появлении осадка или мути растворы заменяют свежими.

10^{-2} М; 10^{-3} М; 10^{-4} М — стандартные растворы нитрата калия — их готовят последовательным разбавлением в 10 раз 0,1 М раствора нитрата калия. Растворы сравнения готовят в день проведения анализа, используя для разбавления раствор сульфат калия — алюминия (экстрагирующий раствор). Стандартные растворы используют для проверки электродов и построения калибровочного графика.

Концентрация нитрат-иона $p(\text{NO}_3^-)$ этих растворов соответственно равна 2; 3; 4.

Для проверки работоспособности электродов перед началом измерений нитратный электрод помещают на 10 мин в дистиллированную воду, обсушивают фильтровальной бумагой и измеряют потенциал в трех стандартных растворах KNO_3 (10^{-4} М; 10^{-3} М; 10^{-2} М). Если характеристика электрода отличается от заданной, то электрод находится в нерабочем состоянии.

В промежутках между проведением испытаний мембранный ионоселективный электрод ЭМ-NO₃-01 погружают в дистиллированную воду; при перерывах в работе порядка суток его хранят в растворе нитрата калия концентрацией $C(\text{NO}_3^-)$, равной 0,1 моль/дм³. При длительных перерывах между испытаниями

(более 2 сут) электрод хранят на воздухе, а перед работой его помещают на 30 мин в 10^{-1} М раствор нитрата калия. В обоих случаях перед началом измерений электрод выдерживают в дистиллированной воде не менее 10 мин. Хлорсеребряный электрод сравнения в перерывах между испытаниями хранят в дистиллированной воде.

Техника определения — пробу картофеля массой около 3,0 кг моют водой, обсушивают фильтровальной бумагой или чистой тканью. От каждого клубня в направлении от вершины к основанию отрезают четвертую часть. Отобранный материал перемешивают и выделяют пробу для анализа массой не менее 0,25 кг. Выделенную пробу измельчают ножом или на пластмассовой терке до получения однородной массы, тщательно перемешивают и используют для анализа.

10 г испытуемого и подготовленного материала взвешивают с погрешностью $\pm 0,1$ г, помещают в стакан гомогенизатора, приливают 50 см^3 1%-ного раствора сульфата калия — алюминия (отношение массы пробы к объему раствора 1 : 5) и гомогенизируют в течение 1 мин при частоте вращения 6000 мин^{-1} . При отсутствии гомогенизатора навеску материала с добавлением кварцевого песка растирают в фарфоровой ступке до однородной массы, переносят с помощью 50 см^3 раствора сульфата калия — алюминия в колбу и встряхивают на лабораторном аппарате в течение 3 мин.

Измерение концентрации нитрат-иона начинают с градуировки прибора по приготовленным стандартным растворам. Градуировочный график строят по результатам измерений ЭДС электродной пары в мВ. Построение градуировочного графика (измерение ЭДС электродной пары) начинают с наиболее низкой концентрации стандартного раствора $p(\text{NO}_3^-) = 4$. Следует помнить, что электрод имеет линейную функцию в диапазоне от 1 до 4 единиц $p(\text{NO}_3^-)$ со значениями $56 = 3 \text{ мВ}$ на единицу $p(\text{NO}_3^-)$. Предел измерений от 2 до 5 рН.

Подготовленные к работе электроды ополаскивают дистиллированной водой, промокают фильтровальной бумагой, помещают в стандартный раствор $p(\text{NO}_3^-) = 4$ и устанавливают стрелку прибора по верхней шкале на значение 4. То же самое делают с раствором $p(\text{NO}_3^-) = 2$. Окончательную градуировку прибора проводят по стандартному раствору $p(\text{NO}_3^-) = 3$. Отклонения от контрольного значения раствора не должны превышать $\pm 0,04$.

Закончив градуировку прибора в стандартных растворах, электроды ополаскивают дистиллированной водой, высушивают фильтровальной бумагой и опускают в подготовленный испытуемый раствор анализируемого материала. Снимают показания

Таблица 37

$p(\text{NO}_3^-)$	Сотые доли $p(\text{NO}_3^-)$									
	00	01	02	03	04	05	06	07	08	09
Массовая доля нитрата, млн^{-1} (мг/кг)										
1,6	9033	8827	8626	8430	8238	8050	7867	7688	7513	7342
1,7	7175	7012	6852	6696	6544	6375	6249	6107	5968	5832
1,8	5699	5570	5443	5319	5198	5079	4964	4851	4740	4633
1,9	4527	4424	4323	4225	4129	4035	3943	3853	3765	3680
2,0	3596	3514	3434	3356	3280	3205	3132	3061	2991	2923
2,1	2856	2791	2728	2666	2605	2546	2488	2431	2376	2322
2,2	2269	2217	2167	2117	2069	2022	1976	1931	1887	1844
2,3	1802	1761	1721	1682	1644	1606	1570	1534	1499	1465
2,4	1432	1399	1367	1336	1306	1276	1247	1218	1191	1164
2,5	1137	1111	1086	1061	1037	1013	990	969	946	924
2,6	903	883	863	843	824	805	787	769	751	734
2,7	717	701	685	670	654	639	625	611	597	583
2,8	570	557	544	532	520	508	496	485	474	463
2,9	453	442	432	422	413	403	394	385	377	368
3,0	360	351	343	336	328	320	313	306	299	292
3,1	286	279	273	267	261	255	249	243	238	232
3,2	227	222	217	212	207	202	198	193	189	184
3,3	180	176	172	168	164	161	157	153	150	146
3,4	143	140	137	134	131	128	125	122	119	116
3,5	114	111	109	106	104	101	99	97	95	92
3,6	90,3	88,3	86,3	84,3	82,4	80,5	78,7	76,9	75,1	73,4
3,7	71,7	70,1	68,5	67,0	65,4	63,9	62,5	61,1	59,7	58,3
3,8	57,0	55,7	54,4	53,2	52,0	50,8	49,6	48,5	47,4	46,3
3,9	45,3	44,2	43,2	42,2	41,3	40,3	39,4	38,5	37,7	36,8
4,0	36,0	35,1	34,3	33,6	32,8	32,0	31,3	30,6	29,9	29,2

прибора непосредственно в логарифмических единицах $p(\text{NO}_3^-)$ по шкале иономера или в милливольтгах и по градуировочному графику находят значение величины $p(\text{NO}_3^-)$.

В течение рабочего дня градуировку прибора периодически повторяют по стандартным растворам.

Массовую долю нитратов X (в мг/кг) в испытуемом материале рассчитывают по формуле

$$X = \frac{\left(V + \frac{wH}{100 \cdot I} \right) 10^{-p(\text{NO}_3^-)} \cdot 62 \cdot 10^6}{1000 \cdot m}$$

где V — количество экстрагирующего раствора, см^3 ; w — массовая доля влаги в пробе, %; m — масса пробы, взятой для анализа, г; 100 — коэффициент перевода % в доли единиц; I — плотность воды, г/см^3 ; $10^{-p(\text{NO}_3^-)}$ — концентрация нитратов в вытяжке, моль/дм^3 ; 62 — молярная масса иона нитрата, г; 10^6 — коэффициент перевода долей единиц в миллионные доли (млн^{-1} мг/кг); 1000 — коэффициент перевода дм^3 в см^3 .

Принимая $V = 50 \text{ см}^3$, $n = 10 \text{ г}$ и проводя соответствующие сокращения и преобразования, получаем следующую формулу для расчета:

$$X = \left(50 + \frac{w}{10} \right) 10^{-p(\text{NO}_3^-)} \cdot 6200.$$

В случае разбавления вытяжки результат анализа увеличивают во столько раз, во сколько раз была разбавлена вытяжка при анализе.

Определение массовой доли влаги в пробе, а также выполнение расчетов можно исключить, используя таблицу перевода величин $p(\text{NO}_3^-)$ в массовую долю нитрата в анализируемой пробе. Таблица 37 составлена для материалов с массовой долей влаги 70—80% и предназначена для обработки результатов при анализе моркови, картофеля, столовой свеклы, лука-репки.

Запись в лабораторном журнале

Масса пробы картофеля, взятого для анализа	г
Количество экстрагирующего раствора (сульфата калия—алюминия)	см ³
Концентрация иона нитрата в вытяжке	моль/дм ³
Массовая доля влаги в картофеле	%
Массовая доля нитратов в картофеле	мг/мг
Заключение	

Контрольные вопросы

1. От каких факторов зависит химический состав картофеля; какими данными характеризуется состав клубней?
2. Каковы признаки заболевания картофеля фитофторой, паршой, сухой гнилью?
3. Какова роль в оценке качества картофеля основного показателя — массовой доли влаги, крахмала, витамина С; в чем сущность методов его определения?
4. С какой целью осуществляется контроль за содержанием нитратов и нитритов в пищевых продуктах? Каковы методы их определения?

РАБОТА 30. АНАЛИЗ СУХОГО КАРТОФЕЛЬНОГО ПЮРЕ

Сухое картофельное пюре представляет собой продукт, полученный из свежего, очищенного, сваренного до готовности, измельченного в пюре и высушенного картофеля.

Сухое картофельное пюре вырабатывают в виде: хлопьев — лепестков толщиной 0,2—0,3 мм, размером не более 10 мм; крупки — мелкозернистого продукта с размером частиц до 1,0 мм; гранул — цилиндриков диаметром от 1 до 3 мм и длиной от 5 до 20 мм; молочно-картофельного порошка — продук-

та, аналогичного картофельной крупке, но с более мелкими крупинками, размером 500 мкм.

Сухое картофельное пюре используется в качестве компонента для производства пищевых концентратов и в качестве полуфабриката для приготовления различных блюд: пюре, котлет, оладий и других картофельных продуктов.

При этом картофельные хлопья, крупка и молочно-картофельный порошок относятся к мгновенно восстанавливаемым продуктам, а гранулы — к быстрораствориваемым.

Сухое картофельное пюре является физиологически полноценным продуктом, содержащим значительное количество питательных и биологически активных веществ.

Средний химический состав сухого картофельного пюре представлен в табл. 38.

Таблица 38

Вид продукта	Влага, %	Белки, %	Жиры, %	Углеводы, %	Зола, %	Витамины, мг%				Энергетическая ценность	
						С	В ₁	В ₂	РР	ккал	кДж
Хлопья	12,0	3,8	0,22	76,3	3,0	4,8	0,25	0,09	3,4	303,6	1270,0
Крупка	12,0	4,1	0,23	79,0	2,9	3,8	0,28	0,08	3,3	314,5	1316,0
Гранулы	12,0	3,9	0,24	77,7	3,0	3,4	0,29	0,09	3,1	309,3	1294,1

Для органолептической оценки и определения отдельных физико-химических показателей качества сухого картофельного пюре отбор проб и подготовку их для анализа осуществляют по ОСТ 111-21—84. Качество сухого картофельного пюре устанавливают по каждой партии продукции.

По объединенной пробе, составленной из определенного количества образцов продукции, определяют массу нетто, органолептические показатели и зараженность вредителями.

Для небольших партий сухого картофельного пюре объединенная проба является одновременно и аналитической. Если масса объединенной пробы больше 2,0 кг нефасованной или 1,5 кг фасованной продукции, то из нее методом квартования выделяют аналитическую пробу.

Для определения отдельных физико-химических показателей выделяют часть аналитической пробы массой 200—250 г, хорошо измельчают на лабораторной мельнице, сразу же помещают в банку с притертой крышкой, снабжают этикеткой с указанием предприятия-изготовителя, вида продукта, даты выработки и номера смены.

Согласно ОСТ 10-12—86 качество сухого картофельного пюре по органолептическим и физико-химическим показателям должно соответствовать требованиям, указанным ниже.

Показатель	Характеристика продукта и нормы
Внешний вид, консистенция	Сыпучий, с наличием единичных комочков, легко рассыпающихся
Вкус и запах пюре, приготовленного по способу, указанному на этикетке	Свойственные картофельному пюре, без посторонних привкуса и запаха
Консистенция пюре, приготовленного по способу, указанному на этикетке	Однородная, свойственная картофельному пюре, без выраженной клейкости
Цвет продукта, приготовленного по способу, указанному на этикетке	Белый, желтый, кремовый различных оттенков, свойственных сортам картофеля
Размер частиц сухого картофельного пюре:	
кружки, мм, не более	2,0
хлопьев по наибольшему измерению, мм	0,8—10. Допускается наличие хлопьев размером менее 0,8 мм до 5%
гранул, мм, не более:	
диаметр	3,0
длина	20,0
Массовая доля влаги, %	12,0
Массовая доля диоксида серы, %, не более	0,015
Массовая доля минеральных примесей, %, не более	0,01
Массовая доля металлических примесей, %, не более (величина отдельных частиц примесей в наибольшем линейном измерении не более 0,3 мм)	0,0003
Зараженность вредителями хлебных запасов	Не допускается

При органолептической оценке качества сухого картофельного пюре определяют внешний вид, цвет, консистенцию, запах и др.

Технология изготовления оказывает большое влияние на органолептические показатели качества продукта. При проведении органолептических испытаний все образцы подаются анонимно. Число дегустируемых образцов должно быть не более 10.

Определение внешнего вида, формы частиц, цвета, вкуса и консистенции. Внешний вид, форму частиц и цвет продукта определяют визуально на основании осмотра образцов сухого картофельного пюре, помещенных на лист белой бумаги. Анализ проводят при рассеянном ярком дневном свете или люминесцентном освещении.

Для определения консистенции, вкуса и запаха пюре готовят образцы по способу, указанному на этикетке. Температура

оцениваемого образца для продуктов, употребляемых в горячем виде, около 55 °С.

Определение размера частиц сухого пюре. Этот показатель определяют визуально при органолептических испытаниях. Для определения размера крупинок и пластинок-лепестков, не соответствующих действующему ОСТ 10—12—86, проводят контрольное просеивание сухого картофельного пюре на ситах с отверстиями диаметром не более 2 мм для крупки, 3 мм — для гранул и 10 мм — для хлопьев.

Техника определения — из аналитической пробы сухого картофельного пюре берут навеску массой 200 г с погрешностью $\pm 0,1$ г и просеивают на механизированном рассеве с возвратно-поступательными движениями при 100—120 колебаниях в мин. Допускается просеивание навески пюре вручную через соответствующие сита при выполнении условий просеивания, указанных выше. Для хлопьев используют два сита — металлическое № 10 со штампованными отверстиями круглой формы диаметром 10 мм и металлотканое — 0,8 мм. Сходы с сит, а также проход через сито с диаметром 0,8 мм взвешивают и выражают в процентах к массе продукта. Длину картофельных гранул измеряют с помощью миллиметровой бумаги после просеивания навески через сито с диаметром отверстий 3 мм. За результат испытания принимают среднее арифметическое из 10 параллельных измерений.

Запись в лабораторном журнале

Сухое картофельное пюре	Вид
Масса пюре	г
Масса схода после просеивания пюре через сито с диаметром отверстий:	
крупки — 2 мм	г
гранул — 3 мм	г
хлопьев — 10 мм	г
Масса прохода после просеивания хлопьев через сито с диаметром 0,8 мм	г
Количество пюре после просеивания через сито с диаметром отверстий:	
крупки — 2 мм	%
гранул — 3 мм	%
хлопьев — 10 мм	%
Количество хлопьев размером менее 0,8 мм	%
Длина гранул	мм
Заключение	

Физико-химическими методами анализа определяют массовую долю влаги, диоксида серы, минеральных и металлических примесей.

Массовая доля крахмала, содержание водорастворимых веществ и некоторые другие показатели не нормируются стандартом. Однако по содержанию этих компонентов можно более

полно характеризовать пищевую ценность сухого картофельного пюре.

Подготовка пробы для физико-химического анализа пюре — способ подготовки пробы зависит от вида сухого картофельного пюре. Аналитическую пробу сухого картофельного пюре в виде крупки или картофельного порошка перед анализом просеивают через металлическое сито с диаметром отверстий 1 мм. Проход через сито перемешивают и берут навески для анализа. Сухое картофельное пюре в виде гранул или хлопьев предварительно измельчают на лабораторной мельнице до частиц размером 1 мм, затем поступают так же, как с крупкой.

Определение массовой доли влаги. Массовая доля влаги в сухом картофельном пюре является одним из важных показателей качества. ОСТ 111-21—84 рекомендует три метода высушивания: до постоянной массы при температуре 100—105 °С; при температуре 130 °С в течение 40 мин с момента достижения этой температуры в сушильном шкафу (ускоренный метод); на приборе ВЧ — производственный метод.

Определение методом высушивания до постоянной массы. Техника определения — 3,0 г измельченной аналитической пробы сухого картофельного пюре взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г в высушенной и тарированной бюксе, снабженной крышкой. Открытые бюксы с навесками помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре 100—105 °С до постоянной массы.

Ход определения и форму записи в лабораторном журнале см. в работе 2.

Определение ускоренным методом. Техника определения — 5,0 г тщательно перемешанной аналитической пробы сухого картофельного пюре взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г в предварительно высушенных при температуре 130 °С и взвешенных бюксах. Ход определения и форму записи в лабораторном журнале см. в работе 2. За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,4 %.

Определение массовой доли влаги на приборе ВЧ (производственный метод). Техника определения — 3,0 г подготовленного при анализе сухого картофельного пюре высушивают в приборе ВЧ при температуре 150 ± 2 °С в течение 3 мин. Устройство прибора, ход определения и форму записи в лабораторном журнале см. в работе 2.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % (абс.).

Определение массовой доли диоксида серы. При производстве сухого картофельного пюре клубни для предотвращения потемнения обрабатывают водным раствором сернистой кислоты или ее солей. В готовых продуктах по ОСТ 10—12—86 массовая доля диоксида серы не должна превышать 0,015 %.

Для количественного определения диоксида серы в пищевых продуктах используют много различных методов и их модификаций. Все они основаны на способности сернистой кислоты окисляться в серную под воздействием различных окислителей. В качестве окислителей в стандартных методах используют пероксид водорода или йод, а о содержании сернистой кислоты судят по количеству образовавшейся серной кислоты (весовой метод) или по количеству затраченного окислителя (объемный метод).

Более быстрыми и простыми являются методы, основанные на определении количества затраченного окислителя.

Массовую долю диоксида серы в сухом картофельном пюре определяют объемным методом (ГОСТ 25555.5—82). В этом методе окислителем является йод, взаимодействующий с диоксидом серы по уравнению:



Недостатком этого метода является то, что йод расходуется не только на реакцию с диоксидом серы, но и на окисление других органических соединений, например сахаров, дубильных веществ и т. д. Для внесения поправки на окисление этих соединений проводят дополнительное иодометрическое титрование вытяжки с добавлением раствора формалина, связывающего диоксид серы и оставляющего неокисленными органические вещества, которые окисляются при титровании раствором йода.

Техника определения — сухое картофельное пюре в количестве 25 г взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г, переносят в фарфоровую ступку, добавляют цилиндром 50—100 см³ 20 %-ного раствора хлорида натрия и 5 см³ фосфатного буферного раствора (рН 4,2—4,6). Полученную смесь тщательно растирают и затем количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ с помощью 20 %-ного раствора хлорида натрия и им же доводят объем до метки. Содержимое колбы хорошо перемешивают, отстаивают 3—5 мин и фильтруют через марлю или ватный фильтр. В две конические колбы берут пипеткой по 50 см³ фильтрата, добавляют из бюретки в каждую колбу по 2 см³ 1 н. раствора гидроксида натрия, закрывают стеклянными пробками и оставляют на 2 мин. Так как в пищевых продуктах, которые обрабатывали раствором гидросульфита натрия, часть сернистой кислоты находится в связанном состоянии, то для

высвобождения связанной сернистой кислоты и перевода ее в свободное состояние добавляют гидроксид натрия.

После выдерживания раствора в течение 2 мин в каждую колбу добавляют цилиндром до 2 см³ 6 н. раствора соляной кислоты для нейтрализации избытка гидроксида натрия и создания кислой среды, так как реакция окисления до серной кислоты происходит в кислой среде.

Содержимое одной колбы титруют 0,02 н. раствором йода, применяя в качестве индикатора 1 см³ 1 %-ного раствора крахмала. В другую колбу добавляют 1 см³ 40 %-ного раствора формалина для связывания SO₂, выдерживают 10 мин и титруют 0,01 н. раствором йода в присутствии 1 см³ раствора крахмала.

Массовую долю диоксида серы X (в %) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) C M V_3 \cdot 100}{1000 m V_4}$$

где V_1 — количество 0,02 н. раствора йода, пошедшее на титрование исследуемого раствора, см³; V_2 — количество 0,02 н. раствора йода, пошедшее на титрование раствора с добавлением формалина, см³; C — нормальная концентрация раствора йода, н.; M — молярная масса эквивалента диоксида серы $M(\frac{1}{2} \text{SO}_2) = 32$ г/моль; V_3 — объем мерной колбы, в которую перенесена навеска продукта, см³; 1000 — коэффициент перевода дм³ в см³; m — масса продукта, г; V_4 — количество раствора, взятого на титрование, см³.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 6 % (отн.).

Запись в лабораторном журнале

Масса пюре, соответствующая взятому для титрования фильтрату, $G = \frac{V_4 m}{V_3}$ г

Количество 0,02 н. раствора йода, израсходованное на титрование G г сухого пюре (V_1) см³

Количество 0,02 н. раствора йода, израсходованное на титрование G г пюре с добавлением формалина (V_2) см³

Количество раствора йода, связавшегося с G г пюре ($V_1 - V_2$) см³

Массовая доля диоксида серы %

Заключение

Определение массовой доли минеральных примесей. Наличие минеральной примеси (песка) в сухом картофельном пюре свидетельствует о загрязненности продукта в процессе производства или при перевозках и хранении. На этот показатель большое влияние оказывает мойка клубней картофеля.

ГОСТ 25555.3—82 предусматривает определение минеральных примесей в продуктах переработки плодов и овощей методом флотации в воде и определение минеральных примесей флотацией в четыреххлористом углероде в сушеных продуктах (здесь описан второй метод).

Техника определения — из подготовленной аналитической пробы сухого картофельного пюре навеску массой 10 г переносят в предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью $\pm 0,0002$ г химический стакан вместимостью 50 см³.

Стакан помещают в вытяжной шкаф и цилиндром приливают к навеске пюре 30 см³ четыреххлористого углерода (CCl₄). Смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой в течение 2 мин и оставляют на 15 мин, при этом минеральная примесь (песок) осаждается на дне стакана.

По окончании отстаивания декантируют CCl₄ вместе со взвешенными частицами продукта. На дне стакана остаются песок и незначительная часть продукта, прилипшая к стенкам. Содержимое стакана промывают несколько раз до полного удаления взвешенных частиц небольшим количеством CCl₄. Стакан с песком на дне оставляют в вытяжном шкафу для удаления паров четыреххлористого углерода, а затем помещают в сушильный шкаф для подсушивания при 125—130 °С на 45 мин.

После окончания подсушивания стакан охлаждают в эксикаторе, взвешивают с погрешностью $\pm 0,0002$ г и рассчитывают количество минеральной примеси в пюре. Согласно ОСТ 10-12—86 наличие минеральной примеси не должно превышать 0,01 %.

Запись в лабораторном журнале

Масса пустого стакана (m)	г
Масса сухого картофельного пюре (M)	г
Масса стакана с минеральной примесью (m_1)	г
Массовая доля минеральной примеси ($m_1 - m$)	г
Массовая доля минеральной примеси	%

$$\left(\frac{m_1 - m}{M} \right) 100$$

Заключение

Определение насыпной массы. Насыпная масса — это показатель, характеризующий массу сухого картофельного пюре, размещенную в единице объема емкости.

Насыпную массу сухого картофельного пюре выражают в килограммах на метр кубический. Различные виды сухого кар-

тофельного пюре в зависимости от формы, величины частиц имеют различную насыпную массу. Насыпная масса сухого картофельного пюре обуславливает расход упаковочных материалов. С увеличением насыпной массы продукта снижаются затраты не только на упаковку, но и на хранение и транспортирование готовой продукции.

Сухое картофельное пюре в виде хлопьев имеет насыпную массу 200—300 кг/м³, в виде крупки — 600—750 кг/м³, в виде гранул — 300—400 кг/м³, молочно-картофельного порошка — 800 кг/м³.

Техника определения — аналитическую пробу сухого картофельного пюре насыпают доверху в предварительно взвешенный сосуд определенного объема. Излишек продукта осторожно снимают линейкой, не допуская уплотнения продукта. Сосуд с продуктом взвешивают с погрешностью ± 5 г и по разности масс определяют насыпную массу.

Для каждого вида сухого картофельного пюре проводят не менее 5 параллельных определений, расхождения между которыми не должны превышать 1 %. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов пяти определений.

Запись в лабораторном журнале

Масса первого образца сухого пюре	кг
Масса N-ного образца сухого пюре	кг
Масса пятого образца сухого пюре	кг
Средняя масса образца сухого пюре	кг
Расхождения между параллельными определениями	%
Объем сосуда для определения насыпной массы	м ³
Насыпная масса сухого пюре	кг/м ³
Заключение	

Получение восстановленного (готового к употреблению) картофельного пюре. Сухое картофельное пюре является полуфабрикатом, из которого можно получить готовый продукт путем его восстановления. На процесс восстановления сухого картофельного пюре оказывают влияние многие факторы: вид сухого пюре, способы и температура сушки при производстве пюре, наличие различных солей в воде и другие факторы. Согласно ОСТ 10-12—86 способы восстановления сухого пюре в зависимости от его вида представлены в табл. 39.

Рекомендуется сухое пюре с обогащающими добавками восстанавливать в воде, а без добавок — в смеси воды с молоком в соотношении 1:1—4. В жидкость добавляют соль (если сухой продукт не содержит соли) в количестве 1 % к ее массе.

Таблица 39

Вид сухого пюре	Количество жидкости, добавляемой к одной весовой части сухого продукта, весовых частей	Температура жидкости для восстановления, °C	Способ восстановления
Хлопья	4,5	65	В жидкость засыпают хлопья, быстро перемешивают до полного увлажнения и выдерживают 2—3 мин
Крупка	4,0	90	В жидкость засыпают крупку, перемешивают и выдерживают 2—3 мин
Гранулы	4,0	100	В жидкость засыпают гранулы, перемешивают и варят или выдерживают в термостатических условиях 3—15 мин
Молочно-картофельное пюре	3,5—4,0	55—70	В жидкость постепенно засыпают порошок, слегка взбивая, и выдерживают 2—3 мин

Контрольные вопросы

1. Какие виды сухого картофельного пюре вырабатываются в СССР? Их характеристика и отличительные особенности.
2. Какое значение имеет показатель массовой доли крахмала в сухом картофельном пюре?
3. В чем сущность йодометрического метода определения диоксида серы? Его достоинства и недостатки.
4. Какое значение имеет показатель «насыпная масса продукта» и его определение?
5. Как определяется наличие твердой минеральной примеси?
6. Каковы способы восстановления сухого картофельного пюре в зависимости от его вида?

РАБОТА 31. АНАЛИЗ КРУП

В производстве пищевых концентратов применяют гречневую, перловую, ячневую, пшеничную, овсяную, рисовую, кукурузную, манную крупы и пшено.

Гречневая крупа — при изготовлении пищевых концентратов используют только ядрицу I сорта, представляющую собой целые и надколотые ядра гречихи, являющиеся сходом с сита размером $1,6 \times 20$ мм. При получении концентратов обедненных блюд рецептурами предусмотрено применение ядрицы быстрорастворивающейся, которую изготавливают из пропаренного зерна (развариваемость не более 25 мин). При использовании обычной ядрицы необходимо изменять режим термической обработки при производстве варено-сушеной крупы.

Перловая крупа — представляет собой целое или дробленое ядро крупного ячменя, освобожденное от оболочки и подвергнутое шлифованию. Крупу вырабатывают пяти номеров, различающихся по размеру зерен. В производстве пищевых концентратов применяют крупу № 1, 2, имеющую ядро удлиненной формы с закругленными концами, и крупу № 3 — шарообразной формы.

Ячневая крупа — представляет собой частицы дробленого ядра ячменя различной формы и величины, полностью освобожденные от цветковых пленок и частично от плодовых оболочек. Вырабатывают крупу трех номеров, различающихся по размеру ядер. В производстве пищевых концентратов применяют крупу № 1, 2.

Пшеничная крупа — вырабатывают из твердых сортов пшеницы (дурум).

В зависимости от способа обработки и размера крупинок пшеничная крупа делится на виды и номера: Полтавская № 1, 2, 3, 4 и Артек.

В производстве пищевых концентратов обеденных блюд применяют крупу Полтавскую первых трех номеров и Артек.

Крупа Полтавская № 1, 2, 3 представляет собой целые или дробленые ядра пшеницы, освобожденные от зародыша и частично от плодовых и семенных оболочек, отшлифованные, различной формы (удлиненные, округлые и т. д.).

Крупа Артек — частицы мелкодробленого зерна пшеницы, освобожденные полностью от зародыша и частично от плодовых и семенных оболочек. Частицы крупы отшлифованы.

Овсяная крупа — при выработке пищевых концентратов используют пропаренную недробленую овсяную крупу высшего и I сортов.

Рисовая крупа — в зависимости от состояния эндосперма рис делят на три категории: стекловидный, полустекловидный и мучнистый. При изготовлении взорванного (воздушного) риса применяют только стекловидный рис.

В производстве пищевых концентратов применяют рис высшего и I сортов, полированный и шлифованный.

Кукурузная крупа — в зависимости от способа обработки и размера крупинок ее делят на шлифованную, крупную и мелкую.

Крупа шлифованная представляет собой различной формы хорошо отшлифованные с округлыми гранями дробленые частицы зерна кукурузы, освобожденные от плодовых оболочек и зародыша. В зависимости от размера крупинок ее делят на пять номеров.

Крупная и мелкая крупа представляют собой дробленые частицы зерна кукурузы различной формы, полученные путем отделения плодовых оболочек и зародыша.

В производстве пищевых концентратов обеденных блюд используют крупу кукурузную шлифованную № 1, 2, 3, 4, 5 и мелкую. Для изготовления хлопьев и воздушных зерен используют кукурузную крупу крупную, при выработке палочек — мелкую.

Манная крупа, получаемая при сортовом помоле пшеницы, представляет собой лучшую часть ядра, очищенного от оболочек, раздробленного и отсортированного, просеянного через соответствующие сита.

В зависимости от типа пшеницы, поступающей на помол, манная крупа подразделяется на следующие марки: М — крупа из мягкой пшеницы, МТ — из мягкой пшеницы с примесью твердой (дурум) до 20 %, Т — из твердой пшеницы (дурум).

В производстве обезвоженных продуктов для детского и диетического питания применяют манную крупу марки Т, муссов — крупу марки М.

Пшено — представляет собой ядра проса, освобожденные от цветковой пленки, плодовой и семенной оболочек и зародыша. В производстве пищевых концентратов применяют шлифованное пшено высшего сорта.

Определение Качества круп. Для каждой партии по показателям, предусмотренным нормативно-технической документацией на соответствующие виды круп, проводят в следующем порядке: массовую долю влаги, затем цвет, запах и вкус; зараженность вредителями хлебных запасов; массовую долю металломагнитной примеси; крупность или номер крупы и массовую долю примесей; массовую долю доброкачественного ядра; зольность; кислотность для овсяных хлопьев; развариваемость для гречневой крупы и овсяных хлопьев.

Отбор проб крупы и подготовку их к анализу осуществляют согласно ГОСТ 26312.1—84. Описание отбора точечных проб от партии крупы, составление объединенной и средней пробы, выделение навесок соответствуют прописи, данной в работе № 13.

Отличительные особенности отбора проб крупы:

точечные пробы крупы должны быть массой не более 200—300 г каждая;

объединенная проба массой $1,5 \text{ кг} \pm 0,1 \text{ кг}$ является одновременно и средней пробой, если больше 1,5 кг, то из нее выделяют среднюю пробу;

выделение навесок ручным способом обязательно для манной, кукурузной круп и овсяных хлопьев.

Оценку качества круп проводят органолептическими и физи-

ко-химическими методами анализа. Требования к качеству круп представлены в табл. 40.

При органолептической оценке качества круп показатели (цвет, запах и вкус) определяют по ГОСТ 26312.2—84.

Определение цвета, запаха и вкуса. Цвет крупы зависит от природных свойств зерна, из которого она выработана, а также от способа обработки зерна. Отклонение от нормального цвета крупы необходимо рассматривать как дефект, так как потемнение крупы обусловлено недоброкачеством зерна, из которого они выработаны или неправильным хранением.

Техника определения — для определения цвета часть средней пробы крупы массой примерно 50 г рассыпают тонким сплошным слоем на листе черной бумаги или на черной доске. Цвет определяют визуально при дневном рассеянном свете или при ярком искусственном освещении.

Запах определяют, высыпая навеску крупы массой около 20 г на чистую бумагу. Для усиления запаха крупу перед определением прогревают. Для этого ее помещают в фарфоровую чашку, накрывают стеклом и прогревают в течение 5 мин на кипящей водяной бане.

Вкус крупы определяют при разжевывании небольшого количества размолотой крупы (около 1 г).

В спорных случаях запах и вкус крупы определяют путем дегустации сваренной из нее каши.

При оценке качества круп по физико-химическим показателям определяют массовую долю влаги, крупность, массовую долю примесей, золы и др.

Определение массовой доли влаги. Немедленно после выделения средней пробы отсыпают около 100 г крупы в банку с притертой пробкой. Основным (арбитражным) методом определения массовой доли влаги в крупе является ускоренный метод высушивания навески размолотой крупы в количестве 5 г, взятой с погрешностью $\pm 0,01$ г, в электрическом сушильном шкафу (СЭШ-1) при температуре 130°C в течение 40 мин. Крупу с содержанием массовой доли влаги более 18 % перед размолом обязательно подсушивают.

Технику определения и форму записи в лабораторном журнале см. в работе 13. Отличительные особенности подготовки проб — размол крупы за один раз должен соответствовать по крупности помола следующим условиям: проход через проводочное сито с размером ячеек 0,8 мм для овсяной крупы должен быть не менее 60 %, а для всех прочих круп — не менее 75 %.

Расхождение между результатами при параллельных определениях допускается не более 0,2 %.

Определение зараженности вредителями хлебных запасов.

Показатель	Вид		
	гречневая	перловая	ячневая
Цвет	Кремовый с желтоватым оттенком, для быстрораствариваемой крупы — коричневый разных оттенков		
Запах	Свойственный нормальной крупе, без затхлого		
Вкус	Свойственный нормальной крупе, без кислого		
Массовая доля влаги, %, не более	14,0	15,0	15,0
Массовая доля доброкачественного ядра, %, не менее	99,2	99,6	99,0
В том числе:			
колотые ядра, %, не более	3,0	—	—
неодир (для перловой № 1, 2 и ячневой № 1), %, не более	—	0,7	0,9
пожелтевшие ядра (для риса), %, не более	—	—	—
клейкие (глиутиновые) ядра (для риса), %, не более	—	—	—
Массовая доля нешелушенных зерен, %, не более	0,3	—	—
Массовая доля испорченных ядер, %, не более	0,2	—	—
Массовая доля мучки, %, не более	—	0,2	0,4
Массовая доля сорной примеси, %, не более	0,4	0,3	0,3
В том числе:			
минеральной, %, не более	0,05	0,05	0,05
органической (для овсяной крупы—цветковых пленок), %, не более	—	—	—
вредной, %, не более	—	0,05	0,05

Примечание. Прочерк означает, что показатели ГОСТом не предусмотрены.

Зараженность крупы вредителями хлебных запасов определяют согласно ГОСТ 26312.3—84; она характеризует количество экземпляров живых насекомых-вредителей на 1 кг крупы.

Зараженность вредителями хлебных запасов во всех видах и сортах круп не допускается. Крупа с признаками заражения считается нестандартной и без соответствующей обработки реализации не подлежит.

Определение крупности или номера крупы, массовой доли примесей и доброкачественного ядра. Эти показатели опреде-

крупы					
пшенич- ная	пшено	овсяная		рисовая	
		высший сорт	I сорт	высший сорт	I сорт
Желтый	Желтый раз- ных оттен- ков	Светло-желтый различных оттен- ков		Белый, допускаются единичные зерна с цветными оттенками	
плесневого и других посторонних запахов					
горького и других посторонних 14,0	14,0	12,5	12,5	12,5	15,5
99,2	99,2	99,0	98,5	99,7	99,4
—	0,5	0,5	1,0	4,0	9,0
—	—	—	—	—	—
—	—	—	—	—	0,5
—	—	—	—	1,0	2,0
—	0,3	0,4	0,7	Не допускается	0,2
0,2	0,2	—	—	—	—
—	—	0,3	0,5	—	—
0,3	0,3	0,3	0,7	0,2	0,3
0,05	0,05	0,1	0,1	0,05	0,05
—	—	0,05	0,05	Не допускается	0,05
0,05	0,05	0,05	0,05	—	—

ляют согласно ГОСТ 26312.4—84. Из средней пробы крупы в зависимости от ее вида и характера примесей выделяют навеску для анализа, масса которой указана в табл. 41 и 42.

Выделенную навеску крупы взвешивают с погрешностью $\pm 0,1$ г, просеивают через соответствующий набор сит, размер которых установлен нормативно-технической документацией на данный вид крупы (табл. 42).

Для анализа пользуются металлическими ситами со штампованными отверстиями округлой формы диаметром 1,5—4,0 мм.

Таблица 41

Виды примесей	Вид крупы	Навеска, г
Вредная: спорынья, зерна, пораженные нематодой, куколь, вязель разноцветный, софора лисохвостная, горчак ползучий, термопсис ланцетный	Все виды крупы	400
головня	Все виды крупы	200
Минеральная: песок, земля и т. д.	Манная, кукурузная мелкая	50
определяют из дополнительной навески	Все остальные виды круп	400

Для ядрицы применяют верхнее сито с отверстиями продолговатой формы, где номер сита показывает ширину и длину отверстий в миллиметрах (1,6×20 мм). Нижнее сито для большинства круп металлотканое (0,56, 0,63 и 0,8 мм).

Техника определения крупности или номера крупы — крупы просеивают на лабораторном рассеве в течение 3 мин с величиной размаха колебаний сит около 10 см и при частоте вращения 120 об/мин или вручную, вращая сита круговыми движениями по часовой стрелке и соблюдая условия просеивания, указанные выше.

Название крупы	Вид крупы	Сорт крупы
Пшено	Шлифованное	Высший, I, II
Ядрица	Быстроразваривающаяся, обыкновенная	I, II
Рис целый	Шлифованный, полированный	Высший, I, II
Перловая	—	Не делится
Ячневая	—	Не делится
Овсяная	Шлифованная	Высший, I
Пшеничная:	—	—
Полтавская	—	Не делится
Артек	—	—
Кукурузная	Шлифованная	Не делится
	Дробленая	—

Манную и кукурузную крупы просеивают на лабораторном рассеве в течение 10 мин при частоте вращения 180—200 об/мин, для улучшения просеивания на сита помещают по 5 резиновых кружков диаметром около 10 мм, толщиной 0,3 мм, массой около 0,4 г каждый.

При анализе гречневой крупы навеску просеивают вручную возвратно-поступательными движениями сит без встряхивания по направлению продольной оси продолговатых отверстий сит. Величина размаха колебаний сит около 10 см, продолжительность просеивания для ядрицы 3 мин, для продела — 1 мин при 100—120 движениях в мин.

Для определения крупности гречневой крупы допускается применение механизированного рассева с возвратно-поступательными движениями при выполнении условий просеивания, указанных выше.

Полученные при просеивании сходы с сит и проход через нижнее сито взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г, выражают в процентах к массе взятой навески с точностью до 0,1 % и определяют крупность и принадлежность крупы к тому или другому номеру по ГОСТу.

Для установления крупности перловой, ячневой, кукурузной и полтавской круп взвешивают наибольшие остатки на ситах (сход). Проход нижнего сита представляет собой мучку.

Для номерных круп (перловая № 1, 2, 3; ячневая № 1, 2 и др.) установлен дополнительный показатель качества, назы-

Таблица 42

Номер крупы	Навеска, г	Количество сит, шт.	Номера сит	Примечание
—	25	2	1,5; 0,56	—
—	50	2	1,6×20; 0,8	—
—	25	1	1,5	—
1; 2; 3; 4; 5	50	6	3,5; 3; 2,5; 2; 1,5; 0,56	Для крупы № 3, 4 и 5 навеска 25 г
1; 2; 3	25	3	2; 1,5; 0,56	Для крупы № 1 — 50 г
—	50	2	2; 0,63	—
1; 2; 3; 4	50	4	3,5; 3; 2,5; 1,5	Для крупы № 4 — 25 г
—	25	2	1,5; 0,63	—
1; 2; 3; 4; 5	50	6	То же, что и для перловой крупы, верхнее сито вместо 3,5 мм — 4 мм	—
1; 2; 3	25	3	То же, что и для ячневой крупы	—

Запись в лабораторном журнале

Крупа	Название, вид
Масса образца крупы	г
Масса схода крупы с верхнего сита с диаметром отверстий (в мм)	г
Массовая доля схода крупы с верхнего сита	%
Масса схода крупы с л-го сита с диаметром отверстий (в мм)	г
Массовая доля схода крупы л-го сита	%
Масса прохода крупы через нижнее сито с диаметром отверстий 0,56—0,8 мм	г
Массовая доля прохода крупы	%
Крупность или номер крупы	
Заключение	

ваемый выравниенностью. *Выравниенность крупы* — количество частиц данного размера в процентах, содержащихся в крупе. Для определения выравниенности крупу просеивают на двух смежных по размерам ситах, диаметр отверстий которых для разных видов круп представлен в табл. 43.

В пшеничной крупе допускаются обработанные зерна ржи и ячменя в количестве не более 0,3 %.

Обработанными зернами ржи и ячменя считают зерна этих культур, прошедшие технологическую обработку вместе с зернами основной культуры (пшеница), освобожденные от зародыша и цветковых пленок (ячмень) и частично от плодовых и семенных оболочек.

Навеску крупы массой 100 г, взвешенную с погрешностью $\pm 0,1$ г, просеивают через два сита с диаметром отверстий, соответствующих виду крупы. Взвешивают сход с верхнего сита, проход через нижнее сито и определяют выравниенность крупы. По стандарту при просеивании перловой, кукурузной и пшеничной круп через сита соответствующих размеров должно проходить (или оставаться на сите) не менее 80 % крупы, а ячневой — не менее 75 %.

Запись в лабораторном журнале

Крупа	Вид, номер
Масса образца крупы (А)	г
Масса схода крупы с верхнего сита с диаметром отверстий (в мм) (В)	г
Масса прохода крупы через нижнее сито с диаметром отверстий (в мм) (С)	г
Масса схода крупы на нижнем сите $m = A - (B + C)$	г
Выравниенность крупы $M = \frac{100m}{A}$	%
Заключение	

Крупа	Диаметр отверстий двух смежных сит (в мм) для определения	
	прохода	схода
Крупа перловая:		
№ 1	3,5	3,0
№ 2	3,0	2,5
№ 3	2,5	2,0
Крупа ячневая:		
№ 1	2,5	2,0
№ 2	2,0	1,5
Крупа пшеничная:		
Полтавская		
№ 1	3,5	3,0
№ 2	3,0	2,5
№ 3	2,5	2,0
Артек	1,5	—
Крупа кукурузная:		
шлифованная:		
№ 1	4,0	3,0
№ 2	3,0	2,5
№ 3	2,5	2,0
№ 4	2,0	1,5
№ 5	1,5	0,56
крупная	7,0	5,0
мелкая	1,2	0,67

Примечания: 1. Для крупы Полтавской № 2 и 3 и для крупы Артек наличие недробленных зерен пшеницы не допускается. 2. Для крупы Артек сход устанавливается на металлотином сите № 063 (ГОСТ 3924—74).

Определив крупность или номер крупы в сходах с сит, отбирают посторонние примеси.

К посторонним примесям в крупе относят: сорную примесь, состоящую из минеральной, органической примеси, а также семян культурных и сорных растений; испорченные ядра крупы (с явно изменившимся цветом); нешелушенные зерна культуры, из которой приготовлена крупа; мучку; колотые ядра (проход соответствующего сита), если их количество больше допустимой стандартом нормы; пожелтевшие и глинистые ядра риса.

Техника определения примесей — после просеивания крупы сход с каждого сита и проход через нижнее сито переносят на разборную доску и отбирают шпателем или пинцетом отдельные фракции примесей, которые взвешивают с точностью до 0,01 г и выражают в процентах к массе взятой навески. Если при анализе крупы устанавливают наличие вредных или минеральных примесей, то массовую долю их определяют в отдельных навесках крупы, масса которых указана ранее (табл. 42).

Массовую долю отдельных фракций примесей указывают с точностью до сотых долей процента. Массовую долю недодира определяют только в перловой и ячневой крупах.

Выделенную из среднего образца навеску крупы массой 10 г просматривают через лупу с увеличением в 6—10 раз.

Содержание недодира можно определять также следующим способом. Навеску крупы 10 г помещают на металлическое сито, которое на 1 мин вместе с навеской погружают в 2 %-ный раствор марганцовокислого калия, а затем в течение 30 с промывают под струей текущей воды. Крупу обсушивают фильтровальной бумагой, помещают на зеркало и просматривают, выделяя недодир, пленки которого хорошо видны на потемневшем в результате обработки ядре. Выделенный недодир и нормально обработанную крупу взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г. Содержание недодира выражают в процентах с точностью до 0,1 к массе навески крупы после ее обработки. Определив количество посторонних примесей, рассчитывают массовую долю доброкачественного ядра.

Техника определения массовой доли доброкачественного ядра — количество доброкачественного ядра определяют путем вычитания из 100 суммы процентов всех примесей (без округления). Содержание доброкачественного ядра выражают в процентах с точностью до 0,1. По содержанию доброкачественного ядра и примесей устанавливают соответствие качества крупы требованиям нормативно-технической документации (см. табл. 40).

Запись в лабораторном журнале

Крупа	Вид, номер, сорт
Масса образца крупы	г
Масса сорной примеси:	г
минеральной	г
органической	г
вредной	г
Масса испорченных ядер	г
Масса нешелушенных ядер	г
Масса мучки	г
Масса недодира (для перловой и ячневой круп)	г
Масса нормально обработанной крупы	г
Массовая доля отдельных фракций примесей (сорной, испорченных ядер и т. д.)	%
Массовая доля недодира	%
Массовая доля всех видов примесей	%
Массовая доля доброкачественного ядра	%
Заключение	

Определение массовой доли золы. Основным методом определения массовой доли золы в крупе является озоление наведе-

сок крупы без применения ускорителя по ГОСТ 26312.5—84. Допускается также определять зольность крупы с применением ускорителя — азотной кислоты.

Для определения зольности навеску крупы массой 30—50 г, выделенную из средней пробы ручным способом или делителем, размалывают на лабораторной мельнице так, чтобы вся размо- лотая крупа прошла при просеивании через сито № 080.

Зольность манной и кукурузной круп определяют без пред- варительного размола.

Техника определения — размолотую крупу насыпают на стеклянную пластинку размером 20×20 см и смешивают при помощи двух плоских совочков или картонных пластинок.

Затем размолотую крупу распределяют ровным слоем, при- крывают другим стеклом такого же размера. Слой крупы под стеклом должен быть не более 3—4 мм. После удаления верх- него стекла из разных мест слоя (не менее чем из 10) отбирают маленьким совком две навески массой 2,0—2,5 г каждая в два предварительно прокаленных до постоянной массы и охлажден- ных в эксикаторе тигля. Взвешивают навеску крупы с погреш- ностью $\pm 0,0002$ г.

Метод определения массовой доли золы сухим методом без ускорителя и запись в лабораторном журнале описаны в ра- боте 4.

При двух параллельных определениях в одном и том же образце допускается расхождение между результатами опреде- лений (в абсолютных процентах) не более 0,025; при контроль- ных и первоначальных определениях — 0,05.

Определение кислотности. Определение кислотности овся- ных хлопьев по болтушке осуществляется по ГОСТ 26312.6—84. Сущность метода заключается в титровании раствором гидроксида натрия всех кислореагирующих веществ крупы (свобод- ных жирных кислот, органических кислот и др.).

Кислотность крупы выражают в градусах, означающих коли- чество 1 н. раствора гидроксида натрия, требующегося для ней- трализации кислот в 100 г продукта.

Техника определения — из средней пробы вручную выделяют 50 г крупы и подготавливают ее так же, как для определения зольности. Взвешенную навеску размолотой крупы массой 5 г высыпают в коническую колбу, приливают 100 см³ дистиллированной воды и перемешивают до исчезновения ко- мочков. Далее технику определения кислотности и запись в ла- бораторном журнале см. в работе 14.

Определение кислотности круп для продуктов детского пита- ния осуществляют согласно ГОСТ 26971—86 потенциометриче- ским методом и выражают кислотность в градусах с учетом массовой доли влаги в продукте.

Определение развариваемости. Определение развариваемости гречневой крупы и овсяных хлопьев осуществляется по ГОСТ 26312.2—84. Развариваемость крупы выражают продолжительностью варки в мин (с момента погружения стакана с крупой в кипящую баню до окончания варки), необходимой для доведения до готовности к употреблению.

Техника определения — крупу перед анализом не моют. Из средней пробы гречневой крупы выделяют навеску массой 50 г, отдельно взвешивают 1 г поваренной соли. Соль переносят в химический стакан или цилиндр вместимостью 500 см³, добавляют 125 см³ кипящей воды, взбалтывают до растворения соли, туда же переносят навеску крупы, накрывают часовым стеклом и помещают в кипящую водяную баню так, чтобы уровень воды в бане был выше уровня крупы в стакане или цилиндре. Этот уровень поддерживают до конца варки.

При варке продека через 10 мин, а ядрицы через 20 мин ложечкой из середины стакана (на глубину ложечки) отбирают пробу из 5—6 крупиннок (слегка приоткрывая стекло или крышку во избежание охлаждения каши) на предметное стекло. Пробу накрывают сверху другим стеклом и вручную раздавливают крупинки между стеклами. Последующие пробы отбирают через каждые 3 мин до готовности.

Сваренной считается крупа совершенно мягкая, но не деформированная, которая при раздавливании между стеклами не имеет мучнистых, непроваренных частиц.

Для определения развариваемости овсяных хлопьев в химический стакан вместимостью 300—500 см³ наливают 100 см³ кипящей воды, добавляют 0,3 г поваренной соли и 10 г хлопьев и помещают в кипящую баню.

Через 15 мин (для «Геркулеса») и 7 мин (для лепестковых хлопьев) из стакана берут ложечкой немного хлопьев и органолептически определяют их состояние. Пробы отбирают через каждые 2—3 мин до тех пор, пока хлопья не станут мягкими, но не деформированными.

Запись в лабораторном журнале

Время погружения стакана с крупой в кипящую баню	мин
Время отбора 1-й пробы	мин
Время отбора л-й пробы	мин
Время окончания варки	мин
Развариваемость	мин
Заключение	

Контрольные вопросы

1. Какие основные виды круп применяются в производстве пищевых концентратов, их характеристика?
2. Как осуществляется отбор проб для определения качества крупы и последовательность проведения анализа?
3. Какова характеристика примесей круп и техника их определения?

КОНТРОЛЬ ЗА ВЫПОЛНЕНИЕМ РЕЦЕПТУРЫ И ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ХЛЕБА

РАБОТА 32. КОНТРОЛЬ ХЛЕБОБУЛОЧНЫХ И СДОБНЫХ ИЗДЕЛИЙ ПО СОДЕРЖАНИЮ САХАРА И ЖИРА

Возрастание выпуска хлебобулочных изделий, в рецептуру которых входит сахар и жир, и увеличение выработки мучнисто-кондитерских изделий обуславливают повышение значимости контроля за соблюдением рецептуры этих изделий. Такой контроль может осуществляться двумя методами: внутрипроизводственный контроль, который проводится или путем контрольных взвешиваний сахара и жира, вносимых в тесто, или по анализу теста на содержание этих видов сырья ускоренными способами, и контроль готовых изделий путем определения содержания сахара и жира в них методами, предусмотренными в ГОСТ 5668—68 и ГОСТ 5672—68. Эти ГОСТы с арбитражными методами содержат и ускоренные, позволяющие значительно снизить трудоемкость и длительность анализа, и прошедшие апробацию в промышленности.

Полученные при анализе готовых изделий данные о фактическом содержании сахара и жира в пересчете на сухие вещества сравнивают с нормами содержания этих продуктов, предусмотренными стандартами на данное изделие. Если в стандарте не нормируется содержание сахара и жира, то полученные путем лабораторного анализа данные о содержании сахара и жира в готовых изделиях (в пересчете на сухие вещества) сравнивают с данными, получаемыми расчетным путем (ожидаемое содержание), исходя из официально утвержденной рецептуры. Пример такого расчета для батонов нарезных из пшеничной муки I сорта на основании их рецептуры приводится в табл. 44.

Так как в состав сливочного масла и маргарина входит примерно 1,5 % белка, минеральных солей и углеводов, то содержание жира $C_{ж}$ (в %) вычисляют по формуле

$$C_{ж} = 100 - (C_{H_2O} + 1,5).$$

Для соленого сливочного масла и маргарина содержание жира $C_{ж}$ (в %) вычисляют по формуле

$$C_{ж} = 100 - (C_{H_2O} + C_{NaCl} + 1,5).$$

Таблица 44

Сырье	Закладка сырья, кг	Массовая доля влаги, %	Содержание			
			сухих веществ		жира	
			%	кг	% на сухие вещества	кг
Мука	100	14	86	86	—	—
Соль	1,5	5,0	95	1,42	—	—
Дрожжи	1,0	75	25	0,25	—	—
Сахар	4,0	—	100	4,0	—	—
Маргарин	3,5	16	84	2,94	82,5	2,9
Итого сухих веществ				94,61		

Расчетное (ожидаемое) количество сырья по рецептуре (в % на сухие вещества) находят следующим образом:

$$\text{сахар} - \frac{4 \cdot 100}{94,6} = 4,2;$$

$$\text{жир} - \frac{2,9 \cdot 100}{94,6} = 3,0.$$

При выполнении работы в лабораторном журнале следует сделать расчет ожидаемого содержания сахара и жира по приведенной форме для анализируемого вида хлебобулочных изделий согласно его рецептуре.

Подготовка образца к анализу. Отбирают образцы по ГОСТ 5667—65, ГОСТ 7128—81 и ГОСТ 8494—73.

Из лабораторного образца, отобранного для общего анализа, выделяют для определения сахара и жира не менее 300 г продукта.

В изделиях, у которых мякиш отграничен и легко отделяется от корки, например булки, халы, сдоба (за исключением слойки), анализируют только мякиш этих изделий. В остальных изделиях (баранки, сухари и т. п.) анализируют весь образец (с коркой).

Из изделий удаляют все включения (повидло, варенье, изюм и пр.) и поверхностную отделку (обсыпку сахаром, маком и т. д.), тщательно измельчают, перемешивают и помещают в банку с притертой пробкой.

В образце определяют также массовую долю влаги (ГОСТ 21094—75) высушиванием в электрошкафу при температуре 130°C в течение 40 мин (см. работу 2).

Определение массовой доли сахара (ГОСТ 5672—68). Этот стандарт предусматривает несколько методов определения в хлебе и хлебобулочных изделиях массовой доли сахара: перманганатный (применяется при возникновении разногласий в оценке качества — арбитраж), ускоренный йодометрический (см. работу 14) и ускоренный горячего титрования.

Порядок проведения анализа независимо от метода определения сахара состоит из следующих основных стадий: приготовление водной вытяжки; гидролиз сахарозы в полученной вытяжке и количественное определение сахара по его редуцирующей способности.

Техника определения — приготовление водной вытяжки — навеску продукта, взвешенную на технических весах с погрешностью не более 0,05 г, переносят с помощью воронки в мерную колбу вместимостью 200 или 250 см³. Навеску продукта берут с таким расчетом, чтобы концентрация сахара в растворе была около 0,5 %. Для удобства расчета можно воспользоваться табл. 45.

Таблица 45

Предполагаемая массовая доля сахара в пересчете на сухие вещества, %	Масса мякоти, г в мерной колбе вместимостью, см ³	
	200	250
2—5	25	30
6—10	12,5	15
11—15	8	10
16—20	6	7

Затем в колбу с навеской приливают на $\frac{2}{3}$ вместимости воду и в течение 5 мин выдерживают при частом взбалтывании для лучшего извлечения сахара. Для осаждения высокомолекулярных соединений (несахаров) в колбу приливают 10 см³ 15 %-ного раствора сульфата цинка и 10 см³ 4 %-ного раствора гидроксида натрия (или 5,6 %-ного раствора гидроксида калия), хорошо перемешивают, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают отстояться в течение 15 мин. Отстоявшуюся жидкость фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу.

В полученном фильтрате содержатся как редуцирующие сахара (глюкоза, мальтоза, фруктоза и др.), так и не обладающая восстанавливающей способностью сахароза, которая, будучи внесенной в тесто, не успевает полностью гидролизиться β-фруктофуранозидазой дрожжей до редуцирующих сахаров.

Поскольку большинством существующих методов определить содержание сахарозы можно только после ее гидролиза до редуцирующих сахаров (инвертного сахара), то в полученной вытяжке необходимо превратить этот дисахарид в инвертный сахар. В итоге определяется суммарное содержание всех сахаров (общий сахар).

Гидролиз сахарозы осуществляют следующим образом.

В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 50 см³ фильтрата и прибавляют к нему 5 см³ 20 %-ного раствора соляной кислоты (для получения в растворе 2 %-ной кислотной среды). Колбу погружают в нагретую до 70°C водяную баню и выдерживают при этой температуре 8 мин. Затем быстро охлаждают до комнатной температуры и нейтрализуют при интенсивном перемешивании 10 %-ным раствором гидроксида натрия или калия (допускается использование безводного карбоната натрия или бикарбоната натрия) с индикатором метиловым красным до появления желто-розового окрашивания. Так как в основной среде моносахара могут разлагаться (особенно фруктоза), нейтрализацию следует проводить медленно, не допуская появления желтого окрашивания. После нейтрализации доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Полученный исследуемый раствор используют для определения в нем массовой доли сахара любым из методов, предусмотренным стандартом.

Определение массовой доли сахара методом горячего титрования. Метод основан на способности редуцирующих сахаров восстанавливать в щелочном растворе Cu(II) в Cu(I).

Массовую долю сахара определяют путем титрования медно-щелочного раствора исследуемым раствором, содержащим редуцирующие сахара.

Необходимые реактивы: 1 %-ный раствор сульфата меди (раствор I) — 10 г чистой кристаллической соли сульфата меди растворяют в 200 см³ дистиллированной воды и 0,04 г метиленового голубого также в 200 см³ дистиллированной воды, полученные растворы сливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Щелочной раствор калия—натрия виннокислого (раствор II) — для приготовления берут навески калия—натрия виннокислого массой 50 г, гидроксида натрия 75 г и гексацианоферрат (II) калия ($K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$) 4 г с погрешностью не более 0,01 г. Растворяют отдельно в дистиллированной воде, сливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Стандартный раствор сахарозы (раствор III) готовят из чистой сахарозы (или сахара-рафинада), предварительно высушенной в эксикаторе в течение 3 сут над плавленым хлоридом кальция. В навеску массой 0,1 г с погрешностью не более 0,002 г переносят 50 см³ дистиллированной воды в мерную колбу вместимостью 100 см³ и проводят гидролиз сахарозы так,

как изложено выше. Полученный раствор содержит в 1 см³ 4 мг сахаров в пересчете на сахарозу.

Определение количества сахарозы, эквивалентного медно-щелочному раствору. Раствор III наливают в бюретку вместимостью 10 см³. В две плоскодонные круглые колбы вместимостью 50 см³ отмеривают пипеткой по 5 см³ раствора I и II. Одну из колб помещают на нагретую электроплитку, доводят раствор в колбе до кипения и титруют из бюретки раствором III со скоростью 4±1 капля в секунду до перехода синей окраски медно-щелочного раствора в желтую. Отмечают по бюретке израсходованный объем в см³ стандартного раствора III. Затем проводят контрольное титрование. Вторую колбу с медно-щелочным раствором помещают на электроплитку, доводят раствор в ней до кипения и сливают в него из бюретки примерно 85 % объема раствора III, израсходованного на предварительное титрование так, чтобы кипение в колбе не прекращалось. При этом синяя окраска медно-щелочного раствора изменяется на светло-фиолетовую. Затем проводят дотитровывание раствором III со скоростью 1 капля в секунду до появления желтой окраски.

Вычисляют количество сахаров, эквивалентное 10 см³ медно-щелочного раствора в пересчете на сахарозу, по формуле

$$T = 1,0V,$$

где V — объем стандартного раствора III, израсходованный на титрование, см³; 1,0 — массовая доля сахарозы в 1 см³ стандартного раствора сахарозы, мг.

Техника определения — исследуемый раствор наливают в бюретку вместимостью 10 см³. В две плоскодонные колбы вместимостью 50 см³ отмеряют пипеткой 5 см³ реактива I и 5 см³ реактива II. Одну из колб помещают на нагретую электроплитку, доводят раствор в колбе до кипения и титруют из бюретки исследуемым раствором со скоростью 4±1 капля в секунду до перехода синей окраски раствора в желтую. Фиксируют по бюретке израсходованный на титрование объем в см³ исследуемого раствора. Затем проводят контрольное титрование. Для этого вторую колбу с медно-щелочным раствором помещают на нагретую электроплитку, доводят раствор в колбе до кипения и сливают в него из бюретки около 85 % израсходованного на предварительное титрование объема исследуемого раствора так, чтобы кипение в колбе не прекращалось. При этом синяя окраска медно-щелочного раствора изменяется на светло-фиолетовую. Затем дотитровывают медно-щелочной раствор исследуемым раствором, добавляя последний со скоростью 1 капля в секунду до появления желтой окраски.

Запись в лабораторном журнале

Количество стандартного раствора сахарозы (раствор III), израсходованное на титрование медно-щелочного раствора (V)	см ³
Количество сахарозы, эквивалентное 10 см ³ медно-щелочного раствора (T)	мг
Количество исследуемого раствора, израсходованного на титрование медно-щелочного раствора (V ₂)	см ³
Масса навески исследуемого изделия (m)	г
Вместимость мерной колбы, взятой для приготовления вытяжки (V ₁)	см ³
Массовая доля влаги в исследуемом образце (W)	%
Массовая доля сахара в исследуемом образце в пересчете на сухие вещества (M)	%

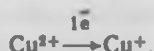
$$M^* = \frac{TV_1 \cdot 100 \cdot 2}{mV_2 \cdot 1000} \cdot \frac{100}{100 - W}$$

Заключение

Вычисление проводят с точностью до 0,1 %. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 % в одной лаборатории, а между результатами определений в разных лабораториях не должно превышать 1 %.

Определение массовой доли сахара ускоренным йодометрическим методом (метод Шорля). Метод выгодно отличается простотой, высокой точностью определения и возможностью определить содержание сахара в довольно широких пределах концентрации (от 0,3 до 88,2 мг в 30 см³ раствора).

Принцип метода заключается в следующем. При кипячении точного количества Фелинговой жидкости с испытуемым раствором, содержащим редуцирующие сахара, последние восстанавливают двухвалентную медь до оксида одновалентной меди по схеме



Затем на оставшуюся двухвалентную медь действуют KI, при этом ион йода окисляется, а двухвалентная медь восстанавливается:



Выделяющийся молекулярный йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия:



* Двойное разведение вытяжки при проведении гидролиза сахарозы; 1000 — перевод мг сахарозы в г.

Для определения количества двухвалентной меди, восстановленной сахаром, проводят контрольный опыт, в котором вместо исследуемого раствора, содержащего сахар, берут дистиллированную воду. При этом определяют количество тиосульфата натрия, эквивалентное всей двухвалентной меди, участвующей в опыте. По разности объемов раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование I_2 после воздействия KI со всей двухвалентной медью (контрольный опыт) и той, что осталась после взаимодействия с редуцирующим сахаром, судят о количестве восстановленной сахаром двухвалентной меди. По этой величине, выраженной в $см^3$ 0,1 н. раствора $Na_2S_2O_3$, находят по табл. 46 эквивалентное количество сахара в определенном объеме исследуемого раствора.

Техника определения — в коническую колбу вместимостью 200—300 $см^3$ вносят пипеткой 30 $см^3$ исследуемого раствора, добавляют точно пипеткой или бюреткой 10 $см^3$

Таблица 46

Количество восстановленной меди, $см^3$ 0,1 н. раствора тиосульфата натрия	Содержание сахаров, мг									
	Десятые доли, $см^3$									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	0,0	0,3	0,6	0,9	1,2	1,6	1,9	2,2	2,5	2,8
1	3,1	3,4	3,7	4,0	4,3	4,7	5,0	5,3	5,6	5,9
2	6,2	6,5	6,8	7,1	7,4	7,8	8,1	8,4	8,7	9,0
3	9,3	9,6	9,9	10,2	10,5	10,9	11,2	11,5	11,8	12,1
4	12,4	12,7	13,0	13,4	13,7	14,0	14,3	14,6	15,0	15,3
5	15,6	15,9	16,2	16,6	16,9	17,2	17,5	17,8	18,2	18,5
6	18,8	19,1	19,4	19,8	20,1	20,4	20,7	21,0	21,4	21,7
7	22,0	22,3	22,6	23,0	23,3	23,6	23,9	24,2	24,6	24,9
8	25,2	25,5	25,8	26,2	26,5	26,8	27,1	27,4	27,8	28,1
9	28,4	28,7	29,0	29,4	29,7	30,0	30,4	30,7	31,0	31,3
10	31,7	32,0	32,3	32,7	33,0	33,3	33,7	34,0	34,3	34,6
11	35,0	35,3	35,6	36,0	36,3	36,6	37,0	37,3	37,6	37,9
12	38,3	38,6	38,9	39,3	39,6	39,9	40,3	40,6	40,9	41,2
13	41,6	41,9	42,2	42,6	42,9	43,2	43,6	43,9	44,2	44,5
14	44,9	45,2	45,5	45,9	46,2	46,5	46,9	47,2	47,5	47,8
15	48,2	48,5	48,8	49,2	49,5	49,8	50,2	50,5	50,8	51,2
16	51,6	51,9	52,2	52,6	52,9	53,3	53,6	54,0	54,3	54,7
17	55,1	55,4	55,8	56,1	56,5	56,9	57,2	57,6	57,9	58,3
18	58,7	59,0	59,4	59,7	60,1	60,5	60,8	61,2	61,5	61,8
19	62,3	62,6	63,0	63,3	63,9	64,1	64,4	64,8	65,1	65,5
20	65,9	66,3	66,6	67,0	67,4	67,8	68,1	68,5	68,9	69,2
21	69,6	70,0	70,3	70,7	71,1	71,5	71,8	72,2	72,6	72,9
22	73,3	73,7	74,1	74,4	74,8	75,2	75,6	76,0	76,3	76,7
23	77,1	77,5	77,9	78,2	78,6	79,0	79,4	79,8	80,1	80,5
24	80,9	81,3	81,7	82,0	82,4	82,8	83,2	83,6	83,9	84,3
25	84,7	85,1	85,5	85,9	86,3	86,7	87,0	87,4	87,8	88,2

6,525 %-ного раствора сульфата меди (II) и 10 см³ щелочного раствора сегнетовой соли (калий—натрий виннокислый), доводят смесь в течение 2 мин до кипения, кипятят ровно 2 мин, быстро охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 3 г йодида калия, растворенного в 10 см³ воды, 10 см³ 25 %-ной серной кислоты и сразу же титруют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия до светло-желтого окрашивания. Затем добавляют 2 см³ индикатора (1 %-ный раствор растворимого крахмала) и продолжают титровать до исчезновения синей окраски. Аналогично проводят контрольный опыт, в котором вместо 30 см³ исследуемого раствора берут то же количество дистиллированной воды. Разность между величинами, полученными в контрольном опыте и при определении сахара в исследуемом растворе, умноженная на поправку к титру раствора тиосульфата натрия, показывает количество восстановленной меди, выраженное в см³ точно 0,1 н. раствора тиосульфата натрия. По этому количеству тиосульфата натрия, пользуясь табл. 46, находят количество мг сахарозы во взятых на определение 30 см³ исследуемого раствора.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, эквивалентное всей двухвалентной меди, взятой для определения (контрольный опыт), (V_1)	см ³
Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, эквивалентное остатку двухвалентной меди после взаимодействия с сахаром (V_2)	см ³
Количество 0,1 н. раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, эквивалентное восстановленной сахаром двухвалентной меди ($V_1 - V_2$)	см ³
Количество сахарозы (по табл. 46) в 30 см ³ вытяжки	г
Количество хлеба, взятое для определения в мерную колбу вместимостью V см ³ (a)	г
Количество хлеба, соответствующее 50 см ³ вытяжки, взятой для гидролиза сахарозы [$b = (a \cdot 50) / V$]	г
Количество хлеба, которому соответствует 30 см ³ исследуемого раствора [$(a \cdot 50 \cdot 30) / (V \cdot 100)$]	г
Количество сахарозы в 100 г мякиша хлеба	г
Массовая доля влаги в хлебе	%
Массовая доля сахара в хлебе в пересчете на сухие вещества	%
Заключение	

Определение массовой доли жира (ГОСТ 5668—68). Для определения этого показателя стандарт предусматривает три метода: экстракционный с предварительным гидролизом навески; экстракционно-весовой и рефрактометрический.

Экстракционный метод с предварительным гидролизом. Он является арбитражным и применяется при возникновении разногласий в оценке качества. Он основан на

извлечении жира из предварительно гидролизованной с помощью соляной или серной кислот навески изделия растворителем (хлороформ) и определении количества жира взвешиванием после удаления растворителя из определенного объема полученного раствора.

Ускоренный экстракционно-весовой метод. Основан на воздействии безводного карбоната натрия (Na_2CO_3) на анализируемый образец, экстракции жира в специальной ступке — экстракторе при интенсивном растирании в органическом растворителе (хлороформе) и фильтрации раствора под нагнетанием воздуха. Массовую долю жира определяют взвешиванием после удаления растворителя из определенного объема полученного раствора.

Эти методы довольно трудоемки, сложны в технике исполнения, а арбитражный еще и длителен. Этих недостатков лишен третий метод, предусмотренный стандартом.

Определение массовой доли жира ускоренным рефрактометрическим методом. Метод основан на извлечении жира из навески изделия соответствующими растворителями. Массовую долю жира в изделии определяют по разности коэффициентов преломления растворителя и раствора жира в растворителе.

Для определения коэффициента преломления могут быть использованы рефрактометры с предельным коэффициентом преломления до 1,7 любой системы, пригодные для определения жира. Точность метода зависит от коэффициента преломления применяемого растворителя: чем он больше, тем точнее результаты определения. ГОСТ предусматривает использование в этом методе следующих растворителей: бромнафталин- α с коэффициентом преломления около 1,66 и хлорнафталин- α с коэффициентом преломления около 1,63.

Подготовка к анализу — 1. Определяют коэффициент преломления бромнафталина- α при температуре 20°C, нанося 1—2 капли растворителя на призму рефрактометра.

2. Определяют плотность растворителя ρ (в г/см³) при 20°C с помощью пикнометра и вычисляют по формуле

$$\rho = \frac{m}{q},$$

где m — масса бромнафталина- α , г; q — водное число пикнометра, г.

Взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Расхождение между параллельными взвешиваниями не должно превышать 1 мг.

3. Калибруют пипетки (вместимостью 2—5 см³) по растворителю, отмеривая ими соответствующий объем растворителя в стаканчик и взвешивая с погрешностью не более 0,002 г. Рас-

хождение между параллельными взвешиваниями должно быть не более 0,0005 г.

Из трех взвешиваний берут среднее арифметическое и вычисляют объем пипетки V (в см^3) по формуле

$$V = \frac{m}{\rho}.$$

где m — масса растворителя, соответствующая объему взятой пипетки, г;
 ρ — плотность растворителя при температуре 20°C , г/см^3 .

Техника определения — хорошо измельченную навеску хлебобулочных изделий массой около 2 г взвешивают с погрешностью не более 0,05 г, помещают в маленькую ступку и приливают 4 см^3 растворителя с помощью калиброванных пипетки с маленькой грушей или микробюретки. Содержимое ступки энергично растирают в течение 3 мин, затем переносят из ступки на маленький складчатый фильтр. Первые 2—3 капли фильтрата отбрасывают, а последующие 2—3 капли помещают на призму рефрактометра и определяют коэффициент преломления.

Определение коэффициента преломления проводят при $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$ или при любой комнатной температуре, но тогда приводят показатель преломления раствора к температуре 20°C путем внесения поправки по табл. 47.

Отсчет показателя преломления раствора жира можно также проводить при любой комнатной температуре без учета поправки на температуру при условии одновременного определения показателя преломления растворителя при той же температуре.

Бараночные и сухарные изделия, а также хлебобулочные изделия из муки с «сильной» клейковинной анализируют следующим образом: хорошо измельчают навеску массой около 2 г и отвешивают с погрешностью не более 0,05 г, помещают в фарфоровую ступку или чашку и, прибавив около 2 г чистого сухого песка и 2 см^3 уксусной кислоты (80 %-ной), хорошо растирают в течение 2 мин и помещают на кипящую водяную баню на 3 мин. При анализе изделий с низкой влажностью (сухари, сушки и др.) перед добавлением песка измельченную навеску смачивают 1 см^3 воды. Затем массу охлаждают, приливают точно 4—6 см^3 растворителя и вновь растирают в течение 3 мин, добавляют 2 г безводного карбоната натрия, перемешивают, смесь переносят в складчатый фильтр и фильтруют в стаканчик, 2—3 капли наносят на призму рефрактометра и определяют коэффициент преломления.

Массовую долю жира вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_p \sigma_m}{m} \left(\frac{n_p - n_{pm}}{n_{pm} - n_m} \right) \cdot 100 \cdot \frac{100}{100 - W},$$

где X — массовая доля жира, % в пересчете на сухие вещества; V_p — объем растворителя, взятый для извлечения жира, см³; σ_m — относительная плотность жира при 20 °С, г/см³; P_p — коэффициент преломления растворителя; P_{pm} — коэффициент преломления раствора жира в растворителе; P_m — коэффициент преломления жира; m — навеска анализируемого продукта, г; W — массовая доля влаги в продукте, %.

Вычисляют с точностью до 0,1 %. За окончательный результат принимают среднеарифметическое трех параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 % в одной лаборатории и 1 % в разных.

При вычислении содержания жира пользуются показателями преломления и плотности жиров, указанными в табл. 48.

Таблица 47

Температура, °С	Поправка	Температура, °С	Поправка	Температура, °С	Поправка	Температура, °С	Поправка	Температура, °С	Поправка
<i>Отнять от показателя преломления</i>									
15,0	0,0022	16,0	0,0018	17,0	0,0013	18,0	0,0009	19,0	0,0004
1	0,0022	1	0,0017	1	0,0013	1	0,0008	1	0,0004
2	0,0021	2	0,0017	2	0,0012	2	0,0008	2	0,0004
3	0,0021	3	0,0016	3	0,0012	3	0,0007	3	0,0003
4	0,0020	4	0,0016	4	0,0011	4	0,0007	4	0,0003
5	0,0020	5	0,0016	5	0,0011	5	0,0007	5	0,0002
6	0,0019	6	0,0015	6	0,0011	6	0,0006	6	0,0002
7	0,0019	7	0,0015	7	0,0010	7	0,0006	7	0,0001
8	0,0018	8	0,0014	8	0,0010	8	0,0005	8	0,0001
9	0,0018	9	0,0014	9	0,0009	9	0,0005	9	0,0000
<i>Прибавить к показателю преломления</i>									
20,0	0,0000	22,0	0,0009	24,0	0,0018	26,0	0,0026	28,0	0,0035
1	0,0000	1	0,0009	1	0,0018	1	0,0027	1	0,0036
2	0,0001	2	0,0010	2	0,0018	2	0,0027	2	0,0036
3	0,0001	3	0,0010	3	0,0019	3	0,0028	3	0,0037
4	0,0002	4	0,0011	4	0,0019	4	0,0028	4	0,0037
5	0,0002	5	0,0011	5	0,0020	5	0,0029	5	0,0037
6	0,0003	6	0,0011	6	0,0020	6	0,0029	6	0,0038
7	0,0003	7	0,0012	7	0,0021	7	0,0029	7	0,0038
8	0,0004	8	0,0012	8	0,0021	8	0,0030	8	0,0039
9	0,0004	9	0,0013	9	0,0022	9	0,0030	9	0,0030
21,0	0,0004	23,0	0,0013	25,0	0,0022	27,0	0,0031	29,0	0,0040
1	0,0005	1	0,0014	1	0,0022	1	0,0031	1	0,0040
2	0,0005	2	0,0014	2	0,0023	2	0,0032	2	0,0040
3	0,0006	3	0,0015	3	0,0023	3	0,0032	3	0,0041
4	0,0006	4	0,0015	4	0,0024	4	0,0033	4	0,0041
5	0,0007	5	0,0015	5	0,0024	5	0,0033	5	0,0042
6	0,0007	6	0,0016	6	0,0025	6	0,0034	6	0,0042
7	0,0007	7	0,0016	7	0,0025	7	0,0034	7	0,0043
8	0,0008	8	0,0017	8	0,0026	8	0,0034	8	0,0043
9	0,0008	9	0,0017	9	0,0026	9	0,0035	9	0,0044

Таблица 48

Наименование жира	Коэффициент преломления	Плотность, г/см ³
Кунжутное масло	1,4730	0,919
Подсолнечное масло	1,4736	0,924
Коровье масло	1,4605	0,920
Маргарин	1,4690	0,928
Арахисовое масло	1,4696	0,914
Горчичное масло	1,4769	0,918

Примечания: 1. Если в исследуемом изделии находится неизвестный жир или имеется смесь жиров, поступают следующим образом: 5—10 г измельченного изделия заливают трехкратным количеством растворителя (хлороформ, тетрагидрофуран и др.), взбалтывают в течение 15 мин, вытяжку фильтруют в колбочку, растворитель полностью отгоняют, остальное подсушивают и определяют коэффициент преломления жира. 2. Для смеси жиров или для неизвестного жира плотность принимается равной 0,925 г/см³. 3. Вся работа с органическими растворителями должна проводиться только в вытяжном шкафу.

Как правило, найденная аналитическим путем массовая доля сахара и жира для большинства хлебобулочных изделий превышает расчетные данные, что обусловлено собственными сахарами и жиром муки. Такое превышение может быть различным для разных сортов и видов изделий, так как оно зависит от особенностей технологического процесса, рецептуры изделий и сорта муки.

В баранках и сухарях расхождения между расчетными и аналитическими данными по сахару и жиру меньше вследствие более значительных потерь этих компонентов во время выпечки.

В пределах данного сорта изделий расхождения между аналитическими и расчетными данными могут быть связаны с длительностью брожения теста, расходом фактически употребленных дрожжей, сахарообразующей способностью муки, колебаниями температуры и т. п. Слишком сильная обжарка баранок и сухарей, избыточно высокая кислотность изделий, как правило, связаны с меньшим содержанием сахара и жира в изделиях.

Контрольные вопросы

1. Какие методы предусматриваются государственными стандартами для определения массовой доли сахара и жира в хлебобулочных изделиях?
2. Какие существуют способы контроля за точностью выполнения рецептур?
3. Какие основные этапы аналитического определения массовой доли сахара Вы знаете?
4. С какой целью и каким образом проводят гидролиз сахарозы?
5. Каков принцип йодометрического метода определения сахара?
6. Как рассчитать ожидаемое количество сахара и жира в сайках из муки пшеничной I сорта при следующей рецептуре (в кг): мука — 100, соль — 1,5, дрожжи прессованные — 1,0, сахар — 4,0, маргарин — 2,5.

7. В чем преимущества рефрактометрического метода определения жира?
8. Какие факторы влияют на расхождение между расчетными и аналитическими данными содержания сахара и жира в изделии?

РАБОТА 33. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ПОВАРЕННОЙ СОЛИ

Поваренная соль (NaCl) является основным компонентом рецептуры хлебобулочных изделий, за исключением диетического ахлоридного хлеба, вырабатываемого без соли и предназначенного для больных с заболеванием почек, сердечно-сосудистой системы и др. Количество поваренной соли в тесте может колебаться от 0 до 2,5 % к массе муки, для большинства основных сортов хлеба ее количество находится в пределах 1,25—1,5 %.

Соль является не только вкусовой добавкой, она влияет на технологический процесс приготовления хлеба и на его качество: внешний вид, объем, свойства мякиша.

Соль влияет на углеводно-амилазный комплекс муки, вызывая, с одной стороны, повышение температуры клейстеризации крахмала, а с другой стороны, снижение активности амилазы в зоне рН среды от 6 до 4, т. е. — активной кислотности для опар и других полуфабрикатов хлебопекарного производства. В результате замедляется ферментативный гидролиз крахмала и несколько снижается накопление сахаров.

Большое значение в процессе приготовления теста и хлеба имеет влияние соли на белково-протеиназный комплекс муки. При малых дозировках соли (до 1,5—2 % к массе муки в тесте) наблюдается увеличение количества сырой клейковины, отмываемой из теста, возрастание ее влагоемкости, приводящее к ослаблению качества клейковины и ухудшению структурно-механических свойств теста. При более высоких концентрациях соли наблюдается обратная зависимость: гидратация клейковинных белков и, следовательно, количество отмываемой клейковины уменьшается с одновременным снижением ее растяжимости и расплываемости, т. е. по физическим свойствам она становится сильнее.

Добавление соли в тесто существенно сказывается на состоянии бродильной микрофлоры. При приготовлении пшеничного теста основная роль принадлежит спиртовому брожению, вызываемому дрожжами. Добавление соли даже в минимальном количестве (0,5 % к массе муки) вызывает заметное снижение интенсивности размножения дрожжей и вызываемого ими брожения, причем сильнее она воздействует на жидкие дрожжи, чем на прессованные. С увеличением концентрации вносимой соли интенсивность спиртового брожения резко падает, так как возрастает осмотическое давление в жидкой фазе теста и в

большей степени может происходить плазмолиз в дрожжевой клетке. При достаточно высокой концентрации соли (5 % и более к массе муки) спиртовое брожение в тесте практически прекращается.

Учитывая, что и обычно применяемые дозировки соли (примерно 1,5 % к массе муки) в тесте существенно снижают интенсивность спиртового брожения, в хлебопечении принято при опарном способе приготовления теста вносить соль не в опару, а в тесто. При приготовлении теста для отдельных сортов хлебобулочных изделий с повышенным содержанием соли (2,5 % к массе муки) ее вносят даже не при замесе теста, а после того, как оно уже частично выбродит.

При приготовлении теста на жидких дрожжах соль тормозит не только жизнедеятельность дрожжевых клеток, но и кислотообразующих бактерий, что снижает скорость кислотообразования.

Количество добавляемой в тесто соли оказывает существенную роль на протекающие в нем биохимические, коллоидные и микробиологические процессы. В тесте без соли брожение протекает весьма интенсивно, в результате к началу выпечки в нем остается мало несброженных сахаров. В период брожения физические свойства теста значительно ухудшаются за счет интенсивно протекающего протеолиза. Тесто становится липким, что затрудняет его прохождение через округлительные и закаточные машины, снижается его формоудерживающая способность, в результате при расстойке тестовые заготовки для подовых изделий быстро и сильно расплываются и прилипают к матерчатым чехлам люлек конвейерного расстойного шкафа. При выпечке тестовые заготовки также сильно расплываются, хлеб получается малого объема. Готовый хлеб имеет слабоокрашенную корку, недостаточно выраженный аромат, так как недостаток несброженных сахаров на стадии выпечки замедляет протекание реакции меланоидинообразования.

В тесте, приготовленном с добавлением соли, особенно в повышенных дозировках, интенсивность брожения меньше. Физические свойства теста за этот период изменяются незначительно. Тесто, идущее на разделку, отличается упругостью, в результате тестовые заготовки мало расплываются, не прилипают к рабочим поверхностям тесторазделочных машин. Длительность расстойки несколько увеличивается. При выпечке изделия хорошо сохраняют свою форму, они имеют интенсивно окрашенную корку.

Определение содержания поваренной соли (хлорида натрия) в хлебе, булочных изделиях, сухарях и баранках проводится по ГОСТ 5698—51 аргентометрическим методом в арбитражных случаях. Метод основан на осаждении иона хлора в виде хло-

рида серебра в присутствии дихромата Калия или дихромата аммония в качестве индикатора (см. работу 18).

Техника определения — в изделиях, у которых мякиш легко отделяется от корки (булки, халы, сдобы, за исключением слойки), анализируется только мякиш, в остальных изделиях (баранки, сухари, слойки) — весь образец с коркой. Если образец состоит из части изделия, срезают заветренную часть толщиной около 0,5 см, затем отрезают кусок массой около 70 г и срезают с него корку и подкорковый слой толщиной около 1 см. Мякиш тщательно измельчают и перемешивают. Навеску мякиша массой 25 г, взятую с погрешностью $\pm 0,01$ г, помещают в сухую банку вместимостью 500 см³ с хорошо пригнанной пробкой.

Мерную колбу вместимостью 250 см³ наполняют до метки дистиллированной водой. Для извлечения поваренной соли из мякиша хлеба в банку добавляют около $\frac{1}{4}$ объема взятой воды, содержимое быстро растирают деревянной лопаткой до однородной массы без заметных комочков нерастертого хлеба.

К полученной смеси приливают из мерной колбы всю оставшуюся воду, колбу закрывают пробкой и смесь энергично встряхивают в течение 2 мин. После этого смесь оставляют стоять при комнатной температуре в течение 10 мин. Затем смесь вновь энергично встряхивают в течение 2 мин и оставляют в покое в течение 8 мин. По истечении 8 мин отстоявшийся жидкий слой осторожно сливают через частое сито или марлю в сухой стакан. Из стакана отбирают по 25 см³ жидкости пипеткой в две конические колбы вместимостью по 100—150 см³ каждая, добавляют по 1 см³ 10 %-ного раствора дихромата калия или дихромата аммония и титруют 0,1 н. раствором нитрата серебра до перехода окраски из желто-зеленой в красновато-бурую.

Массовая доля хлорида натрия определяется по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0,005845 V_1 \cdot 100}{V_2 m} \cdot \frac{100}{100 - W},$$

где X — массовая доля хлорида натрия в пересчете на сухие вещества, %; V — количество точно 0,1 н. раствора нитрата серебра, пошедшее на титрование, см³; 0,005845 — количество хлорида натрия, соответствующее 1 см³ 0,1 н. раствора нитрата серебра, г; V_1 — количество воды, взятое для приготовления водной вытяжки, см³; V_2 — количество раствора, взятое для титрования, см³; m — масса хлеба, взятая для извлечения поваренной соли, г; W — массовая доля влаги в хлебе, %.

Конечный результат выражают как среднее арифметическое двух определений, расхождение между результатами двух параллельных не должно превышать 0,1 %.

Запись в лабораторном журнале

Масса хлеба, взятая для извлечения поваренной соли (m)	г
Количество точно 0,1 н. раствора нитрата серебра, пошедшее на титрование 25 см ³ фильтрата (V)	см ³
Количество хлорида натрия, соответствующее 1 см ³ 0,1 н. раствора нитрата серебра	0,005845 г
Количество хлеба, соответствующее 25 см ³ фильтрата ($m_1 = -\frac{mV_1}{V_1}$)	г
Количество хлорида натрия, содержащееся в m_1 хлеба ($V \cdot 0,005845$)	г
Массовая доля хлорида натрия в хлебе при его фактической массовой доле влаги ($\frac{V \cdot 0,005845 V_1 \cdot 100}{V_{2m}}$)	%
Массовая доля влаги в хлебе (W)	%
Массовая доля хлорида натрия в пересчете на сухие вещества хлеба (X)	%
Заключение	

Контрольные вопросы

1. В каких дозировках используется поваренная соль при производстве хлебобулочных изделий?
2. Как влияют различные дозировки соли на углеводно-амилазный и белково-протеиназный комплексы муки?
3. Какое влияние оказывает соль на бродильную микрофлору теста?
4. Как влияют различные дозировки соли на качество хлеба?
5. В чем заключается сущность argentометрического метода определения поваренной соли в хлебобулочных изделиях?

РАБОТА 34. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЙОДА

Вырабатываемые диетические хлебобулочные изделия предназначены для питания разных возрастных групп населения, а также для профилактического и лечебного питания больных. Хлебобулочные изделия с повышенным содержанием йода рекомендуется включать в рацион при заболеваниях щитовидной железы, сердечно-сосудистой системы, а также для профилактики заболеваний в районах с йодной недостаточностью.

Йод входит в состав гормона щитовидной железы тироксина, стимулирующего обменные процессы в организме. При недостатке йода в пище значительно снижается количество образующегося тироксина, что отражается на интенсивности обменных процессов. Систематическая недостаточность йода в пище приводит к заболеванию эндемическим зобом. Профилактика эндемического зоба включает использование в питании продуктов, содержащих йод. Промышленность производит пищевые продукты с добавлением йодистых солей, однако предпочтение

отдается натуральным пищевым продуктам, богатым йодом, таким, как морская капуста. Совместно с Институтом питания АМН СССР разработан ряд рецептур хлебобулочных и кондитерских изделий с добавлением морской капусты или йодита калия для диетического питания. Вырабатывают диетические отрубные хлебцы с лецитином и морской капустой, диетические булочки с лецитином и морской капустой, диетические булочки с лецитином и морской капустой сладкие, соловецкий хлеб.

Для определения массовой доли йода в диетических хлебобулочных изделиях используют метод, включенный в ГОСТ 25832—89. Определение включает обработку образца хлеба раствором гидроксида калия, выдерживание в течение 12—24 ч, высушивание и последующее озоление продолжительностью около 7 ч в условиях, исключающих потери йода. После полной минерализации образца из золы извлекают водой йодид калия. Действуя на раствор йодида калия бромной водой, получают йодат, который взаимодействует с добавляемым раствором йодида калия с выделением свободного йода. Образовавшийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия. Стандартный метод определения массовой доли йода достаточно продолжителен и сложен.

Применяют также ускоренный способ определения йода в готовых изделиях. Метод включает озоление образца, выделение йода и определение его количества с помощью фотоэлектродетектора или спектрофотометра.

Техника определения — 15 г измельченного мякиша хлеба взвешивают с точностью до 0,01 г и помещают в фарфоровую чашку. Навеску тщательно растирают с 18 г карбоната калия и 2—3 см³ дистиллированной воды. Затем образец высушивают в течение 50 мин при температуре 105 °С в сушильном шкафу. После высушивания образец переносят в тигель и прокалывают в течение 2 ч при температуре не выше 200 °С, дальнейшее озоление проводят при 480—550 °С в течение 45 мин. Полученную золу количественно переносят в фарфоровую чашку, тщательно растирают, перемешивают с 50—60 см³ дистиллированной воды и кипятят в течение 2 мин. Осадок отфильтровывают, многократно промывают на фильтре горячей водой общим объемом до 150 см³.

Фильтрат охлаждают и переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³. Отмеривают цилиндром 25 см³ четыреххлористого углерода, 10 см³ из них вносят в делительную воронку. Доводят рН смеси до 2, подкисляя серной кислотой, разбавленной водой в соотношении 1 : 3, контролируют рН с помощью универсальной индикаторной бумаги. Затем в делительную воронку добавляют 2 см³ 5%-ного раствора нитрита натрия, взбалтывают в течение 5 мин, окрашенный раствор

Йода в четыреххлористом углероде сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³. Для более полного извлечения йода его еще дважды экстрагируют, добавляя по 7,5 см³ четыреххлористого углерода в делительную воронку, перемешивая и сливая раствор в ту же мерную колбу. Объем раствора в колбе доводят до метки четыреххлористым углеродом, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр в сухую колбу. Определяют оптическую плотность фильтрата на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре при длине волны 512—514 нм. В качестве раствора сравнения используют четыреххлористый углерод.

Массовую долю йода в навеске продукта находят по калибровочной кривой, построенной по чистому йоду. Массовую долю йода в хлебобулочных изделиях выражают в мг йода на 100 г хлеба.

Приведенный метод дает возможность определить 85—100 % от общего количества внесенного йода, что можно объяснить как погрешностью метода, так и различной сохраняемостью йода в процессе приготовления хлеба.

Запись в лабораторном журнале

Масса мякиша хлеба	г
Величина оптической плотности	
Содержание йода в навеске хлеба (по калибровочной кривой)	мг
Массовая доля йода в хлебе	мг/100 г
Заключение	

В соответствии с ГОСТ массовая доля йода (мг на 100 г хлеба) должна быть не менее: хлебцы диетические отрубные с лецитином и морской капустой — 0,5, булочки диетические с лецитином и морской капустой — 0,5, булочки диетические с лецитином и морской капустой сладкие — 0,47.

Контрольные вопросы

1. Какова область применения хлебобулочных изделий с повышенным содержанием йода?
2. В чем сущность стандартного и ускоренного методов определения содержания йода в готовых изделиях?
3. В чем заключается ускоренный метод определения массовой доли йода в хлебных изделиях?

РАБОТА 35. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АРОМАТИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В ХЛЕБЕ

Запах является важным органолептическим показателем качества хлеба. Аромат хлеба в значительной мере характеризует для потребителя его качество и в первую очередь свежесть.

Наиболее интенсивен аромат горячего хлеба, при остывании и хранении аромат существенно уменьшается.

Как установлено, в образовании аромата хлеба принимают участие около 300 веществ, и количество идентифицированных ароматобразующих веществ продолжает увеличиваться благодаря работам многочисленных исследователей. В формировании аромата участвуют спирты, фенолы, альдегиды, кетоны, кислоты, лактоны, серосодержащие соединения, эфиры, амины. Все эти компоненты находятся в хлебе в очень малых количествах.

Сложным является выявление основных ароматобразующих веществ. В этом случае устанавливают минимальную сенсорно определяемую концентрацию вещества, так называемую пороговую, выражаемую в миллиграммах на килограмм хлеба. Затем вычисляют коэффициент ароматичности как частное от деления содержания ароматобразующего вещества в хлебе в мг/кг на его пороговую концентрацию. При величине коэффициента ароматичности определяемого вещества менее единицы оно не воспринимается органами чувств человека.

Формирование комплекса ароматических веществ хлеба происходит на всех стадиях тестоприготовления. В процессе приготовления теста, его брожения, расстойки тестовых заготовок увеличивается содержание спиртов, органических кислот, эфиров, карбонильных соединений. Важным является наличие в тесте перед выпечкой восстанавливающих сахаров и продуктов гидролиза белков — пептидов и аминокислот. Окончательное формирование аромата хлеба происходит именно в процессе выпечки, когда в результате реакции меланоидинообразования образуются темноокрашенные продукты — меланоидины, имеющие специфический запах, а также целый ряд других ароматических соединений.

Определение аромата хлеба предусмотрено стандартами в совокупности показателей органолептической оценки качества изделий.

При проведении исследовательских работ в ряде случаев возникает необходимость количественного выражения содержания ароматобразующих веществ в хлебе. С этой целью пользуются методом определения содержания бисульфитсвязывающих карбонильных соединений, а также методом определения ацетальдегида и суммарного количества летучих альдегидов в хлебе. Содержание карбонильных веществ составляет примерно третью часть от общего количества ароматобразующих соединений хлеба.

Определение содержания бисульфитсвязывающих веществ в хлебе. Метод основан на взаимодействии карбонильных соединений, содержащихся в хлебе, с бисульфитом натрия. Процесс

определения состоит из следующих этапов: проведение реакции образования бисульфиткарбонильных соединений, удаление избытка бисульфита натрия, разрушение бисульфиткарбонильных соединений, количественное определение выделившегося бисульфита натрия, эквивалентного содержанию карбонильных соединений.

Содержание бисульфитсвязывающих карбонильных соединений выражают в см^3 0,1 н. раствора йода, пошедшего на титрование бисульфита натрия, связанного с карбонильными соединениями, содержащимися в 100 г сухих веществ хлеба.

Приготовление реактивов — для получения 0,15 %-ного раствора бисульфита натрия 0,75 г безводного сульфита натрия растворяют в 400 см^3 воды, подкисляют 2 н. раствором уксусной кислоты в присутствии 3—5 капель индикатора метилрот до появления розовой окраски, затем доводят объем до 500 см^3 .

Буферный раствор готовят, растворяя 30 г борной кислоты и 5 г гидроксида натрия в 1 дм^3 дистиллированной воды.

Техника определения — навеску мякиша или верхней корки хлеба массой 10 г, взятую с погрешностью не более 0,01 г, тщательно растирают в ступке с 0,15 %-ным раствором бисульфита натрия. Затем суспензию количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 , доводят до метки раствором бисульфита натрия, взбалтывают в течение 10 мин, дают отстояться 10 мин и фильтруют в сухую колбу.

В коническую колбу вместимостью 150 см^3 вносят пипеткой 10 см^3 фильтрата, при анализе сильноокрашенных растворов берут 10 см^3 фильтрата и 10 см^3 дистиллированной воды. Оттитровывают избыток бисульфита натрия 0,1 н. раствором йода, в качестве индикатора добавляют 1 см^3 1 %-ного раствора крахмала и продолжают титрование до появления слабой фиолетово-голубой окраски. Если йода прибавлено больше, чем необходимо, его оттитровывают 0,01 н. раствором тиосульфата натрия.

Для разрушения бисульфиткарбонильных соединений используют буферный раствор, который позволяет довести рН смеси до 8,3. При величине рН смеси менее 8 недостаточно четко определяется конец титрования, в растворах с рН более 9 йод взаимодействует с гидроксидом натрия, что делает невозможным количественное определение с использованием в качестве индикатора крахмала.

Для предотвращения окисления бисульфита натрия, выделяющегося при расщеплении бисульфиткарбонильных соединений, кислородом воздуха добавление буферного раствора проводят после прибавления около 90 % объема 0,01 н. раствора йода, пошедшего на ориентировочное титрование, затем продол-

жают титрование до появления фиолетово-синей окраски, не исчезающей в течение 15 с.

При проведении ориентировочного титрования в реакционную колбу после удаления избытка бисульфита натрия добавляют 15 см³ буферного раствора и сразу же титруют из микробюретки выделившийся бисульфит натрия 0,01 н. раствором йода до появления фиолетово-синей окраски. Отмечают объем титранта.

При проведении основного определения в реакционную колбу после удаления избытка бисульфита натрия вносят около 90 % объема 0,01 н. раствора йода, пошедшего на ориентировочное титрование, затем прибавляют 15 см³ буферного раствора и завершают титрование 0,01 н. раствором йода.

Рассчитывают содержание бисульфитсвязывающих веществ по формуле

$$X = \frac{KV - 100 \cdot 100}{10(100 - W)},$$

где X — содержание бисульфитсвязывающих веществ, см³ 0,1 н. раствора йода на 100 г сухих веществ хлеба; K — поправочный коэффициент раствора йода; V — объем 0,01 н. раствора йода, пошедший на основное титрование 10 см³ фильтрата, см³; 10 — коэффициент пересчета на 0,1 н. раствор йода; W — массовая доля влаги в хлебе, %.

Запись в лабораторном журнале

Объем 0,01 н. раствора йода, пошедший на основное титрование (V)	см ³
Поправочный коэффициент раствора йода (K)	
Массовая доля влаги в хлебе (W)	%
Содержание бисульфитсвязывающих веществ в хлебе	см ³ /100 г
Заключение	

Содержание бисульфитсвязывающих карбонильных соединений в мякише ржаного и ржано-пшеничного хлеба составляет 6,8—28,9 см³ 0,1 н. раствора йода на 100 г сухих веществ, пшеничного — 5,4—28. В корке ржаного и ржано-пшеничного хлеба содержится 43,6—162,7, пшеничного — 20,4—108,2 см³ 0,1 н. раствора йода на 100 г СВ бисульфитсвязывающих веществ.

Определение ацетальдегида и суммарного количества летучих альдегидов в хлебе. Метод основан на вакуумной дистилляции летучих альдегидов, связывании их в гидразоны и спектрофотометрическом определении количества альдегидов.

Техника определения — подготовку пробы проводят следующим образом. Навеску хлеба массой 25 г, взятую с по-

4. Какова техника определения содержания ацетальдегида и суммарного количества летучих альдегидов в хлебе? В каких единицах выражают количество ацетальдегида и суммарное количество летучих альдегидов?

РАБОТА 36. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ УГЛЕВОДОВ

Для профилактического и лечебного питания больных сахарным диабетом, получивших ожоговую травму, при ожирении, остром ревматизме рекомендуется использовать продукты, содержащие малое количество углеводов. С этой целью вырабатывают хлебобулочные изделия с пониженным содержанием углеводов: хлеб белково-пшеничный, белково-отрубной, булочки с добавлением яичного белка, диетические булочки, ржаной диабетический хлеб.

Хлеб белково-пшеничный вырабатывают из 75 % сырой клейковины, 25 % пшеничной муки высшего сорта с добавлением соли, жира и сахарина. Хлеб белково-отрубной — из 80 % сырой клейковины, 20 % пшеничных отрубей с внесением соли, жира и сахарина.

Норма содержания углеводов в хлебе является гарантийной и определяется в спорных случаях.

Определение стандартным методом общего количества углеводов (ГОСТ 25832—89). Метод включает гидролиз углеводов и количественное определение образующейся глюкозы перманганатным методом.

Проведение гидролиза углеводов образца хлеба в 2%-ном растворе соляной кислоты. Его осуществляют при температуре 100 °С в течение 3 ч.

Техника определения — 3 г измельченного мякиша хлеба, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, помещают в колбу вместимостью 150—200 см³, добавляют 50 см³ 2 %-ного раствора соляной кислоты, хорошо перемешивают, следя за тем, чтобы на стенках колбы не оставалось кусочков мякиша. Колбу закрывают пробкой с обратным холодильником и помещают для гидролиза в кипящую водяную баню на 3 ч. После гидролиза содержимое колбы охлаждают, нейтрализуют безводным карбонатом или гидрокарбонатом натрия в присутствии индикатора метилового красного до появления желто-розового окрашивания. Нейтрализованный гидролизат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200—250 см³, добавляют 25 см³ 6 %-ного раствора сульфата меди и 25 см³ 1,25 %-ного раствора гидроксида натрия для осаждения белков, тщательно перемешивают и доводят дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы хорошо перемешивают, дают отстояться и фильтруют через бумажный складчатый фильтр в сухую колбу.

Определение глюкозы перманганатным методом. Он основан на способности редуцирующих сахаров,

имеющих свободную карбоксильную группу, восстанавливать в щелочном растворе двухвалентную медь в одновалентную. Образуется осадок оксида меди (I) в количестве, соответствующем количеству сахара в испытуемом растворе. Осадок оксида меди (I) обрабатывают раствором сульфата аммония—железа (III) (квасцов), при этом оксид меди (I) окисляется трехвалентным железом. Образующееся соединение железа (II) окисляется перманганатом калия.

Техника определения — в коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят пипеткой 20 см³ фильтрата, 20 см³ 4 %-ного раствора сульфата меди, 20 см³ раствора сегнетовой соли. Содержимое колбы нагревают до кипения и кипятят ровно 3 мин, снимают с огня и дают осадку отстояться 1—2 мин. Жидкость над осадком должна быть ярко-синей, обесцвечивание ее свидетельствует о высокой концентрации глюкозы в анализируемом растворе. В этом случае определение следует повторить при большем разведении испытуемого раствора. Жидкость фильтруют под разрежением через асбестовый фильтр в колбу Бунзена, стремясь не переносить осадок на фильтр. Осадок в колбе и на фильтре промывают несколько раз горячей водой, обращая внимание на то, чтобы осадок оксида меди (I) был все время покрыт жидкостью и не соприкасался с воздухом. Окончив промывание, переносят воронку с фильтром на другую чистую колбу Бунзена. Осадок оксида меди (I) в колбе растворяют в 20 см³ раствора сульфата аммония—железа (III) (квасцов). Раствор сливают на фильтр, дают несколько минут постоять для растворения осадка, затем фильтруют отсасыванием. Колбу и фильтр несколько раз промывают водой до отсутствия кислой реакции.

Полученный зеленоватый раствор в колбе для фильтрации сразу же титруют 0,1 н. раствором перманганата калия до появления слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Израсходованное на титрование количество раствора перманганата калия умножают на его титр по меди и по табл. 49 определяют количество глюкозы.

Массовую долю углеводов в хлебе X (в %) определяют по формуле

$$X = \frac{mV \cdot 100}{m_1 \cdot 20 \cdot 1000},$$

где m — количество глюкозы в 20 см³ гидролизата (по табл. 49), мг; V — вместимость мерной колбы, взятой после гидролиза, см³; m_1 — количество хлеба, взятое на определение, г.

Для определения титра раствора перманганата калия по меди берут навеску оксалата аммония массой около 0,14 г

Таблица 49

Глюкоза, мг	Медь, мг	Глюкоза, мг	Медь, мг	Глюкоза, мг	Медь, мг
10	20,4	40	77,5	70	129,8
11	22,4	41	79,3	71	131,4
12	24,3	42	81,1	72	133,1
13	26,3	43	82,9	73	134,7
14	28,3	44	84,7	74	136,3
15	30,2	45	86,4	75	137,9
16	32,2	46	88,2	76	139,6
17	34,2	47	90,0	77	141,2
18	36,2	48	91,8	78	142,8
19	38,1	49	93,6	79	144,5
20	40,1	50	95,4	80	146,1
21	42,0	51	97,1	81	147,7
22	43,9	52	98,9	82	149,3
23	45,8	53	100,6	83	150,9
24	47,7	54	102,3	84	152,5
25	49,6	55	104,1	85	154,0
26	51,5	56	105,8	86	155,6
27	53,4	57	107,6	87	157,2
28	55,3	58	109,3	88	158,8
29	57,2	59	111,1	89	160,4
30	59,1	60	112,8	90	162,0
31	60,9	61	114,5	91	163,6
32	62,8	62	116,2	92	165,2
33	64,6	63	117,9	93	166,7
34	66,5	64	119,6	94	168,3
35	68,3	65	121,3	95	169,9
36	70,1	66	123,0	96	171,5
37	72,0	67	124,7	97	173,1
38	73,8	68	126,4	98	174,6
39	75,7	69	128,1	99	176,2
				100	177,8

с погрешностью не более 0,0002 г и нагревают в фарфоровой чашке со 100 см³ воды и 2 см³ концентрированной соляной кислоты на водяной бане до температуры 60—80 °С, титруют раствором КМнО₄ до розового окрашивания:

$$T_{\text{КМнО}_4/\text{Cu}} = \frac{m_2 \cdot 0,8951}{V_1}$$

где T — титр раствора перманганата калия по меди, г/см³; m_2 — масса оксалата аммония, г; 0,8951 — коэффициент пересчета оксалата аммония на медь; V_1 — объем раствора КМнО₄, пошедший на титрование, см³.

Титр КМнО₄ можно устанавливать по безводному оксалату натрия или свежеперекристаллизованной щавелевой кислоте, в этом случае коэффициенты пересчета будут равны соответственно 0,9488 и 1,0086.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,1 н. раствора KMnO_4 , пошедшее на титрование	см ³
Титр перманганата калия по меди	г/см ³
Количество инвертированного сахара в 20 см ³ гидролизата	мг
Количество хлеба, взятое на определение (m_1)	г
Вместимость мерной колбы, взятой после гидролиза	см ³
Массовая доля углеводов в хлебе	%
Заключение	

Согласно ГОСТу общее количество углеводов в хлебе белково-пшеничном должно быть не более 30 %, в хлебе белково-отрубном — не более 20 %.

Определение углеводов ускоренным методом. Метод отличается от стандартного быстротой, полученные результаты хорошо коррелируют со стандартными значениями. Метод рекомендуется применять при содержании в хлебе углеводов не более 25 %.

Техника определения — 3 г тщательно измельченного мякиша хлеба, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, вносят в колбу на 150—200 см³, добавляют 25 см³ дистиллированной воды и при постоянном охлаждении 6,25 см³ концентрированной серной кислоты. Затем кусочки мякиша смывают со стенок 25 см³ дистиллированной воды. Колбу ставят кипятить на сетку, доводят до кипения и кипятят в течение 3 мин. Быстро охлаждают до комнатной температуры и нейтрализуют содержимое колбы 30 %-ным раствором гидроксида натрия в присутствии метилового красного до появления желто-розового окрашивания. Нейтрализованную смесь переносят в мерную колбу вместимостью 200—250 см³, проводят осаждение белков добавлением 20 см³ 6 %-ного раствора сульфата меди и 20 см³ 1,25 %-ного раствора гидроксида натрия, доводят объем водой до метки, перемешивают и фильтруют. В фильтрате определяют содержание глюкозы перманганатным методом. Расчеты и форма записи в лабораторном журнале приведены при описании стандартного метода.

Контрольные вопросы

1. Какие виды хлебобулочных изделий с пониженным содержанием углеводов вырабатываются промышленностью?
2. Как определить общее количество углеводов стандартным методом?
3. Каковы условия ускоренного метода определения углеводов в хлебе?

Качество сырья, полуфабрикатов и готовой продукции в хлебопекарной, макаронной и кондитерской промышленности оценивают прямыми и преимущественно косвенными методами, в которых погрешность всегда выше, чем в прямых. Это связано с необходимостью проводить большее число аналитических операций, каждая из которых имеет свою погрешность.

В наибольшей степени влияют на общую погрешность анализа ошибки, имеющие место при отборе средней пробы, взвешивании, замере жидких продуктов и реактивов, извлечении какого-либо компонента из исследуемого материала и т. д.

Таким образом ошибки, являющиеся обязательным спутником любых измерений, вносят ограничения в достоверность числового значения определяемой величины. Определение погрешности позволяет установить правильность, точность и годность анализа.

Виды ошибок. Ошибки подразделяются по способу вычисления на абсолютные (например, средняя квадратичная ошибка) и относительные (например, коэффициент вариации), по характеру причин — на промахи, систематические и случайные ошибки.

В зависимости от способа расчета для оценки случайных ошибок используют среднеарифметическую, среднеквадратичную, вероятная величина интервала вариации и соответствующая доверительная вероятность.

В зависимости от характера оцениваемой величины ошибка может быть отнесена к единичному измерению, среднему нескольким параллельным определениям, к серии однотипных измерений или к методу анализа в целом (ошибка метода).

Промахи — грубые ошибки, допущенные из-за небрежности или некомпетентности работника. *Систематические ошибки* вызываются известными, постоянными причинами, их можно установить при детальном рассмотрении процедуры анализа. Каждая систематическая ошибка анализа однозначна и постоянна по величине. Систематические ошибки могут быть вызваны конструктивными недостатками измерительной аппаратуры, использованием неправильно приготовленных реактивов, неправильной подготовкой проб к анализу и т. д.

Систематические ошибки должны быть обнаружены и исключены. Эти ошибки можно обнаружить по следующим признакам: 1) если разность сумм остаточных вероятнейших погрешностей для первой и второй половин ряда, состоящего из достаточного числа измерений, заметно отличается от нуля, то данный ряд имеет систематические ошибки; 2) если для состоящего из достаточно большого числа измерений ряда значение

среднеарифметической погрешности, вычисленной по формуле Петерса $\eta = \Sigma \Delta X / n(n-1)$, где X — вероятнейшие ошибки; n — число произведенных измерений, заметно отличается от ее значения, вычисленного по формуле $\eta = 0,7979\sigma$, где 0,7979 — коэффициент, найденный экспериментально; σ — квадратичная погрешность, то в этом ряду можно предполагать наличие систематической погрешности.

Случайные погрешности в отличие от систематических не имеют видимой причины. Они являются неопределенными по своей природе и величине. В появлении каждой случайной ошибки не наблюдается какой-либо закономерности. Общая случайная ошибка непостоянна ни по абсолютной величине, ни по знаку, не может быть исключена опытным путем, но ее можно вычислить с помощью математической статистики.

Известно, что критериями химического анализа являются точность и воспроизводимость. *Точность* — мера общей ошибки анализа безотносительно к ее природе. «Кучность» отдельных результатов, степень их близости к среднему значению характеризуют воспроизводимость анализа. *Воспроизводимость* — мера случайной ошибки анализа.

Обозначим через A истинное значение измеряемой величины. При измерении этой величины получаем некоторое число X , обычно весьма близкое к A . Разность $A - X = \Delta X$ является истинной абсолютной ошибкой, она же является также случайной ошибкой (при условии исключения промахов и систематических ошибок).

Наиболее важными из параметров, необходимых для описания распределения случайной величины, являются *математическое ожидание* $M(X)$ и *дисперсия* $D(X)$ случайной величины X . Они определяют средний уровень значений.

Эти величины характеризуются генеральной и выборочной совокупностями. Для характеристики всей партии исследуемого материала берется некоторое, сравнительно небольшое количество проб и проводится их анализ. Среднее содержание исследуемого компонента, найденное при анализе, считается мерой его содержания во всей партии. Отобранная для анализа часть исследуемого материала является выборкой, или выборочной совокупностью, совокупность всей партии исследуемого материала — генеральной совокупностью. Выборка должна быть близка к генеральной совокупности.

Параметры выборочной совокупности M_n и D_n незначительно отличаются от соответствующих генеральных параметров M_r и D_r и приближаются к ним по мере увеличения числа определений (n).

В практических расчетах принимается, что при $n \geq 30$ выборочные параметры совпадают с генеральными.

Выборочную совокупность результатов можно представить как выборочную равномерно распределенную совокупность отдельных результатов, часть которых не различается по величине. Математическое ожидание такой выборочной совокупности совпадает со среднеарифметическим всех результатов:

$$M(X) = 1/n \sum_{i=1}^n X_i = \bar{X}_n.$$

Дисперсию выборочной совокупности, содержащей n равновероятных значений случайной величины, вычисляют по формуле

$$D_n(X) = \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2 / (n-1).$$

Эта величина называется выборочной дисперсией S^2 .

Чтобы привести в метрологическое соответствие оценки отдельных значений результатов анализа и математического ожидания с абсолютными величинами отклонений, используют величину среднеквадратичного отклонения σ или стандарта распределения случайной величины ($\sigma = \pm \sqrt{D_n}$).

Хорошая характеристика точности проведенных измерений — это коэффициент вариации ω_n , который является относительной оценкой среднеквадратичной ошибки (в %):

$$\omega_n = \frac{S_n}{\bar{X}} \cdot 100.$$

Для оценки результатов анализа предпочтительно использовать среднеквадратичную ошибку, поскольку она является параметром функции распределения и в равной мере пригодна для описания генеральных и выборочных совокупностей.

Среднеквадратичная ошибка определяется по следующей формуле:

$$S = \pm \sqrt{\frac{\Delta X_1^2 + \Delta X_2^2 + \dots + \Delta X_n^2}{n-1}},$$

где $\Delta X_1, \Delta X_2, \dots, \Delta X_n$ — случайные ошибки единичных определений.

Результаты многократных химических и биохимических анализов и сопутствующие им случайные ошибки принято характеризовать с помощью двузначных статистических критериев: *ширины доверительного интервала*, внутри которого могут лежать результаты отдельных анализов, и *доверительной вероятности* того, что они не выпадают из этого интервала. При исследовании находят не точное значение генеральной средней, а определенный интервал — доверительный интервал около выборочной средней, в котором она может быть заключена.

Доверительный интервал e_x рассчитывают по формуле

$$e_x = \pm t_{\alpha} \frac{S_n}{\sqrt{n}}.$$

где t — коэффициент Стьюдента; α — доверительная вероятность; f — число степеней свободы ($n-1$).

Коэффициенты Стьюдента находят по табл. 50.

Таблица 50

f	Доверительная вероятность						
	0,80	0,90	0,95	0,98	0,99	0,995	0,999
1	3,08	6,31	12,71	31,82	63,66	127,32	63,662
2	1,89	2,92	4,30	6,97	9,93	14,09	31,60
3	1,64	2,35	3,18	4,54	5,84	7,45	12,94
4	1,53	2,13	2,78	3,75	4,60	5,60	8,61
5	1,48	2,02	2,57	3,37	4,03	4,77	6,86
6	1,44	1,94	2,45	3,14	3,71	4,32	5,96
7	1,42	1,90	2,37	3,00	3,50	4,03	5,41
8	1,40	1,86	2,31	2,90	3,36	3,83	5,04
9	1,38	1,83	2,26	2,82	3,25	3,69	4,78
10	1,37	1,81	2,23	2,76	3,17	3,58	4,59
11	1,36	1,80	2,20	2,72	3,11	3,50	4,44
12	1,36	1,79	2,18	2,68	3,06	3,43	4,32
13	1,35	1,77	2,16	2,65	3,01	3,37	4,22
14	1,34	1,76	2,15	2,62	2,98	3,33	4,14
15	1,34	1,75	2,13	2,60	2,95	3,29	4,07
16	1,34	1,75	2,12	2,58	2,92	3,25	4,02
17	1,33	1,74	2,11	2,57	2,90	3,22	3,97
18	1,33	1,73	2,10	2,55	2,88	3,20	3,92
19	1,29	1,69	2,09	2,54	2,86	3,17	3,88
20	1,29	1,69	2,09	2,49	2,85	3,15	3,85

Из приведенной выше формулы видно, что доверительный интервал связан со значением S_n . Но эта величина служит для определения предельной случайной ошибки. В математической теории случайных ошибок выведены формулы, позволяющие выразить предельную случайную погрешность через среднеквадратичную ошибку. Эти формулы показывают, что случайные ошибки располагаются по отношению к среднеквадратичной ошибке того же самого ряда измерений следующим образом:

68,3%	всех случайных ошибок меньше	σ
95,7%	»	2σ
99,7%	»	3σ

Из математической теории случайных ошибок следует, что значения доверительных вероятностей того, что случайная ошибка не превышает величины $\pm\sigma$; $\pm 2\sigma$; $\pm 3\sigma$, соответственно равны 0,683; 0,957 и 0,997.

В биохимических и физико-химических исследованиях доверительная вероятность 0,957 считается достаточно надежной, но при точных экспериментальных исследованиях ее принимают равной 0,997. Для оценки точности проведенных исследований большое значение имеет доверительный интервал. Этот интервал показывает, в каких пределах колеблется точная величина исследуемого компонента в сравнении с генеральным средним значением, т. е. истинные значения искомой величины A находятся в пределах

$$\bar{X} + e_x \text{ и } \bar{X} - e_x,$$

где $\bar{X}$ — генеральное среднее значение; e_x — доверительный интервал.

Исследования считаются достоверными, если результаты эксперимента не выходят за пределы доверительного интервала.

Для исключения из результатов анализа промахов все результаты, величина которых превышает значение 3σ , отбрасывают. После исключения этих результатов погрешности уменьшаются и при помощи среднего результата, дисперсии и стандарта можно с большей доверительностью оценить результаты анализа. При этом заметно уменьшается величина выборочного стандарта, что существенно повышает доверительную вероятность.

При обработке результатов анализа необходимо все цифры математически обработать: отбросить незначимые цифры, округлить данные анализа.

В большинстве практических задач все измерения и вычисления ведут с предельной относительной ошибкой порядка 1—5 %. В некоторых случаях допускается погрешность до 10 %, а при точных исследованиях ошибка может быть около 0,5 %.

Если неизвестна величина ошибки приближенного числа, то считают, что абсолютная предельная ошибка данного числа равна половине последней значащей цифры. Ошибку измерения необходимо знать для того, чтобы правильно выбрать точность измерения. Например, если относительная погрешность метода составляет 1 %, то при взвешивании пробы в количестве 1 г можно ограничиться точностью 0,01, так как следующая цифра будет находиться за пределами точности метода.

Ошибка не должна содержать более двух значащих цифр, а среднее $\bar{X}$ должно иметь такое же число десятичных знаков, как и ошибка. Например, влажность хлеба 43,254 %, а ошибка 0,4542 %. Результат следует записать: $43,25 \pm 0,45$.

При вычислении результатов по имеющимся экспериментальным данным на каждой стадии вычислений количество значащих чисел должно быть на два больше их количества в окончательном ответе.

Если после вычисления ошибки результата окажется, что

среднее имеет недостаточное число знаков, то вычисление среднего и его ошибки повторяют.

При анализе и расчете всегда получают цифры, имеющие четыре или даже пять знаков, их следует округлять. Большие и малые числа удобно записывать в виде произведения числа на 10 в степени, обозначающей порядок величины. Так, $171 = 1,71 \cdot 10^2$, $17\,100 = 1,71 \cdot 10^4$, $0,0000171 = 1,71 \cdot 10^{-6}$. Такой способ позволяет также фиксировать число верных цифр. Если в числе 6 280 000 две верные цифры, то его следует записать так: $6,3 \cdot 10^6$, три — $6,28 \cdot 10^6$ и четыре — $6,280 \cdot 10^6$. Число 0,00049 записывается $4,9 \cdot 10^{-5}$, если в нем две верные цифры, и $4,900 \cdot 10^{-5}$, если три значащие цифры.

Порядок обработки результатов исследований для оценки ошибок измерений. 1. Проверка совокупности измерений на присутствие «выскакивающих» величин. Прежде чем приступить к расчету среднеарифметической, необходимо проверить всю совокупность измерений на присутствие так называемых «выскакивающих» величин, которые являются, как правило, следствием какой-либо грубой ошибки при проведении данного измерения. Эту задачу можно решить с помощью метода, основанного на оценке различий крайних значений данной совокупности (размах варьирования).

Для этого необходимо расположить всю совокупность отдельных измерений в порядке возрастающих значений и, просмотрев упорядоченный ряд, предположить «выскакивающие» величины. При этом «выскакивающая» величина может иметь наибольшее или наименьшее значение: «выскакивающими» могут быть сразу две величины, имеющие наибольшее или наименьшее значение, а также одно значение наименьшее и одно наибольшее.

Если предполагают, что «выскакивающая» величина имеет наибольшее крайнее значение, то составляют отношение

$$Q = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1}, \quad (1)$$

где числитель — разность между «предполагаемыми» крайним «выскакивающим» значением и значением, которое ему предшествует, а знаменатель — разность между наибольшим и наименьшим значениями измерений.

Вычисленную величину Q оценивают с помощью табличного значения Q (табл. 51), которое выбирают в соответствии с выбранным значением уровня достоверности α (95 или 99 %) и числа измерений (n). Наличие «выскакивающего» значения будет доказано, если Q , вычисленное по отношению (1), будет больше, чем табличное значение $Q_{(\alpha, n)}$ при $\alpha = 99\%$. Если же расчетное значение будет больше, чем табличное Q при $\alpha = 95\%$, но меньше Q табличного при $\alpha = 99\%$, то необходимо

число измерений	Уровень достоверности					
	95%			99%		
	Отношения*					
$\frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1}$	$\frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_2}$	$\frac{X_n - X_{n-2}}{X_n - X_1}$	$\frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1}$	$\frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_2}$	$\frac{X_n - X_{n-2}}{X_n - X_1}$	
$\frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1}$	$\frac{X_2 - X_1}{X_n - X_2}$	$\frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1}$	$\frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1}$	$\frac{X_2 - X_1}{X_n - X_2}$	$\frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1}$	
3	0,941	1,000	1,000	0,988	1,000	1,000
4	0,765	0,955	0,967	0,889	0,991	0,922
5	0,642	0,807	0,845	0,780	0,916	0,929
6	0,560	0,689	0,736	0,698	0,805	0,836
7	0,507	0,610	0,611	0,637	0,740	0,778
8	0,468	0,554	0,607	0,590	0,683	0,710
9	0,437	0,512	0,565	0,555	0,635	0,667
10	0,412	0,477	0,531	0,527	0,597	0,632
11	0,392	0,450	0,504	0,502	0,566	0,603
12	0,376	0,428	0,481	0,482	0,541	0,579
13	0,338	0,381	0,430	0,438	0,486	0,522
20	0,300	0,334	0,372	0,391	0,430	0,464
24	0,281	0,309	0,347	0,367	0,400	0,434
30	0,260	0,283	0,322	0,341	0,369	0,402

* Верхний ряд отношений — для оценки «выскакивающего» наибольшего значения, нижний ряд — для наименьшего значения.

провести дополнительные измерения, получив которые окончательно можно решить вопрос о «выскакивающих» значениях. Если же Q расчетное, найденное в опыте, будет меньше пограничного уровня достоверности 95 %, то предположение о том, что крайнее значение является «выскакивающим», отвергается безоговорочно.

Точно так же можно проверить и предположение о том, что «выскакивающей» величиной является крайнее наименьшее значение. Рассчитывают аналогичное вышеописанному отношение

$\frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1}$ и по табл. 51 определяют Q табличное.

Если предполагается, что «выскакивающими» являются сразу два наибольших крайних значения, то составляют отношение

$$\frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1} \quad (2)$$

а для двух наименьших крайних значений — отношение

$$\frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1} \quad (3)$$

Если предполагаются «выскакивающими» сразу два крайних значения (наибольшее и наименьшее), то для выявления «выскакивающего» наибольшего или наименьшего значения составляют соответственно следующие отношения:

$$\frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_2} \quad (4)$$

или

$$\frac{X_2 - X_1}{X_n - X_2} \quad (5)$$

Вычисленные величины оценивают с помощью табличных значений так же, как описано выше.

Выполнив операции по исключению «выскакивающих» значений, приступают к расчету среднеарифметической.

2. Среднее значение случайной величины (среднеарифметическое). Для расчета среднеарифметического берут данные параллельных опытов, где получены отдельные значения $X_1, X_2, X_3, \dots, X_n$.

Тогда среднеарифметическое вычисляют по формуле

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + \dots + X_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i,$$

где n — число измерений; X_i — отдельное измерение.

$\bar{X}$ вычисляют с точностью, имеющей на одну цифру больше, чем их имеется в результатах отдельных измерений. Затем в полученном частном $\bar{X}$ отбрасывают последнюю цифру по правилу округления.

3. Отклонение отдельных измерений от среднеарифметического ($X_i - \bar{X}$) находят, определив $\bar{X}$, и полученные отклонения возводят в квадрат. Полученные результаты заносят в табл. 52.

Таблица 52

№ п.п.	Результаты отдельных измерений	Отклонение от средне- арифметического	Квадрат отклонения
	X_i	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$

1
и т. д.

n	$\sum X_i$	$\sum (X_i - \bar{X})$	$\sum (X_i - \bar{X})^2$

4. Абсолютная величина среднеквадратичной ошибки определяется выражением

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(X_i - \bar{X})^2}{n-1}}.$$

Среднеквадратичная ошибка S характеризует случайную ошибку исследуемых методов определения. В $2/3$ случаев погрешность метода не превышает $\pm S$, а в 95 % случаев не превышает удвоенная погрешность ($S \cdot 2$).

5. Коэффициент вариации, или относительная ошибка (в %), характеризующая точность метода, рассчитывается следующим образом:

$$K = \frac{S}{\bar{X}} \cdot 100.$$

6. Среднеквадратичная ошибка среднеарифметического $\bar{S}_x$ определяется выражением

$$\bar{S}_x = \frac{S}{\sqrt{n}}.$$

7. Для найденных значений случайных величин выборочная дисперсия определяется выражением

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}.$$

8. При определении доверительного интервала исходят из положения, что величина ошибки определений пропорциональна среднеквадратичной ошибке среднеарифметического, только она должна быть умножена на некоторый множитель $t_{\alpha f}$ (так называемый критерий Стьюдента), зависящий от статистической надежности α и числа степеней свободы ($f = n - 1$). Числовое значение $t_{\alpha f}$ находят в табл. 51. Следовательно, вероятная относительная погрешность будет составлять $\pm t_{\alpha f} \bar{S}_x$.

Тогда интервальное значение (доверительный интервал) измеряемой величины Q определяется выражением

$$e_x = \pm t_{\alpha f} S_n / \sqrt{n} \text{ или } \bar{X} \pm e_x.$$

9. Для количественного выражения достоверности связи между двумя определяемыми признаками вычисляют коэффициент корреляции. Коэффициент парной линейной корреляции между двумя признаками определяют по формуле

$$r = \frac{\sum (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\sqrt{\sum (X_i - \bar{X})^2 \sum (Y_i - \bar{Y})^2}},$$

где X_i — отдельные значения первого признака; Y_i — отдельные значения второго признака.

Таблица 53

Номер признака	Отдельные значения		Отклонения от средне-арифметического	Квадрат отклонения	Произведение первого признака на второй
	первого признака	второго признака			
	X	Y	$(X_i - \bar{X}) = \Delta X$ $(Y_i - \bar{Y}) = \Delta Y$	$\Delta X^2 \Delta Y^2$	$\Delta X \Delta Y$

и т. д.

л	ΣX	ΣY	$\Sigma \Delta X$	$\Sigma \Delta Y$	$\Sigma \Delta X^2$	$\Sigma \Delta Y^2$	$\Sigma \Delta X$	$\Sigma \Delta Y$

Для расчета коэффициента корреляции составляют табл. 53, в которую заносят результаты параллельных определений.

Коэффициент корреляции характеризует степень связанности X и Y . Если X и Y связаны функциональной зависимостью, то $r \rightarrow \pm 1$, причем при прямой линейной зависимости, когда с возрастанием значения X увеличивается значение Y , коэффициент корреляции $r \rightarrow +1$, при обратной линейной зависимости, когда с возрастанием значения X значение Y уменьшается, $r \rightarrow -1$.

При $r=0$ линейная связь отсутствует, но может существовать нелинейная корреляционная связь.

В некоторых случаях приходится рассматривать статистические связи между несколькими величинами одновременно. Множественный линейный коэффициент корреляции рассчитывают по следующей формуле:

$$R_{xyx} = \sqrt{\frac{r_{yx}^2 - r_{yz}^2 - 2r_{yz}r_{yx}r_{xz}}{1 - r_{xz}^2}}$$

В этом случае рассчитывается коэффициент корреляции r_{yx} ; r_{yz} , r_{xz} (как указано выше) и затем определяют R_{xyx} .

Абсолютная величина коэффициента корреляции дает представление о силе связи: чем больше значение r , тем сильнее корреляция между признаками.

Сделав статистическую обработку результатов экспериментальных исследований, составляют сводную таблицу.

Обработка результатов эксперимента на ЭВМ. Для статистической обработки результатов эксперимента целесообразно использовать ЭВМ. Блок-схема алгоритма решения задачи приведена на рис. 21.

При решении задач на ЭВМ приняты следующие обозначения: X_{cp} — среднеарифметическое; S — абсолютная величина среднеквадратичной ошибки; K — коэффициент вариации; S_{cp} —

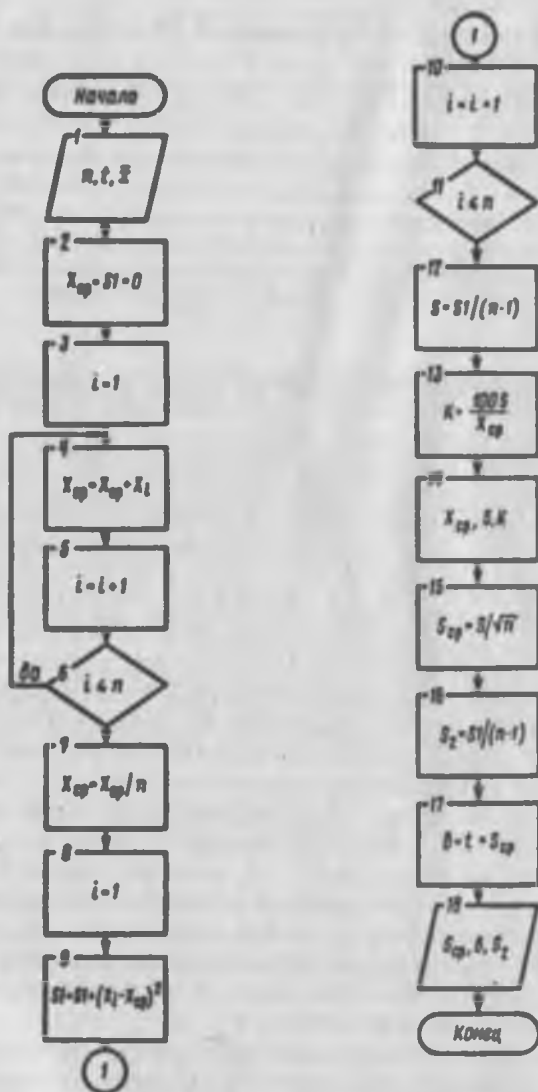


Рис. 21. Блок-схема алгоритма решения задачи по статистической обработке результатов эксперимента

среднеквадратичная ошибка; S_2 — дисперсия; b — относительная погрешность; n — количество опытов; t — критерий Стьюдента.

Для решения задачи с помощью ЭВМ студент должен задать следующие исходные данные: n — число опытов; t — критерий Стьюдента; $X_1, X_2, X_3, \dots, X_n$ — результаты опытов.

Контрольные вопросы

1. Какие существуют виды ошибок?
2. Что такое математическое ожидание и дисперсия?
3. Что характеризует коэффициент вариации?
4. При каких условиях исследования считаются достоверными?
5. Каков порядок обработки результатов исследований для оценки ошибок измерений?

РАБОТА 38. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЧЕСТВА ЯИЦ И ЯИЦЕПРОДУКТОВ

При производстве хлебобулочных, макаронных, кондитерских и пищевых концентратных изделий в качестве добавки, повышающей питательные свойства продукта и улучшающей их вкус и цвет, широко используются яйца и различные яичные продукты: меланж, яичный порошок, яичный белок, яичный желток. Кроме того, эти добавки придают изделиям пористость, рассыпчатость, хрупкость, увеличивают срок их хранения. Яичный желток содержит в своем составе лецитин, являющийся эмульгатором, благодаря чему значительно улучшается структура теста и изделий. Яичный белок — эффективный пенообразователь, он используется при производстве полуфабрикатов пористой структуры, пастилы, зефира, обивных конфет, беже и других изделий.

Яйца куриные — основными составными частями яйца являются белок, на долю которого приходится в среднем 58,5 % от всей массы, желток (30,0 %) и скорлупа (11,5 %). Масса куриного яйца находится в пределах 40—60 г. Средний химический состав яйца следующий: массовая доля влаги 74 %, азотистых веществ 12,5 %, жира и жироподобных соединений 12,0 %, углеводов 0,5 %, минеральных веществ 1 %. Состав белка и желтка различен. Белок яйца содержит 80—85 % воды и 11—12,7 % белковых веществ, представляющих собой не индивидуальное соединение, а смесь ряда веществ, больше половины которых приходится на долю альбуминов. Яичный белок по пищевой ценности является полноценным, так как содержит все незаменимые аминокислоты; кроме того в нем содержатся жир, глюкоза, минеральные соли, ферменты (амилаза, каталаза и другие). Яичный желток представляет собой эмульсию жира и жироподобных веществ, белка и воды. В его состав входят также углеводы, минеральные вещества, красящие пигменты, витамины А, В₁, В₂,

РР, D, E, много ферментов. Сухие вещества желтка составляют около 55 %, в отличие от белка яйца в нем $\frac{2}{3}$ сухих веществ составляет жир и $\frac{1}{3}$ — азотистые соединения. Реакция белка щелочная, а желтка — кислая.

Согласно РТУ РСФСР 8016—63 яйца курные пищевые бывают диетические и столовые. К диетическим относятся яйца массой не менее 44 г, поступающие к потребителю в течение 7 суток после снесения, а к столовым — массой 43 г независимо от срока хранения и яйца массой 44 г и более по истечении 7 суток после снесения. В зависимости от способа и срока хранения столовые яйца подразделяются на свежие, холодильниковые и известкованные. Свежие яйца хранят при температуре от -1 до 2°C в течение не более 30 суток, холодильниковые при температуре от -1 до -2°C более 30 суток. Известкованные яйца хранят в известковом растворе с концентрацией $0,3\text{—}0,5 \text{ Ca}(\text{OH})_2$ при температуре 10°C до 6—10 месяцев.

Яичный порошок по ГОСТ 2858—82 вырабатывается из свежих или холодильниковых яиц, а также из замороженного яичного меланжа. Использование известкованных яиц для этих целей не допускается. Получают его путем высушивания в распылительных сушилках при температуре $130\text{—}135^{\circ}\text{C}$. Яичная масса быстро теряет влагу и ее температура в зоне распыления не превышает $44\text{—}47^{\circ}\text{C}$, благодаря чему в готовом продукте не происходит денатурация белка, и порошок при смешивании с водой хорошо восстанавливается. Аналогично могут быть получены сухой белок и сухой желток.

Яичный порошок очень гигроскопичен, при поглощении влаги из воздуха начинает комковаться, ухудшается его вкус и запах. В увлажненном яичном порошке могут развиваться плесени и бактерии, приводящие к его порче. Особенно сильно порошок поглощает воду при относительной влажности воздуха выше 75 %. Гарантийный срок хранения яичного порошка зависит от условий хранения: при температуре ниже 20°C и относительной влажности воздуха 65—75 % — 6 мес, а при температуре ниже 2°C и относительной влажности воздуха 60—70 % — 2 года со дня выработки. Отрицательное влияние на качество порошка оказывает кислород воздуха и свет, вызывая порчу жира, являющегося составной частью продукта.

По органолептическим показателям яичный порошок может быть от светло-желтого до ярко-желтого цвета, однородный по всей массе, структура — порошкообразная, допускающая комочки, легко раздавливающиеся руками, вкус и запах должны быть свойственны высушенному яйцу, без посторонних оттенков.

По физико-химическим и микробиологическим показателям яичный порошок должен отвечать следующим нормам (в % в пересчете на сухие вещества): растворимость не менее 85, массо-

вая доля золы не более 4, массовая доля белковых веществ не менее 45, массовая доля жира не менее 35, массовая доля влаги 4—8,5. Кислотность (в °Т) не более 10, титр бактерий группы кишечной палочки не ниже 0,1, бактерии рода сальмонелла не допускаются.

Яичные мороженые продукты включают в себя яичный меланж, желток и белок. Яичным меланжем называется освобожденная от скорлупы смесь яичных белков и желтков в естественной пропорции, профильтрованная, тщательно перемешанная и замороженная в жестяных банках, покрытых изнутри лаком. Для получения меланжа высокого качества яичная масса в процессе изготовления гомогенизируется в коллоидной мельнице и быстро замораживается.

Для производства яичных мороженых продуктов используют свежие и холодильниковые куриные яйца. Не допускается использование утиных и гусиных яиц и хранившихся в известковом растворе куриных яиц, а также пищевых неполноценных яиц.

Яичный желток мороженный представляет собой освобожденную от скорлупы и белка желточную массу; яичный белок мороженный — это освобожденная от скорлупы и желтка масса белка, профильтрованная, перемешанная и замороженная.

По органолептическим показателям, согласно требованиям ОСТ 49 197—83, консистенция меланжа в замороженном состоянии твердая, а после размораживания — жидкая; цвет темно-оранжевый в замороженном виде, а после оттаивания он может меняться от светло-желтого до светло-оранжевого; вкус и запах — свойственные данному продукту, без постороннего запаха и привкуса.

По физико-химическим показателям меланж должен удовлетворять следующим требованиям: массовая доля влаги не более 75 %; массовая доля жира не менее 10 %; массовая доля белковых веществ не менее 10 %; кислотность не более 15°Т; рН среды не ниже 7,0; температура внутри продукта (в центре массы) не выше —5°С. Допускаются обрывки градинок, не допускаются осколки скорлупы, другие посторонние примеси, а также присутствие свинца. (Градины — это волокна, с помощью которых желток прикрепляется к белку, расположенные вдоль большой оси яйца.)

Титр бактерий группы кишечной палочки не менее 0,1.

Определение качества яиц. Определение свежести. Определяют просвечиванием на овоскопе. Отверстие овоскопа должно находиться ниже уровня глаз лаборанта. Яйца подносят к отверстию прибора тупым концом вверх, поворачивают его на 1/4 оборота и рассматривают. Работу проводят в темном или, в крайнем случае, в сильно затемненном помещении. Содержимое

яйца должно иметь однородную массу с ясно ограниченной посередине очень светлой тенью желтка.

О степени свежести яиц свидетельствует также размер воздушной камеры и ее подвижность. Чем свежее яйца, тем меньше эта камера и менее подвижна.

О свежести яиц можно судить по их плотности. Ежедневно яйцо теряет около 0,15—0,17 % своей массы. Плотность свежих яиц равна 1080 кг/м³. При хранении за счет потери влаги и углекислоты, образующихся при биохимических процессах, протекающих в яйце, плотность его снижается. Через 10 дней хранения плотность яйца 1072, через 20 дней — 1053, а через 30 дней может снизиться до 1035 кг/м³. Плотность определяют путем погружения их в раствор хлорида натрия соответствующей концентрации. Если их погрузить в 10 %-ный раствор хлорида натрия, плотность которого 1073 кг/м³, то свежие яйца опустятся на дно, а несвежие будут плавать, либо всплывут на поверхность. Яйца, плавающие в 6 %-ном растворе хлорида натрия (плотность 1040 кг/м³), считаются испорченными.

Определение вкуса и запаха. Смешивают белок с желтком, берут 10—15 г смеси, помещают в фарфоровую чашку и подогревают до свертывания белка, после чего определяют вкус и запах. Запах сероводорода и неприятный вкус указывают на недоброкачество яиц.

Определение массы. Отбирают 10 % яиц из среднего образца и взвешивают. Полученные результаты распространяют на всю партию.

Определение качества яичного порошка. Определение органолептических показателей. Цвет и структура яичного порошка определяются визуально при естественном освещении. Для этого навеску порошка 5 г рассыпают тонким слоем на листе фильтровальной бумаги и перемешивают стеклянной палочкой.

Для определения запаха 20 г порошка помещают в стакан и заливают 20 см³ кипящей воды. Смесь перемешивают и органолептически определяют запах.

Для определения вкуса берут 20 г яичного порошка, помещают его в стеклянный стакан и добавляют 80 см³ воды с температурой 20°C, тщательно перемешивают смесь, чтобы не было комочков, и оставляют на 15 мин для набухания. Полученную массу выливают на сковороду, предварительно нагретую в сушильном шкафу до температуры 160°C, и запекают при 154°C ± 2°C в течение 8—10 мин. Затем охлаждают до температуры 18—20°C и определяют вкус.

Определение массовой доли, влаги. Анализ проводится одним из двух методов: высушиванием до постоянной массы и экспрессным методом при температуре 180°C. В первом

случае высушивают навеску яичного порошка массой 3,5 г при температуре 100—150°C, первое взвешивание проводят через 2 ч после начала высушивания, каждое последующее — через час. Во втором случае навеска яичного порошка массой 2 г помещается в бюксу и высушивается при температуре $180 \pm 5^\circ\text{C}$ в течение 5 мин в сушильном шкафу.

Определение растворимости. 1) Определение растворимости высушиванием сухого остатка.

Техника определения — навеску яичного порошка массой 5 г взвешивают в стаканчике с погрешностью $\pm 0,001$ г, затем ее растирают в течение 3—5 мин в ступке с 5 см³ дистиллированной воды температурой 18—20°C. Растертую массу переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³. Остаток порошка в стаканчике и ступке смывают дистиллированной водой в ту же мерную колбу. Объем жидкости в колбе осторожно, не вспенивая содержимого, доводят дистиллированной водой до метки. Весь раствор переливают в колбу вместимостью 500 см³, закрывают ее пробкой и перемешивают вручную в течение 30 мин или на аппарате для встряхивания в течение 25 мин. Часть содержимого после перемешивания переносят в стаканчики центрифуги и центрифугируют в течение 20 мин при частоте 1000 мин⁻¹ с целью отделения нерастворимой части порошка. Отбирают пипеткой 20 см³ центрифугата и переносят в широкую бюксу, предварительно высушенную и взвешенную, а затем помещают в сушильный шкаф при температуре $103 \pm 2^\circ\text{C}$. После выпаривания жидкости осадок продолжают сушить еще в течение 2 ч, после чего, охладив в эксикаторе, бюксу взвешивают с погрешностью $\pm 0,001$ г. Высушивание продолжают до постоянной массы. Каждое последующее взвешивание проводят через 1 ч сушки до тех пор, пока разница результатов двух последующих взвешиваний будет меньше 0,001 г.

Растворимость рассчитывают по формуле

$$P = \frac{m V_0 \cdot 100 \cdot 100}{m_0 V (100 - W)}.$$

где P — растворимость яичного порошка в пересчете на сухие вещества, %; m — масса сухого остатка после высушивания 20 см³ центрифугата, г; V_0 — вместимость мерной колбы, использованной для разведения навески, см³; m_0 — масса яичного порошка, г; V — количество центрифугата, взятое для высушивания, см³; W — массовая доля влаги, %.

Запись в лабораторном журнале

Масса сухого остатка после высушивания 20 см³ центрифугата (m) г

Количество яичного порошка, соответствующее 20 см³ центрифугата ($5 \cdot 20 / V_0$), где V_0 — вместимость мерной колбы, в которой находится 5 г порошка, см³ г

Растворимость яичного порошка при его фактической мас- %
 совой доле влаги ($P_1 = \frac{mV_0/100}{5 \cdot 20}$)
 Массовая доля влаги яичного порошка (W) %
 Растворимость яичного порошка в пересчете на сухие ве- %
 щества (P)
 Заключение

2) Определение растворимости экспресс-методом.

Техника определения — в сухую коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают навеску яичного порошка массой 5 г, взвешенную с погрешностью $\pm 0,01$ г. Медленно прибавляют 25 см³ 5 %-ного раствора хлорида натрия температурой $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Остатки порошка смывают со стенок тем же количеством раствора хлорида натрия и закрывают колбу резиновой пробкой. Содержимое взбалтывают вручную или на аппарате для встряхивания в течение 20 мин. После 5 мин покоя со дна колбы берут 1—2 капли раствора и помещают на рефрактометр, снимая показатель преломления раствора. Таким же образом на рефрактометре измеряют показатель преломления 5 %-ного раствора хлорида натрия. Рассчитывают индекс растворимости X_1 по формуле:

$$X_1 = (a - b) 1000,$$

где a — показатель преломления исследуемого раствора; b — показатель преломления 5 %-ного раствора хлорида натрия; 1000 — коэффициент пересчета рефрактометрического индекса на растворимость.

Растворимость яичного порошка (в %) определяют по индексу в соответствии с нормами, указанными в табл. 54.

Таблица 54

Индекс растворимости	Растворимость, %	Индекс растворимости	Растворимость, %
15	77,8	22	90,1
16	79,5	23	91,7
17	81,2	24	93,5
18	83,1	25	95,3
19	84,9	26	97,0
20	86,5	27	98,8
21	88,2		

Определение кислотности. Метод основан на нейтрализации раствора яичного порошка раствором гидроксида натрия или калия. Кислотность выражается в градусах Тернера. За единицу кислотности принимается объем 0,1 н. раствора гидроксида натрия или калия, израсходованный на нейтрализацию

100 г яичного порошка с использованием индикатора фенолфталеин.

Техника определения — для проведения анализа готовят раствор яичного порошка из навески массой 5 г, как для определения растворимости методом высушивания сухого остатка. Пипеткой отбирают 20 см³ приготовленного раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³, в нее добавляют 20 см³ дистиллированной воды и титруют 0,01 н. раствором гидроксида натрия или калия с добавлением 10 капель 2 %-ного раствора фенолфталеина до появления розово-оранжевой окраски.

Кислотность K (в °Т) рассчитывают по формуле

$$K = \frac{aV \cdot 100}{mV_1 \cdot 10},$$

где a — количество 0,01 н. раствора гидроксида натрия или калия, пошедшее на титрование, см³; V — вместимость мерной колбы, в которой разведена навеска порошка, см³; m — масса порошка, г; V_1 — количество смеси, взятое для титрования, см³; 10 — коэффициент для перевода 0,01 н. раствора в 0,1 н.

Запись в лабораторном журнале

Количество 0,01 н. раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование 20 см ³ раствора (a)	см
Количество яичного порошка, соответствующее 20 см ³ раствора (mV_1/V)	г
Количество 0,1 н. раствора гидроксида натрия, пошедшее на титрование 100 г яичного порошка ($a/10$)	см ³
Кислотность (K)	°Т
Заключение	

Определение массовой доли золы. Сущность метода заключается в сжигании навески продукта, смоченной серной кислотой, и прокаливании минерального остатка в муфельной печи при температуре 800—900°C. Навеску массой 1—1,5 г, взятую с погрешностью $\pm 0,0002$ г, смачивают 30—35 см³ концентрированной серной кислоты и помещают в вытяжной шкаф для озоления при слабом нагревании на электроплитке, после чего тигель прокаливают 2 ч в муфельной печи.

Определение массовой доли жира. Основой метода является измерение объема жира, выделившегося в жиромере.

Техника определения — навеску яичного порошка массой 10 г, взятую с погрешностью $\pm 0,001$ г, растирают в ступке с 20—25 см³ дистиллированной воды при температуре 18 ± 2 °C и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Колбу доводят до метки дистиллированной водой, и содержимое тщательно перемешивают в течение 3—5 мин на аппарате для встряхивания.

В жиросмер вводят 10 см³ концентрированной серной кислоты и осторожно, чтобы жидкость не смешивалась, 11 см³ разведенного водой яичного порошка и 1 см³ изоамилового спирта. Дальнейший ход определения такой же, как при анализе молока.

Массовую долю жира Ж (в %) рассчитывают по формуле

$$Ж = a \cdot 0,01133 \cdot 100 / 1,1,$$

где a — количество малых долей жиросмера, занимаемое выделившимся жиром; 0,01133 — масса жира, соответствующая одному малому делению жиросмера, г; 1,1 — масса яичного порошка, введенная в жиросмер, г.

Определение качества яичных мороженных продуктов. Определение органолептических показателей. Качество замороженного меланжа определяют по наличию «бугорка» на поверхности продукта. Его отсутствие указывает на то, что продукт оттаивали.

Цвет меланжа определяют, помещая размороженный продукт в стеклянный стакан, который устанавливают на лист белой бумаги.

Для определения вкуса продукт дегустируют в мороженном виде, сыром после оттаивания, запеченным сразу и запеченным после остывания до комнатной температуры.

Для определения запаха берут навеску массой около 20 г, помещают ее в химический стакан на 100 см³ и обдают 50 см³ кипящей воды, после чего сразу определяют запах продукта.

Температуру внутри продукта определяют погружением термометра в металлической оправе в центр замороженной массы.

Определение наличия посторонних примесей — навеску меланжа массой 100 г помещают в цилиндр вместимостью 1 дм³, доливают дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и процеживают через сито с отверстиями диаметром 1 мм. На сите не должно быть остатка.

Определение массовой доли влаги. Для анализа можно пользоваться различными методами: сушкой до постоянной массы, ускоренной сушкой в парафине, сушкой с использованием инфракрасного излучения и на приборе ВЧ.

1) Сушка до постоянной массы.

Техника определения — высушивание ведут при температуре 100—105 °С, навеску мороженных продуктов массой 3—6 г предварительно смешивают с 2—3 г прокаленного песка. Сушку продолжают в течение 6—7 ч.

2) Ускоренная сушка в парафине.

Техника определения — в фарфоровый тигель вместимостью 50 см³ или металлический стаканчик вместимостью 100 см³ помещают термометр, около 8 г прокаленного песка, 5 г предварительно обезвоженного нагреванием при 180—200 °С в течение 20—30 мин парафина и взвешивают с погрешностью

$\pm 0,001$ г. Затем в стаканчик помещают навеску меланжа массой около 5 г и снова взвешивают с той же погрешностью. Массу в тигле тщательно перемешивают и нагревают при постоянном помешивании на электроплитке, прикрытой слоем асбеста, что обеспечивает равномерное кипение. Температура не должна превышать 160°C , весь процесс длится 10—12 мин. Признаком окончания испарения влаги является прекращение вспенивания и характерного потрескивания. Нагревание проводят до прекращения запотевания часового стекла, помещенного над стаканом.

3) Ускоренная сушка с использованием инфракрасного излучения.

Для определения используют лабораторный сушильный аппарат САЛ-1 с тремя лампами ИК-излучения мощностью до 500 Вт каждая. Лампы устанавливают так, чтобы расстояние от купола лампы до столика, на котором устанавливают бюксы для высушивания, было 10 см. Для анализа используют алюминиевые бюксы диаметром 40 мм и высотой 30 мм. Сушильный аппарат включают в сеть через реостат и снабжают вольтметром. Перед началом работы аппарат прогревают в течение 10—12 мин при напряжении 150—220 В. Сушат яичный белок при температуре $160\text{--}163^{\circ}\text{C}$, а яичного желтка и меланжа — при $150\text{--}153^{\circ}\text{C}$. Необходимую температуру регулируют реостатом, изменив напряжение, значение которого контролируют вольтметром.

Техника определения — навеску меланжа массой 2—2,5 г, взятую с погрешностью $\pm 0,001$ г, помещают в предварительно высушенную до постоянной массы бюксу с палочкой и с 6—8 г прокаленного песка. Навеску тщательно перемешивают с песком и распределяют ровным слоем по дну бюксы. Толщина слоя должна быть 3—5 мм. Можно сушить навеску в чашке Петри без песка, но при этом навеска должна быть равномерно распределена по дну чашки путем ее легкого покачивания. Продолжительность сушки 10—15 мин. После охлаждения в эксикаторе бюксу или чашку взвешивают.

4) Высушивание на приборе ВЧ.

Особенность сушки состоит в том, что в бумажные пакеты перед их высушиванием помещают дополнительно сложенный в два слоя лист фильтровальной бумаги. Навеску массой 2 г распределяют равномерным слоем на нижней стороне вкладыша. Продолжительность высушивания для меланжа 3 мин, а для белка и желтка — 5 мин. Температура высушивания для меланжа и белка $160\text{--}163^{\circ}\text{C}$, а для желтка $150\text{--}153^{\circ}\text{C}$. Массовую долю влаги рассчитывают как массу испарившейся влаги, выраженную в процентах.

Определение массовой доли белковых веществ. Стандарт предусматривает определение белка по методу Кьельдаля.

Определение массовой доли жира. Анализ проводится двумя методами: экстрагированием в аппарате Сокслета (см. работу 6) и ускоренным.

Ускоренный метод основан на выделении жира центрифугированием из продукта после обработки основанием и спиртовой смесью из изоамилового спирта и этанола в соотношении 9:1.

Техника определения — в колбе вместимостью 100 см³ взвешивают 10 г яичного меланжа или желтка, вносят в нее 30 см³ дистиллированной воды температурой 17—20°C и тщательно перемешивают в течение 2—3 мин. В жиромер для молока отмеривают 16 см³ 2 %-ного раствора гидроксида натрия, 6 см³ разведенного водой яичного продукта и 6 см³ спиртовой смеси. Дальнейший ход анализа такой же, как при анализе молока. Температура водяной бани 55—60°C, длительность прогрева жиромера составляет 10—12 мин. Центрифугирование ведут при частоте вращения 800—1000 мин⁻¹ в течение 4—5 мин.

Массовую долю жира J (в %) рассчитывают по формуле

$$J = a \cdot 7,53 / 10,$$

где a — показание жиромера; 7,53 — коэффициент для пересчета показаний жиромера в массовую долю жира, %; 10 — масса яичного меланжа или желтка, г.

Определение кислотности. Метод основан на титровании водной вытяжки продукта раствором гидроксида натрия или калия в присутствии фенолфталеина. Кислотность выражается в градусах Тернера. Для анализа берут навеску яичного меланжа или желтка массой 20 г, помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят объем до метки и содержимое взбалтывают. Для титрования отмеряют пипеткой 25 см³ раствора.

Определение щелочности. Щелочность определяют при анализе замороженного белка, реакция среды которого слабощелочная, рН 7,2—7,6. При получении белка из яиц, хранившихся то или иное время, его щелочность может быть повышенной, так как при этом в исходных яичных продуктах наблюдаются потери углекислоты, выделяющейся за счет биохимических превращений, протекающих в яйце. При этом щелочность белка яиц может повышаться до 9,7.

Щелочность выражают в градусах, под которыми понимается количество см³ 0,1 н. раствора кислоты, пошедшее на титрование 100 г продукта при индикаторе фенолфталеин. Метод основан на титровании водной вытяжки продукта раствором кислоты (0,01 н. раствором серной или соляной кислот). Вытяжка готовится так же, как и при определении кислотности яичного меланжа и желтка. Титрование ведут до исчезновения вызванной фенолфталеином окраски.

Определение активной кислотности. Для определения используют потенциометр со шкалой рН любой марки. Для анализа готовят раствор в мерной колбе вместимостью 500 см³ с навеской массой 20 г. Тщательно перемешанный раствор наливают в стаканчик и проводят измерение рН в соответствии с инструкцией к прибору, который предварительно проверяют и регулируют по буферному раствору с рН около 8.

Контрольные вопросы

1. Какой химический состав и в чем состоит пищевая ценность яиц?
2. Какие существуют виды яиц?
3. Какие существуют способы хранения яиц?
4. Как определяют свежесть яиц?
5. В чем сущность методов определения растворимости яичного порошка?
6. В чем выражается кислотность различных яичных продуктов и в чем сущность методов ее определения?
7. Каким методом определяется массовая доля жира в яичном порошке и в яичных мороженных продуктах?
8. Какие существуют методы определения массовой доли влаги яичных мороженных продуктов? В чем состоит сущность этих методов?
9. Когда яичные продукты имеют щелочную реакцию среды?
10. В чем выражается щелочность и как она определяется?

1. Велякая Е. И., Суходол В. Ф. Лабораторный практикум по курсу общей технологии бродильных производств. Общие методы контроля. — М.: Легкая и пищевая промышленность, 1983.—312 с.
2. Казаков Е. Д. Методы оценки качества зерна. — М.: Агропромиздат, 1987. — 216 с.
3. Лурье И. С. Технохимический контроль сырья в кондитерском производстве: Справочник. — М.: Агропромиздат, 1987. — 272 с.
4. Методы биохимического исследования растений/Ермаков А. И., Арасимович В. В., Ярош Н. П. и др.: Под ред. Ермакова А. И. — 3-е изд. перераб. и доп. — Л.: Агропромиздат. Ленинград, отд-ние, 1987.—430 с.
5. Производство картофелепродуктов: Справочник/Маханов Н. М., Мазур А. М., Ковганко Р. Л. и др. — М.: Агропромиздат, 1987.—246 с.
6. Рухлядева А. П., Полюгаина Г. В. Методы определения активности гидролитических ферментов. — М.: Легкая и пищевая промышленность, 1981.—288 с.
7. Щербakov В. Г., Иванидский С. Б., Лобанов В. Г. Лабораторный практикум по биохимии и товароведению масляного сырья. — М.: Агропромиздат, 1986. — 86 с.

Предисловие	3
I глава. Определение состава сырья и готовой продукции	5
Работа 1. Приготовление рабочих титрованных растворов	5
Работа 2. Определение массовой доли влаги в пищевых продуктах	9
Работа 3. Определение массовой доли сухих веществ рефрактометрическим методом	16
Работа 4. Определение массовой доли минеральных веществ	22
Работа 5. Определение массовой доли белка	25
Работа 6. Определение массовой доли жира	32
Работа 7. Определение массовой доли сахарозы	38
Работа 8. Определение массовой доли крахмала	42
Работа 9. Определение массовой доли декстринов	45
Работа 10. Определение массовой доли клетчатки (целлюлозы)	52
Работа 11. Определение массовой доли витамина С	53
Работа 12. Определение массовой доли пектиновых веществ	58
II глава. Анализ сырья для производства хлеба, кондитерских, макаронных изделий и пищевого концентрата	67
Работа 13. Анализ зерна	67
Работа 14. Анализ муки	79
Работа 15. Анализ прессованных дрожжей	95
Работа 16. Анализ солода	108
Работа 17. Анализ молока	122
Работа 18. Анализ пищевых жиров и масел	137
Работа 19. Анализ пищевых поверхностно-активных веществ	156
Работа 20. Анализ крахмала	162
Работа 21. Анализ крахмальной патоки	168
Работа 22. Анализ сахара	181
Работа 23. Анализ продуктов переработки плодов и ягод	189
Работа 24. Анализ химических разрыхлителей	205
Работа 25. Анализ поваренной соли	211
Работа 26. Анализ пищевых кислот	215
Работа 27. Анализ ферментных препаратов	224
Работа 28. Анализ питьевой воды	241
Работа 29. Анализ картофеля	247
Работа 30. Анализ сухого картофельного пюре	263
Работа 31. Анализ круп	272
III глава. Контроль за выполнением рецептуры и дополнительные методы контроля качества хлеба	285

Работа 32. Контроль хлебобулочных и сдобных изделий по содержанию сахара и жира	285
Работа 33. Определение массовой доли поваренной соли	297
Работа 34. Определение массовой доли йода	300
Работа 35. Определение ароматических веществ в хлебе	302
Работа 36. Определение массовой доли углеводов	308
Работа 37. Обработка результатов анализа	312
Работа 38. Определение качества яиц и яичепродуктов	323
Список рекомендуемой литературы	334

Учебное издание

**ВИНОГРАДОВА АНТОНИНА АЛЕКСЕЕВНА
МЕЛЬКИНА ГАЛИНА МИХАЙЛОВНА
ФОМИЧЕВА ЛИДИЯ АЛЕКСЕЕВНА
ШЕБЕРШНЕВА НЕЛЛИ НИКОЛАЕВНА
ШУБ ИРИНА СОЛОМОНОВНА
ШИКИНА ВАЛЕНТИНА СЕРГЕЕВНА**

**ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ
ПО ОБЩЕЙ ТЕХНОЛОГИИ
ПИЩЕВЫХ ПРОИЗВОДСТВ**

Учебное пособие для вузов

**Зав. редакцией Л. М. Богатая
Художественный редактор В. А. Чуракова
Технический редактор Г. Г. Хацкевич
Корректор Г. В. Абатурова**

ИБ 7311

Сдано в набор 21.03.91. Подписано к печати 31.05.91. Формат 60×88¹/₁₆.
Бумага кн.-журн. Гарнитура Литературная. Печать офсетная. Усл.
печ. л. 20,58. Усл. кр. отт. 20,58. Уч.-изд. л. 22,09. Изд. № 063. Тираж 8000 экз.
Заказ № 875. Цена 3 р. 70 к.

Ордена Трудового Красного Знамени ВО «Агропромиздат», 107807, ГСП-6,
Москва, Б-78, ул. Садовая-Спасская, 18.

Московская типография № 11, 113105, Москва, Нагатинская ул., д. 1.

