

2.3 Лабораторная работа №2. Определение массовой доли сухих веществ в пищевых продуктах.

Тема: Определение массовой доли сухих веществ в пищевых продуктах.

Цель: Научить определять массовую долю сухих веществ в пищевых продуктах с помощью ареометра, пикнометра, рефрактометра.

Ход работы

Определение концентрации сухих веществ в сырье, полупродуктах и готовой продукции имеет большое практическое значение. По этому показателю судят о качестве сырья и полноте его использования в ходе технологического процесса. Определение сухих веществ выполняется быстро, поэтому является удобным методом контроля производства.

Под *концентрацией сухих веществ* понимают количественное содержание этих веществ в испытуемом материале. В условиях производства количество растворенных сухих веществ выражают в массовых (г на 100 г раствора) или массово-объемных (г на 100 см раствора) процентах. Различают истинные и видимые сухие вещества.

Истинные сухие вещества наиболее точно определяют высушиванием продукта до постоянной массы. Ввиду длительности и трудности определения истинных сухих веществ, повсеместное распространение нашли методы приблизительного определения растворенных сухих веществ. Из них наиболее часто употребляются методы, основанные на определении плотности или показателя преломления анализируемого продукта. Например, по плотности водного раствора сахарозы находят процентное содержание сахарозы в этом растворе.

Если же в растворе, кроме сахарозы, имеются какие-нибудь сахара, они будут повышать плотность раствора. В этом случае полученное количество сахарозы будет завышенным по сравнению с действительным ее содержанием в растворе. Так как сахара и сахароза влияют на плотность раствора по-разному, то по найденной плотности нечистого сахарного раствора находят не истинный процент сухих веществ в растворе (сумму сахарозы и сахаров), а величину, близкую к нему - содержание *видимых сухих веществ*. Обычно видимое содержание сухих веществ бывает больше истинного. Чем чище раствор, тем меньше разница между истинными и видимыми сухими веществами. Для растворов химически чистой сахарозы эта разница исчезает.

Пикнометрический метод

Пикнометры представляют собой стеклянные сосуды различной формы и устройства в зависимости от назначения.

На заводах бродильной промышленности широкое применение наши пикнометры вместимостью 25 и 50 см³

Пикнометры применяют для определения относительной плотности жидкости с точностью до 0,0001. Для определения относительной плотности сначала взвешивают пустой пикнометр, затем с бидистиллированной водой, затем с исследуемой жидкостью, находят массу равных объемов исследуемой жидкости и воды. Отношение этих масс представляет собой *относительную плотность*.

Перед взвешиванием пикнометр с исследуемой жидкостью выдерживают при 20 °С в течение не менее 20 мин.

Плотность раствора находят по формуле:

$$d_t = \frac{m_2 - m}{m_1 - m}, \quad (1)$$

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

Затем по таблицам находят массовую долю сухих веществ в растворе в зависимости от плотности этого раствора.

Основные погрешности при работе с пикнометрами возникают при несоблюдении температуры опыта, неточном доведении жидкости до метки, плохом удалении влаги с внешней поверхности и внутренних стенок горлышка пикнометра.

Ошибка в определении плотности раствора на $1 \cdot 10^{-4}$ соответствует ошибке в определении количества сухих веществ на 0,02 %.

1.1 Определение сухих веществ сахарного сиропа при помощи пикнометра

Ход определения. 65 г сахарного сиропа отвешивают на технических весах в сухой фарфоровой чашке или в химическом стакане. При помощи дистиллированной воды температурой 70-80 °С сироп переносят в мерную колбу на 250 мл. Обмыв из промывалки чашку, воронку и стеклянную палочку, ополоски сливают в ту же колбу. После этого содержимое колбы охлаждают до 20°С, доливают водой до метки и тщательно перемешивают. Определив плотность раствора сахара пикнометром, по Приложению А находят содержание в нем растворимых сухих веществ.

Для пересчета сухих веществ раствора сахара d на сухие вещества исходного сахарного сиропа B используют уравнение:

$$B = \frac{b * d * 100}{26}, \quad (1)$$

где d - плотность раствора мелассы при 20 °С.

2 Ареометрический метод

В бродильной промышленности применяются ареометры, шкалы которых градуированы при 20°С по растворам чистой сахарозы. Такие ареометры называют *сахаромерами*. Сахаромеры градуированы так, что в чистых водных растворах они показывают массовый процент растворенного сахара, т.е. количество сахара в 100 г раствора.

При работе ареометрами рекомендуется соблюдать следующие условия:

а) ареометр должен быть чистым, а шейка его сухой; б) ареометр следует брать за верхний конец шейки, выше шкалы, и осторожно погружать в раствор; после того, как он установится на каком-нибудь делении, его нужно легким толчком погрузить на 2-3 мм и ждать 2-3 мин, пока прибор не примет температуру жидкости и не придет в состояние равновесия;

в) ареометр не должен касаться стенок цилиндра, в который налита исследуемая жидкость; рекомендуется выбирать цилиндр без носика диаметром в 2-3 раза больше диаметра нижней части ареометра; цилиндр обязательно должен находиться в вертикальном положении;

г) исследуемая жидкость не должна заключать в себе пузырьков воздуха, а на своей поверхности - пены. Пузырьки воздуха изменяют плотность жидкости, а пена не дает возможности производить точный отсчет по шкале, поэтому жидкость следует наливать в цилиндр осторожно по стенке. При работе с пенящимися жидкостями цилиндр необходимо наполнять раствором почти доверху с таким расчетом, чтобы при погружении часть его переливалась через край цилиндра в подставленный стеклянный или металлический сосуд;

д) отсчет по шкале ареометра производить по нижнему мениску. Для окрашенных растворов используют ареометр, градуированный по верхнему мениску.

е) температуру жидкости замерять с точностью до 0,5 °С;

ж) ареометры после употребления промывать водой и помещать для хранения в футляры или в широкий стеклянный цилиндр, наполненный водой и имеющий на дне слой песка, предохраняющий ареометры от ударов

2.1 Определение концентрации сахарного сиропа ареометрическим методом

Ход определения. Определение ведут в растворе сахарного сиропа. Для этого можно использовать раствор сахарного сиропа, приготовленный для пикнометрического метода определения сухих веществ. В доведенном до температуры 20 °С растворе концентрацию видимых сухих веществ определяют с помощью сахаромера. Сахаромер погружают в раствор трижды и для расчетов берут среднее значение. Показание сахаромера при 20 указывает на концентрацию видимых сухих веществ в растворе сахарного сиропа, выраженную в мас. %.

Для получения конечного результата, видимую концентрацию сухих веществ умножают на коэффициент разбавления сиропа. В случае необходимости вводят соответствующую поправку на температуру (Приложение Б).

3 Рефрактометрический метод

Рефрактометрия (определение показателя преломления) широко применяется в контроле бродильных производств для определения концентрации сахарозы в чистых сахарных растворах, а также для нахождения общей суммы растворимых сухих веществ в мелассе, ликероводочных изделиях, пиве, сусле, соках и морсах. Определив показатель преломления, по специальным таблицам находят содержание видимых сухих веществ. Так как таблицы составлены по сахарозе, то чем больше содержание несахаров и чем больше их показатель преломления отличается от показателя преломления сахарозы, тем больше содержание видимых веществ, найденных рефрактометрически, отличается от истинного значения. По показателю преломления, кроме того, определяют концентрацию водно-спиртовых растворов.

3. 1 Определение концентрации сухих веществ рефрактометрически

Ход определения. Призму прибора протирают чистой льняной салфеткой. Оплавленным концом стеклянной палочки наносят на плоскость измерительной призмы 1 ...2 капли дистиллированной воды (температура 20 °С) и закрывают верхнюю камеру. Рукоятку с окуляром опускают в нижнее

положение и перемещают до тех пор, пока в поле зрения не появится граница светотени. Затем, поворачивая рукоятку с окуляром, совмещают визирную линию сетки с границей светотени. При правильной установке прибора на нуль граница светотени при 20°C должна быть совмещена с нулевым делением шкалы сухих веществ, а также с делением шкалы показателя преломления воды ($n = 1,33299$).

После проведения анализа тщательно промывают призму водой, температура которой не должна отличаться от температуры призм. Призмы досуха вытирают чистой салфеткой из льняного полотна, не оставляющего ворсинок и пыли на полированной поверхности.

Для определения содержания сухих веществ в продукте 2-3 капли исследуемой жидкости, лишенной диоксида углерода, наносят на нижнюю призму рефрактометра. Установив четкую границу раздела между светом и тенью, снимают показания по шкале.

Если температура отличается от 20 °C, вносят соответствующую поправку. Отсчет повторяют 3-5 раз и берут среднее значение.

Общие правила поведения и работы в химической лаборатории

- 1 Рабочее место содержать в чистоте и порядке. Нельзя класть на него посторонние предметы.
- 2 Перед выполнением каждого опыта ознакомиться с его описанием.
- 3 Для опыта брать всегда столько реактива, сколько указано в описании или преподавателем.
- 4 Если вы пролили (рассыпали) реактив или он попал на одежду, лицо, руки, немедленно сообщите об этом преподавателю или лаборанту.
- 5 Использованные фильтры, реактивы и т.п. собирать в специально отведенную емкость.
- 6 Категорически запрещается пробовать любые реактивы на вкус.
- 7 В химическом кабинете нельзя принимать пищу.
- 8 Запрещается использовать химическую посуду для питья воды.

Порядок выполнения лабораторной работы

При выполнении лабораторной работы проводятся следующие опыты:

- 1 Определение содержания сухих веществ в исследуемом растворе с помощью пикнометра.
- 2 Определение содержания сухих веществ в исследуемом растворе с помощью ареометра.
- 3 Определение содержания сухих веществ в исследуемом растворе с помощью рефрактометра.

Требования к отчету по лабораторной работе

Отчет по лабораторной работе выполняется в лабораторной тетради и должен содержать:

Номер лабораторной работы;

Тему лабораторной работы;

Цель лабораторной работы;

Технику проведения вышеперечисленных опытов;

Заключение по результатам каждого опыта.