

2.9 Лабораторная работа №8. Определение массовой доли сахаров поляриметрическим и фотоэлектроколориметрическим методами.

Тема: Определение массовой доли жира рефрактометрическим экстракционно-весовым методами.

Цель: Научиться определять массовую долю жира рефрактометрическим и экстракционно-весовым методами.

Ход работы

Экстракционно-весовой метод

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

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

Техника определения. Навеску измельченного исследуемого продукта в количестве 10 г (при содержании жира в изделиях свыше 10 % навеска может быть уменьшена до 5 г) взвешивают с погрешностью не более 0,01 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³; приливают 100 см³ 1,5 %-й соляной кислоты (или 100 см³ 5 %-й серной кислоты); кипятят в колбе с обратным холодильником на слабом огне 30 мин. Затем колбу охлаждают водой

до комнатной температуры, вносят 50 см³ хлороформа, плотно закрывают хорошо пригнанной пробкой, энергично взбалтывают 15 мин, выливают содержимое в центрифужные пробирки и центрифугируют 2-3 мин (при частоте вращения 3000 об/мин). В пробирке образуется три слоя. Верхний водный слой удаляют. Пипеткой, снабженной резиновой грушей, отбирают хлороформный раствор жира и фильтруют его в сухую колбу через небольшой ватный тампон, вложенный в узкую часть воронки, причем кончик пипетки должен при этом касаться ваты. 20 см³ фильтрата помещают

в предварительно доведенную до постоянной массы и взвешенную погрешностью не более 0,001 г колбу вместимостью примерно 100 см³.

Фильтрация и отбор должны проводиться в течение 2 мин. Хлороформ из колбы отгоняют на горячей бане, пользуясь холодильником с прямой трубкой. Отгонку и фильтрацию растворителя проводят под вытяжкой. Оставшийся в колбе жир сушат до постоянной массы, обычно 11,5 ч, при температуре 100-105°C, охлаждают в эксикаторе 20 мин и взвешивают колбу с погрешностью не более 0,001 г.

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

$$x = \frac{(m_1 - m_2) * 50 * 100 * 100}{m * 20 * (100 - W)} \quad (1)$$

где m_1 – масса колбы с высушенным жиром, г;

m_2 – масса пустой колбы, г;

50 – объем хлороформа, взятого для растворения жира, см³;

m – масса навески, г;

20 – объем хлороформного раствора жира, взятого для отгона, см³;

W – массовая доля влаги в исследуемом изделии, %.

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

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

Рефрактометрический метод

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

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

Используемые растворители должны иметь высокий коэффициент преломления, очень малую летучесть, хорошо растворять жир, не должны растворяться в воде. Чаще всего в качестве растворителя используют α -монобромнафталин (C₁₀H₇Br), коэффициент преломления которого при 20°C равен 1,6582 (значения коэффициента преломления жиров колеблются в

пределах 1,46...1,48); помимо него применяют α -моноклорнафталин, дибутилфосфат и др.

Реактивы. Бромнафталин-альфа с коэффициентом преломления около 1,66 или хлорнафталин-альфа с коэффициентом преломления около 1,63.

Аппаратура, материалы. Рефрактометр с предельным коэффициентом преломления до 1,7, любой системы, пригодный для определения жира; ступка фарфоровая диаметром не более 7 см или фарфоровая чашка; стаканы стеклянные вместимостью 25 50 см³; воронки стеклянные диаметром не более 3 см; микропипетка вместимостью 2 см³ с делениями на 0,02 см³; пикнометр стеклянный вместимостью 25...50 см³; бумага фильтровальная; вата обезжиренная гигроскопическая, беззольные фильтры.

Техника работы. В маленькую фарфоровую ступку с прокаленным песком (1...2 г) отвешивают гомогенизированную пробу, величина которой равна (в г) при содержании жира (в %): более 30-0,5; от 20 до 30-0,75; от 10 до 20-1,00; от 5 до 10-1,50; менее 5 2,00...5,00. Пробу подсушивают на песчаной бане до полного испарения влаги. Дрожжевое тесто высушивают в приборе ВНИИХП ВЧ при температуре 155...160°C в течение 3 мин, после чего охлаждают в эксикаторе, измельчают и отбирают пробу (около 2 г). Пробы сдобных булочных и мучных кондитерских изделий исследуют без предварительного подсушивания.

Подсушенную навеску тщательно растирают, приливают растворитель (2 см³ на 1 г навески), который набирают калиброванной пипеткой с помощью маленькой груши. Навеску с растворителем тщательно растирают в течение 3 мин. Работу с растворителем проводят под тягой.

Смесь из ступки переносят на маленький складчатый фильтр. Фильтрат собирают в пробирку. Призмы рефрактометра протирают спиртом, после чего на нижнюю призму наносят две-три капли фильтрата, термостатируют 2...3 мин и снимают показания. Одновременно отмечают температуру с точностью до 0,2°C. Определение повторяют 2-3 раза, беря за результат среднее арифметическое. Коэффициент преломления приводят к 20 °C с внесением температурной поправки (приложение 2, табл. 3). Температурную поправку можно не вводить, если одновременно с исследуемой пробой (т. е. при одной и той же температуре) определять коэффициент преломления чистого растворителя. Температурные поправки на коэффициент преломления бромнафталина-альфа и раствора жира в нем практически одинаковы, поэтому разность коэффициентов преломления растворителя и раствора жира, определенных при одной и той же температуре, равна разности коэффициентов преломления их, определенных при 20 °C.

Массу жира (X, г) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V_p * d_{ж}}{m} * \frac{П_p - П_{рж}}{П_{рж} - П_{ж}} * P, \quad (2)$$

где V_p – объем растворителя, взятый для извлечения жира, см^3 ;

$d_{ж}$ – относительная плотность жира при 20°C ;

$П_p$ – коэффициент преломления растворителя;

$П_{рж}$ – коэффициент преломления раствора жира;

$П_{ж}$ – коэффициент преломления жира при 20°C ;

m – масса навески продукта, г;

P – масса исследуемого блюда, г.

Расхождение результатов при параллельных определениях не должно превышать 0,5 %.

В таблице 1 приведены коэффициенты преломления и плотности жиров.

Таблица 1 – Коэффициенты преломления и плотности жиров

Вид жиросодержащего продукта	Коэффициент преломления при 20°C	Плотность при 20°C
Коровье масло	1,4605	0,920
Маргарин	1,4690	0,928
Подсолнечное масло	1,4736	0,924
Арахисовое масло	1,4696	0,914
Горчичное масло	1,4769	0,918
Комбижир	1,4709	0,925
Жир яйца	1,4591	0,925

Если неизвестно, какой жир или смесь жиров содержится в изделии, поступают следующим образом: 5...10 г измельченной пробы обезвоживают серно-кислым натрием (2...4 г), смешивают с 15...25 см^3 летучего (например, диэтиловым эфиром, хлороформом), взбалтывают в течение 15 мин и фильтруют в колбочку. Растворитель полностью отгоняют, остаток

подсушивают, после чего определяют коэффициент преломления выделенного жира. Плотность последнего принимают равной 0,925.

В полуфабрикатах из муки, сдобных булочных и мучных кондитерских изделиях массовую долю жира подсчитывают в % в пересчете на сухое вещество по формуле:

$$X = \frac{V_p * d_{ж}}{m} * \frac{P_p - P_{рж}}{P_{рж} - P_{ж}} * 100 * \frac{100}{100 - W}, \quad (3)$$

где W – влажность продукта, %. Остальные обозначения те же, что и в формулах 1, 2.

Порядок выполнения лабораторной работы

При выполнении лабораторной работы проводятся следующие опыты:

- 1 Определение массовой доли жира экстракционно-весовым методом.
- 2 Определение массовой доли жира рефрактометрическим методом.

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.

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.

Контрольные вопросы:

- 1 Назовите методы определения массовой доли жира.
- 2 Поясните, какие методы относятся к прямым.
- 3 Поясните, какие методы относятся к косвенным.
- 4 Изложите технику определения массовой доли жира экстракционно-весовым методом.
- 5 Изложите технику определения массовой доли жира рефрактометрическим методом.
- 6 Объясните методику расчета массовой доли жира при использовании экстракционно-весового метода.
- 7 Объясните методику расчета массовой доли жира при использовании рефрактометрического метода.