

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ,
МОЛОДІ ТА СПОРТУ УКРАЇНИ**

Національний університет харчових технологій

ЗАТВЕРДЖУЮ

В.о. ректора _____ Іванов С.В.

“ ____ ” _____ 2011 р.

ЗАГАЛЬНІ ТЕХНОЛОГІЇ ХАРЧОВОЇ ПРОМИСЛОВОСТІ

Методичні вказівки

до виконання лабораторного практикуму

студентами заочної форми навчання

**напряму підготовки 6.051701 “Харчові технології та інженерія”
спеціальності “Технологія продуктів бродіння і виноробства”**

Реєстраційний номер
електронних методичних
вказівок у НМУ _____

СХВАЛЕНО
на засіданні кафедри
біотехнології продуктів
бродіння, екстрактів і напоїв
Протокол № 8
від 10.01. 2011 р.

Київ НУХТ 2011

Загальні технології харчової промисловості: Метод. вказівки до вик. лаб. практикуму студ. заоч. форми навчання напряму підготовки 6.051701 “Харчові технології та інженерія“ спец. “ Технологія продуктів бродіння і виноробства ” / Укл.: А.М. Куц, М.В. Бондар, Ю.В. Булій. – К: НУХТ, 2011. – 53 с.

Рецензент **Н.Я. Гречко**, канд. техн. наук, доц.

Укладачі: **А.М. Куц,**
М.В. Бондар,
Ю.В. Булій, кандидати техн. наук

Відповідальний за випуск **П.Л.Шиян**, д-р техн. наук, проф.

Видання подається в авторській редакції

1. МЕТА І ОРГАНІЗАЦІЯ ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ

Лабораторний практикум згідно з навчальним планом є складовою частиною дисципліни “Загальні технології харчової промисловості”, основною метою якого є закріплення знань, отриманих під час вивчення теоретичного курсу, опанування загальними методами контролю харчової сировини і продуктів її переробки з подальшою оцінкою за отриманими показниками відповідності проаналізованих зразків вимогам нормативно-технічної документації.

Внаслідок виконання лабораторного практикуму студент повинен:

знати: завдання і організацію роботи заводської лабораторії;

терміни, що використовуються під час відбирання середньої проби і виконанні лабораторних робіт;

правила безпечної роботи в хімічній лабораторії;

суть методу аналізу, реактиви, прилад, посуд, техніку виконання відповідного аналізу та розрахункові формули для обрахування отриманих показників;

вимоги чинної нормативно-технічної документації щодо показників якості проаналізованих зразків;

вміти: виконувати аналіз відповідно до затвердженої методики та правил безпеки;

працювати з лабораторним посудом і приладами, необхідними для виконання аналізу;

обраховувати та аналізувати отримані показники;

оформляти результати аналізу у вигляді протоколу;

давати оцінку відповідності проаналізованих зразків вимогами нормативно-технічної документації;

оцінювати різні методи визначення показників якості відповідно до їх тривалості, безпечності, застосування відповідного обладнання тощо та обирати з них більш ефективний;

мати навички: виконання аналізу з визначенням якісних і кількісних показників аналізованого зразка згідно затверджених методик з урахуванням правил безпечної роботи;

обрахування результатів аналізу відповідних зразків, оформлення їх у вигляді протоколу та оцінювання якості аналізованого зразка відповідно до вимог чинної нормативно-технічної документації;

вибору найбільш ефективного методу аналізу із наявних відповідно до стану матеріально-технічного забезпечення лабораторії та рівня підготовки фахівців.

В табл. 1 наведена програма лабораторного практикуму.

Таблиця 1

ПРОГРАМА
лабораторного практикуму

№ п/п	Назва теми та перелік основних робіт	Кількість годин	
		лабораторні х	СРС
1.	Вступне заняття. Ціль і задача практикуму. Організація роботи заводської лабораторії. Стандартизація якості харчової продукції та правила відбору представницьких проб. Правила безпечної роботи в лабораторії	2	4
2	Методи визначення вологості 2.1. Визначення вологості борошна методом прискореного висушування при 130°C 2.2. Визначення вологості борошна за методом Чижової 2.3. Визначення вологості зерна електровологоміром	2	4
3.	Методи визначення концентрації сухих речовин (масової частки сухих речовин (СР)) 3.1. Визначення концентрації СР пивного сусла і меляси ареометричним методом 3.2. Визначення концентрації СР пивного сусла і меляси рефрактометричним методом	2	4
4.	Методи визначення концентрації етилового спирту 4.1. Ареометричним методом 4.2. Хімічним (діхроматно-йодометричним) методом 4.3. Рефрактометричним методом з використанням занурювального рефрактометра 4.4. Спиртомірні таблиці, їх будова та правила користування <i>Колоквіум</i>	3	6
5.	Методи визначення азоту і клейковини 5.1. Визначення кількості і якості клейковини пшеничного борошна 5.2. Визначення вмісту амінного азоту у пивному суслі йодометричним методом по Попу і Стівенсу (мідним способом)	2	4
6.	Визначення підйомної сили і осмочутливості дріжджів методом спливання кульки	1	2
7.	Методи визначення вуглеводів 7.1. Визначення вмісту сахарози в мелясі поляриметричним методом 7.2. Визначення вмісту крохмалю в зерні поляриметричним методом Еверса 7.3. Визначення вмісту мальтози у пивному суслі за методом Бертрана 7.4. Визначення вмісту мальтози у пивному суслі методом, заснованим на окисненні альдоз йодом (йодометричним методом) <i>Колоквіум</i>	6	12
8.	Методи визначення мінеральних речовин 8.1. Визначення масової частки золи у мелясі сульфатним методом	2	4
9.	Методи визначення титрованої та активної кислотності 9.1. Визначення титрованої кислотності пива титруванням з індикатором 9.2. Визначення титрованої кислотності борошна титруванням з індикатором 9.3. Визначення активної та титрованої кислотності пива з використання рН-метра	2	4
10.	Методи визначення кольору та прозорості 10.1. Визначення вмісту альдегідів у спиртї методом візуальної	2	4

	колориметрії (метод стандартних серій по Молеру) 10.2. Визначення кольору пива методом порівняння з розчином йоду та за допомогою фотоелектроколориметра <i>Колоквіум</i>		
	<i>Всього...</i>	24	48

2. МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ

2.1. Загальні положення

Практикум виконується в лабораторії кафедри біотехнології продуктів бродіння, екстрактів і напоїв (ауд. Ж-503, Ж-505) під керівництвом викладача. Виконанню практикуму повинна передувати самостійна робота студентів, під час якої вони зобов'язані:

ознайомитись з планом роботи на поточне заняття;

знати мету, суть і техніку безпечного виконання кожної лабораторної роботи;

знати, які прилади, посуд і реактиви використовують для виконання кожної лабораторної роботи;

оформити протокол, залишивши місце для внесення результатів аналізу, розрахунків і висновків по роботі згідно наведених нижче рекомендацій.

Під час підготовки до занять студенти повинні обов'язково працювати з рекомендованою літературою і відповідними нормативно-технічними документами.

До практичної роботи студенти допускаються лише після перевірки їх теоретичних знань і вміння працювати з дотриманням правил безпеки. Робота в лабораторії **дозволяється тільки в халатах**.

Опановуючи різні методи визначення одного і того ж показника, студент повинен зробити аналіз цих методів з точки зору точності, довготривалості, характеристик використаних приладів, посуду і реактивів, а наприкінці порівняти між собою вивчені методи.

В кінці кожної теми, якщо опановувалось декілька методів, студент повинен скласти зведену таблицю результатів (табл. 2), проаналізувати отримані значення показників, зробити висновки щодо відповідності проаналізованих зразків вимогам стандарту та опанованих методів.

Таблиця 2

Зведена таблиця методів визначення вологості

Номер і назва проаналізованого зразка	Показник, одиниця виміру	Метод аналізу	Фактичний результат	Вимоги стандарту
10, пшеничне борошно	Вологість, %	Чижової Висушування при 130° С	11,6 11,5	не більше 15,0

Висновки: проаналізований зразок борошна відповідає вимогам до борошна хлібопекарського першого гатунку. Обидва методи визначення вологості нескладні, вимагають наявності електричних приладів для висушування дослідних зразків та ексикаторів для їх охолодження, але метод Чижової менш тривалий.

Студент несе повну відповідальність за виконані аналізи, розрахунки та зроблені на їх підставі висновки. Відпрацьовані роботи захищаються студентом, а лабораторний практикум зараховується або не зараховується відповідно до критеріїв оцінки знань студентів (див. п. 13).

2.2. Приклад оформлення протоколу

Протоколи лабораторних робіт оформлюють в окремому зошиті або на стандартних листах формату А4, які скріплені між собою. Оформлені протоколи повинні мати титульний лист на якому обов'язково вказується група, прізвище та ініціали студента. Опис кожної лабораторної роботи повинен починатися на новому аркуші. У загальному вигляді сформований протокол повинен обов'язково містити наступні розділи: напис «Лабораторна робота № ____» з відповідним порядковим номером; тему лабораторної роботи; мета роботи; перелік необхідних приладів, посуду і реактивів; техніку аналізу з вказаними вихідними та проміжними результатами (назва і номер зразка, початкова маса бюкса, об'єм, см³ розчину, витраченого на титрування, тощо); розрахункові формули для обрахунку значення показнику з розшифровкою всіх позначень; результати обрахунків та висновки по роботі. Методику виконання роботи дозволяється наводити у вигляді принципової технологічної схеми.

За кінцевий результат аналізу приймають середнє арифметичне не менше двох паралельних визначень, розходження між якими не повинно перевершувати 0,2 %. Розрахунок проводять до першого десятинного знаку після коми.

Нижче наведений зразок оформлення протоколу.

Визначення вологості борошна методом прискореного висушування при 130° С

Метод базується на випаровуванні вільної води із зразка при температурі вище 100° С. Він є стандартним методом визначення вологості зерна та борошна і дозволяє отримати достатньо точні результати протягом 70-80 хв. Прискорення процесу сушіння досягається завдяки підвищенню температури до 130°С та інтенсивній циркуляції сушильного агенту, що забезпечується вентилятором. Сушіння проводять в шафі СЕШ-3М.

Прилади і посуд: сушильна шафа СЕШ-3М, ваги лабораторні загального призначення, металеві бюкси, щипці, ексикатор.

Техніка аналізу. На вагах зважують пусті відкриті бюкси разом з кришками (бюкси встановлюють на кришки), в які беруть наважки борошна

масою 5,00 г в кожну. Бюкси з наважками закривають кришками і поміщують в сушильну шафу. При досягненні в сушильній шафі температури 130° С зразки висушують протягом 40 хв. Потім бюкси щипцями виймають з шафи, швидко закривають кришками, щоб запобігти попаданню вологи, охолоджують у ексикаторі до кімнатної температури і повторно зважують. Вологість у процентах (W) розраховують за формулою, %:

$$W = \frac{(a - б) \cdot 100}{a - в} \%, \quad (2.1)$$

де а – маса бюкси з наважкою до висушування, г;

б – маса бюкси з наважкою після висушування, г;

в - маса пустої бюкси, г.

Аналізувалось пшеничне борошно, зразок № 10.

Результати першого аналізу:

а = 9,54 г ; б = 8,94 г; в = 4,54 г.

$$W_1 = \frac{(9,54 - 8,97) \cdot 100}{9,54 - 4,54} = 11,4 \%$$

Результати другого аналізу:

а = 11,69 г ; б = 11,11 г; в = 6,69 г.

$$W_2 = \frac{(11,69 - 11,11) \cdot 100}{11,69 - 6,69} = 11,6 \%$$

$$W_{cp} = \frac{11,4 + 11,6}{2} = 11,5 \%$$

Висновки. Метод достатньо простий, але тривалий і вимагає обережності при вийманні бюксів із сушильної шафи внаслідок їх високої температури. Аналізований зразок борошна відповідає вимогам стандарту.

2.3. Загальні правила безпечної роботи в хімічній лабораторії

В хімічній лабораторії дозволяється працювати тільки за наявності справної припливно-витяжної вентиляції, обладнаних витяжних шаф, спецодягу, засобів індивідуального захисту, пожежогасіння і аптечки першої допомоги.

В хімічній лабораторії забороняється пити воду і вживати їжу.

Після закінчення роботи необхідно привести в належний стан своє робоче місце, помити та прибрати посуд, поставити на місце хімічні реактиви, виключити електроприлади, воду, газ, стисле повітря та освітлення.

Правила роботи з скляним посудом

При роботі з скляним хімічним посудом і скляними приладами необхідно дотримуватися певних правил безпеки. Необхідно пам'ятати, що хімічний посуд крихкий і, в основному, тонкостінний, а через це при необережній роботі його можна розбити і отримати травми. Скляний посуд і прилади потрібно тримати обережно, не стискаючи його сильно пальцями.

Для попередження травматичних пошкоджень при роботі з скляним посудом необхідно дотримуватись таких застережних заходів:

1. Відразу ж прибирати зі столу склобій і відходи теплової обробки скла.
2. При збиранні скляних частин приладів суворо дотримуватися діючих правил, які наведені у відповідних інструкціях.
3. При розрізанні скляних трубок і паличок руки потрібно захищати рушником.
4. При митті посуду йоржами або скляною паличкою необхідно бути обережним, адже можна ними легко пробити днище або стінки посуду. Для попередження цього на оголений дротовий кінець йоржа або кінець скляної палички потрібно надіти шматочок гумової трубки.

Правила роботи з їдкими і токсичними речовинами

Щоб запобігти нещасним випадкам під час роботи з хімічними реактивами, необхідно керуватися такими правилами:

1. Токсичні рідини забороняється набирати в піпетку ротом. В цьому випадку потрібно використовувати гумову грушу.
2. Забороняється приливати концентровані кислоти до концентрованих лугів (або навпаки); їх необхідно розводити водою до проведення нейтралізації.
3. Нагрівання пробірок та іншого скляного посуду треба проводити поступово, направляючи їх отворами від працюючого.
4. Забороняється змішувати киплячі розчини або додавати до них сухі реагенти в посуді, що знаходиться на нагрівальному приладі.
5. Перед нагріванням води в промивалці з останньої виймають пробку.
6. Всі процеси, пов'язані з виділенням токсичних газів, пари та диму проводять у витяжній шафі. З токсичними речовинами працюють в рукавичках.
7. Використані розчини, які містять в собі токсичні речовини, виливають в раковину витяжної шафи. Посуд та раковину ретельно миють.
8. Всі роботи з легкозаймистими речовинами або горючими рідинами необхідно проводити у витяжній шафі при працюючій вентиляції.
9. Перегонку і нагрівання низькокиплячих вогнебезпечних речовин необхідно проводити в круглodonних колбах з тугоплавкого скла на водяній бані.
10. Відпрацьовані кислоти та луги потрібно збирати окремо в спеціальний посуд і після їх нейтралізації зливати в каналізацію або спеціально відведений для цієї мети посуд.

Протипожежні правила безпеки

1. Забороняється залишати без догляду газові пальники і електронагрівальні прилади. При пожежі необхідно терміново виключити рубильники, перекрити газовий кран, полум'я засипати піском.

2. При займанні одягу потрібно накрити потерпілого ковдрою або залити вогнище водою.

3. При проливі вогнєнебезпечної рідини необхідно відключити всі пальники і електронагрівальні прилади, а потім прибрати рідину.

4. При виявленні запаху газу забороняється запалювати вогонь або користуватися електронагрівальними приладами.

Перша допомога при опіках та порізах

1. При опіках водяною парою, гарячими предметами або відкритим полум'ям пошкоджене місце обробляють етиловим спиртом або 3-10 %-м розчином перманганату калію і накладають стерильну пов'язку.

2. При попаданні гарячої олії на шкіру обпечене місце обробляють бензином, далі змащують маззю від опіків. При опіках бромом шкіру промивають водою і змащують вазеліном або обробляють концентрованим розчином тіосульфату натрію і водою.

3. При попаданні на одяг та шкіру кислот вражене місце промивають водою і 3 %-м розчином гідрокарбонату натрію, а при попаданні лугу – водою та 1-5 %-м розчином оцтової кислоти.

4. При порізах склом необхідно переконатися у відсутності залишків скла в рані, потім обробити рану йодом. Можна промити рану водою, присипати стрептоцидом і перев'язати. При сильній кровотечі рану обробляють 3 %-м розчином перекису водню і перев'язують.

Запитання для самоперевірки

1. Чим повинна бути обладнана хімічна лабораторія?
2. Чи дозволено вживати їжу в хімічній лабораторії?
3. Основні правила роботи із скляним посудом.
4. Правила безпечної роботи з їдкими і токсичними речовинами
5. Основні протипожежні правила безпеки.
6. Перша допомога при опіках.
7. Перша допомога при порізах.

3. СТАНДАРТИЗАЦІЯ ЯКОСТІ СИРОВИНИ, НАПІВПРОДУКТІВ, ТОВАРНИХ ПРОДУКТІВ ТА ПРАВИЛА ВІДБОРУ ПРЕДСТАВНИЦЬКИХ ПРОБ

При оцінці якості сировини, напівпродуктів і товарної продукції харчових виробництв користуються такими поняттями як якість, показник якості, базовий показник якості, рівень якості.

Якість продукції – це сукупність властивостей продукції, які обумовлюють її придатність до використання за призначенням. Для оцінки якості продукції із всієї множини її властивостей вибирають лише ті найбільш суттєві, які в комплексі дозволяють у необхідній і достатній мірі досягти загальної відповідної визначеної мети – використання за призначенням.

Показник якості – це кількісна характеристика всіх суттєвих властивостей продукції, які визначають ступінь придатності її до споживання за призначенням. Показник якості може виражатись у відсотках, одиницях маси, об'єму, енергії, балах, характеризуючи одну з властивостей або їх комплекс.

Базовий показник якості – це показник якості, прийнятий за вихідну величину для порівняльних оцінок якості. За базові приймають показники якості, які містяться у відповідних стандартах і технічних умовах на продукцію, а також, досягнуті передовими вітчизняними та зарубіжними підприємствами, або можливі теоретично у перспективі.

Рівень якості продукції – це відносна характеристика якості, що базується на порівнянні фактичних показників якості даної продукції з відповідними базовими показниками.

Під контролем якості розуміють перевірку відповідності показників якості всіх складових частин виробництва і товарної продукції чинним нормативно-технічним документам.

Існує три види контролю: вхідний, виробничий та прийомний.

Вхідний контроль – контроль сировини, напівпродуктів та допоміжних матеріалів, що надходять на підприємство і використовуються в процесі виробництва.

Виробничий контроль це контроль виробничого процесу. Він охоплює допоміжні, підготовчі і всі основні і заключні технологічні операції.

Прийомний контроль це контроль якості товарної продукції, перевірка її відповідності вимогам стандартів.

Управління якістю являє собою єдиний процес формування якості, що складається в систему із взаємно пов'язаних і підпорядкованих між собою окремих виробничих факторів. На рис. 1 наведена принципова схема такої системи факторів, якими необхідно управляти для забезпечення виробництва якісної продукції.

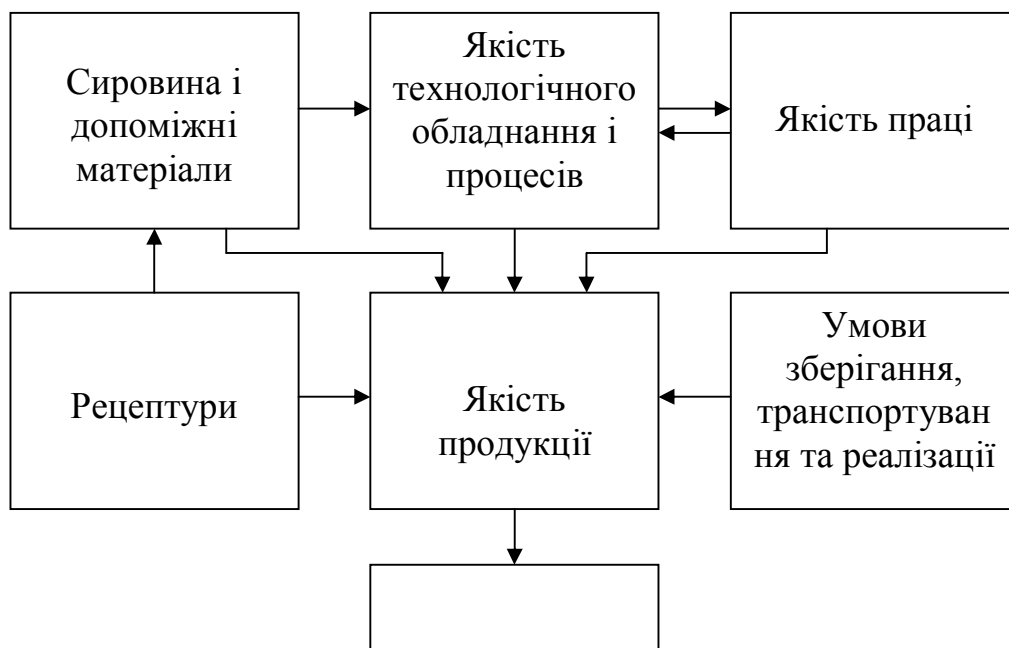


Рис. 1. Система формування якості продукції

Якість продукту на кожній стадії виробництва залежить від попередньої стадії і впливає на всі наступні. Отже, досягнення оптимального кінцевого результату можливе лише внаслідок комплексного управління всією системою з виділенням найбільш впливових факторів і необхідного коригування їх.

Комплексна система управління якістю продукції (КСУЯП) включає комплекс організаційних, технічних і соціальних заходів, спрямованих на підвищення якості продукції. Високий рівень якості продукції має закладатись вже на стадії її проектування, потім планово підтримуватись в процесі виробництва шляхом збору, оброблення й оцінки інформації про її зміни та прийняття необхідних управлінських рішень.

Методичні засади КСУЯП передбачають порядок функціонування всіх її елементів під керівництвом уповноважених органів з сертифікації, ліцензування та управління якістю продукції УкрСЕПРО в Україні та ISO в міжнародному масштабі. В системі управління якістю продукції можна виділити рівні: вищий, міжгалузевий, галузевий та підприємств (об'єднань).

Вищий рівень управління якістю здійснюється шляхом прийняття законів та інших узагальнених державних документів.

На міжгалузовому рівні основна робота ведеться щодо узгодження нормативних, технічних, цінових та інших актів, підготовки до прийняття документів на вищому рівні, забезпечення виконання їх на галузевому рівні.

На рівні галузі передбачається система заходів на створення продукції високої якості за допомогою галузевих вимог, технічних та економічних можливостей, підготовки програм комплексної стандартизації, а також організацію проведення атестації продукції.

На підприємствах (об'єднаннях) управління якістю продукції здійснюється шляхом розробки і впровадження первинних документів – стандартів підприємств (СТП), які передбачають підвищення якості на всіх етапах і дільницях виробництва. СТП діють в межах чинних законів і загальнодержавних документів УкрСЕПРО та ISO, передбачаючи лише досягнення вищих рівнів відповідних показників якості.

Робота служби управління якістю продукції на виробничих підприємствах базується на всебічному технологічному контролі, який постійно здійснюють центральна лабораторія та її підрозділи на всіх дільницях виробництва. Технохімічний і мікробіологічний контроль включають визначення органолептичних, фізичних (механічних), хімічних і мікробіологічних показників сировини й допоміжних технологічних

(рецептурних) матеріалів, напівпродуктів та товарної продукції. Оцінці підлягають також відходи основного виробництва, які використовують як вторинну сировину, що містить цінні біологічно активні та інші корисні речовини. Для забезпечення високої ефективності технологічних процесів необхідно контролювати якість дезінфікуючих і мийних засобів. Особливої актуальності набувають екологічні проблеми виробництва – контроль якості стоків і викидів, а також створення замкнутих циклів промислових об'єктів.

Якість сировини, що надходить на підприємство, або товарної продукції, що виробляється ним, встановлюють на основі результатів аналізу середнього зразка, що відбирається від кожної партії.

Партія – це будь-яка кількість однорідного матеріалу, призначена до одночасного приймання, здачі, відвантаження, для зберігання в одному силосі або в одній секції сховища. Кожна партія супроводжується товарно-вантажною накладною, в якій вказується маса або об'єм та сертифікатом якості, в якому наводиться інформація щодо органолептичних і фізико-хімічних показників продукції та її відповідності вимогам чинного стандарту.

Головною умовою, яка визначає правильну оцінку якості партії, є правильний відбір проб і складання середнього зразка для лабораторного аналізу. Основна вимога до середньої проби – її представництво партії. Правила відбору середньої проби регламентуються відповідними стандартами.

Одноразова проба (виїмка) – невелика кількість матеріалу, який відібрано від партії за один прийом.

Вихідна проба (зразок) – сукупність одноразових проб, які відібрані від партії.

Середня проба – частина вихідної проби, яка характеризує середній фізико-хімічний та мікробіологічний склад і якість всієї партії матеріалу.

Наважка – частина середньої проби, яка виділена для визначення показника якості матеріалу.

Одноразові проби зерна та інших сипких матеріалів на автомашинах відбирають щупом у чотирьох місцях кузова: з верхнього, середнього і нижнього шарів на віддалі 0,5 м від бортів.

У чотиривісних вагонах одноразові проби відбирають в одинадцятьох місцях на поверхні і з трьох шарів за висотою.

З вихідної проби, яка перевищує 2 кг, виділяють середню пробу за допомогою подільника або вручну. Для виділення вручну зерно (сипкий матеріал) висипають на рівну поверхню, розподіляють тонким шаром у вигляді квадрата. Потім за допомогою планки ділять на чотири однакові трикутники. З двох протилежних трикутників зерно відкидають, а ті, що залишаються, змішують і потім знову ділять на чотири однакові трикутники. Це повторюють доти, поки маса зерна, що залишилась, не буде перевищувати 2 кг. Це й буде середня проба.

Щоб відібрати проби в'язких неоднорідних рідин, наприклад, меляси, використовують спеціальні пробовідбірники, за допомогою яких беруть проби з різних шарів ємності. Разові проби зливають у посуд, ретельно перемішують, а потім виділяють середню пробу.

Для відбору проб однорідних невязких рідин (спирт, пиво та ін.) зазвичай передбачається встановлення пробних кранів в ємностях, де вони зберігаються, або використання спеціальних пробовідбірників. Всі проби зливають в один посуд, перемішують і відбирають середню пробу об'ємом не більше 2 дм³.

Плоди, ягоди і виноград під час збирання сортують, вилучаючи пошкоджені, висохлі, червиві, пліснявілі тощо. У відсортованій сировині визначають якість кожної партії, яка повинна надходити в однорідній тарі. Якщо сировина надходить у ящиках або іншій дрібній тарі, то для складання середньої проби відбирають зразки із кожної транспортної одиниці, але не менше, ніж з трьох одиниць за наявності не менше 100 одиниць тари. Якщо кількість тари складає більше 100 одиниць, кількість контрольних одиниць для відбирання плодів і ягід збільшують із розрахунку одна одиниця на кожні додаткові 50 одиниць. При цьому з кожної одиниці, відібраної для складання середньої проби, беруть зверху, знизу і зсередини не менше 10 % плодів або ягід за масою.

При доставці плодів насипом для складання середньої проби їх відбирають із різних місць і шарів з кожної транспортної одиниці в кількості не менше 1 кг від кожної тони. При цьому маса плодів і ягід, відібраних із кожної транспортної одиниці для складання середньої проби, має бути не менше 10 кг.

Відібрані зразки об'єднують разом у середню пробу масою не менше 3 кг. У партіях, доставлених двома і більше транспортними одиницями, показники якості визначають для кожної транспортної одиниці окремо.

Запитання для самоперевірки

1. Охарактеризуйте поняття якість продукції, показник якості, базовий показник якості, рівень якості.
2. Види контролю якості виробництва харчових продуктів та їх характеристика.
3. Які заходи входять до комплексної системи управління якістю продукції та охарактеризуйте її рівні.
4. Що таке середня проба матеріалу та яким вимогам вона повинна відповідати?
5. Охарактеризуйте поняття виїмка, вихідна проба та наважка.
6. Що розуміють під однорідною партією матеріалу?
7. Чим відрізняється вихідна проба від середньої?
8. Як отримують середню пробу: а) сипких матеріалів, б) однорідних рідин, в) неоднорідних в'язких рідин г) плодів, ягід і винограду?

4. МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ВОЛОГОСТІ

Вологістю називають кількість води, що міститься в будь-якому матеріалі, виражена у відсотках до його маси.

Вміст води в харчових продуктах може коливатись в широких межах. Так, за вологістю зерно ділять на чотири категорії: сухе – при вологості до 14 %, середньої сухості – від 14 до 15,5 %, вологе – від 15,5 до 17 % і сире – вище 17 %. Всю вологу в харчовому продукті умовно розділяють на вільну і зв'язану. Зв'язана вода є складовою хімічних сполук і міцно ними утримується. Її видалення із продукту приводить до зміни його хімічного складу. При вологості 14,5-15,5 % (критична вологість) в продукті з'являється вільна вода, яка переміщується від клітини до клітини, внаслідок чого біохімічні і мікробіологічні процеси в продукті активізуються.

Визначення вмісту вологи має велике значення і пов'язане з якістю сировини, умовами її зберігання та виходом товарного продукту. Від вмісту вологи значною мірою залежить харчова та енергетична цінність товарних продуктів. Чим більше води у продукті, тим менше в ньому сухих речовин на одиницю маси. Наприклад, збільшення вологості борошна на 1 % знижує вихід хліба на 1,5-2,0 %. Крім того, всі розрахунки, пов'язані з визначенням виходу продукції або втрат екстрактивних речовин в ході технологічних процесів тощо, у більшості випадків, проводять в перерахунку на сухі речовини (СР).

Розроблено багато методів визначення вологості, але всіх їх ділять на прямі (теплофізичні, хімічні і дистиляційні) і непрямі (електрометричні). Найпоширенішими є теплофізичні методи. Їх суть полягає у визначенні наскільки зменшується маса наважки подрібненого матеріалу внаслідок випаровування вільної вологи при висушуванні за точно фіксованих параметрах: температурі, тривалості висушування та ступеню подрібнення матеріалу.

Метою робіт є опанування методами визначення вологості харчових продуктів: з використанням електровологоміра, прискореного висушування при 130° С і методом Чижової, порівняння їх між собою і оцінювання на відповідність дослідних зразків вимогам стандартів.

4.1. Визначення вологості борошна методом прискореного висушування при 130° С

Аналіз виконують за методикою наведеною в п. 2.2.

4.2. Визначення вологості борошна за методом Чижової

Метод заснований на висушуванні дослідного зразка тепловими променями, які виходять з темного нагрітого тіла. Швидке зневоднення матеріалу досягається тим, що дослідний зразок розподіляють тонким шаром і прогрівають з обох боків масивними плитами, які мають високу теплопровідність і теплоємність.

Прилади і посуд: прилад Чижової, ваги лабораторні загального призначення, ножиці, папір, щипці, пісочний годинник, ексикатор.

Техніка аналізу. З газетного паперу вирізають аркуші розміром 16x16 см, складають два пакети у вигляді трикутника, розташовують їх між нагрітими до

160° С пластинами і висушують протягом 3 хв. Після цього пакети охолоджують в ексикаторі до кімнатної температури, зважують і записують масу на пакеті олівцем. В кожний пакет беруть наважку борошна масою 4,00 г. Пакети з наважками висушують на приладі протягом 3 хв. Після закінчення процесу висушування пакети з наважками охолоджують до кімнатної температури в ексикаторі і повторно зважують. Вологість розраховують за формулою:

$$W = \frac{(a - b) \cdot 100}{4} = 25 \cdot (a - b) \%, (4.1)$$

де а і б – маса пакета з наважкою відповідно до і після висушування, г.

4.3. Визначення вологості зерна з використанням електровологоміра ПВЗ-ІОД

В основу електрометричних методів покладені закономірні зміни електричних характеристик матеріалу залежно від його вологості. Із багатьох електрометричних методів виміру вологості практичне використання мають дві групи:

кондуктометричні методи, які базуються на вимірюванні електричної провідності або опору в ланцюзі постійного струму;

ємнісні методи, які базуються на вимірюванні діелектричної провідності (ємності) в ланцюгах змінного струму.

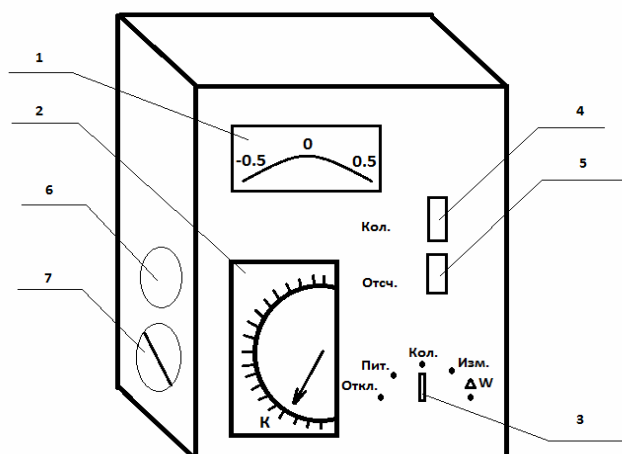
Вимірювання електричних характеристик матеріалів здійснюють електровологомірами, які складаються з двох основних вузлів: датчика та вимірювального пристрою. В кондуктометричних вологомірах датчиками є електроди, що підводять струм до проби дослідного матеріалу. При проходженні струму через пробу його сила змінюється залежно від вологості матеріалу. В ємнісних вологомірах (дielekтpометрах) датчиком служить конденсатор з повітряним простором, який заповнює дослідну пробу. Зміна вологості матеріалу перетворюється в зміну електричної ємності конденсатора.

Вимірювальний пристрій (вимірювач) складається з електричної схеми і показуючого приладу (стрілочний гальванометр, конденсатор змінної ємності), шкала якого градуйована у відсотках вологості в умовних одиницях. Для їх перерахунку у відсоток вологості служать спеціальні таблиці.

Головна перевага електрометричних методів порівняно з іншими полягає в їх оперативності, можливості отримувати результати аналізу через 1-2 хв. Вони придатні для автоматичного контролю та управління низкою технологічних процесів (зберігання зерна і солоду, сушки солоду, дріжджів та інших продуктів).

Будова електровологоміру ПВЗ-ІОД

1. Перевідна шкала
2. Вимірювальна шкала
3. Перемикач
4. Барабан «Калібр»
5. Барабан «Відлік»
6. Чорний гвинт для установки шкали (1) на 0
7. Гвинт «0»



Правила вимірювань

1. Перевірка приладу.

1.1. Прилад вимикається з мережі струму при переведенні положення перемикача (3) в положення «Откл.». При цьому покази верхньої шкали (1) у % = 0. У випадку відхилення стрілки підводимо стрілку до нуля за допомогою викрутки гвинтом (6).

1.2. Вмикаємо прилад в електромережу: для цього переводимо перемикач (3) в положення «Пит». Стрілка перевірної шкали (1) повинна знаходитись між поділками 1,0 і 0,5.

1.3. Встановлюємо перемикач (3) в положення «Калібр» і барабаном «отсчет» (5) підводимо стрілку вимірювальної шкали до точки «К» (20-та поділка). Одночасно барабаном «Калібр» (4) підводимо стрілку перевірної шкали (1) до нуля. Якщо ця стрілка не підводиться до нуля, то викруткою відкручуємо гвинт «0» (7) на лівій боковій стороні приладу, підводимо барабаном «Калібр» (4) стрілку і закручуємо гвинт «0» (7).

2. Вимірювання вологості.

2.1. На лабораторних вагах загального призначення зважуємо 100 г ячменю (жита, пшениці) або 60 г вівса (ячменю) вологістю вище 30 %. Наважку зерна без втрат висипаємо рівномірним шаром на спеціальний **листок** приладу, а з нього пересипаємо в прилад за 6-8с.

2.2. Зняття показів. Перемикач (3) переводимо в положення «измер» і барабаном відлік (5) досягаємо нульового положення на перевірній шкалі (1). Знімаємо покази по вимірювальній шкалі.

2.3. За допомогою спеціальної лінійки перераховуємо покази вимірювальної шкали (2) у відсотки вологості з урахуванням температурної поправки. Для цього ставимо перемикач в положення «ΔW» (t) і визначаємо

температурну поправку по перевідній шкалі (1). Знайдену поправку додаємо або віднімаємо з найденого по лінійці результату вологості.

У випадку визначення вологості твердої пшениці від результату знайденої вологості віднімаємо 0,5%.

Після вимірювань повертаємо перемикач у положення «откл.» і вимикаємо прилад з мережі.

Запитання для самоперевірки

1. Дайте визначення поняття “вологість”.
2. В яких формах вода знаходиться в харчових продуктах?
3. Вода якої форми легко виділяється із продукту?
4. Які методи використовують для визначення вологості харчових продуктів?
5. На чому базуються непрямі методи визначення вологості?
6. Техніка аналізу при визначенні вологості методом прискореного висушування?
7. Характеристика сушильної шафи СЕШ-3М.
8. За рахунок чого прискорюється випаровування води у методі прискореного висушування?
9. Розрахункова формула для визначення вологості методами висушування?
10. Техніка аналізу при визначенні вологості методом Чижової?
11. Що таке ексикатор? Правила роботи з ексикатором.
12. На чому базуються електрометричні методи визначення вологості? Їх переваги і недоліки порівняно з іншими методами визначення вологості.
13. Будова електровологоміру ПВЗ-ІОД.
14. Техніка визначення вологості зерна на електровологомірі ПВЗ-ІОД.

5. МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ СУХИХ РЕЧОВИН У РОЗЧИНАХ (МАСОВОЇ ЧАСТКИ СУХИХ РЕЧОВИН РОЗЧИНІВ)

Під *концентрацією* розуміють кількісний вміст речовини в дослідному матеріалі. Це відносна величина і визначається у відсотках. Найчастіше використовують такі види відсотків: *масові* – кількість грамів речовини в 100 г розчину, *масово-об'ємні* – кількість грамів речовини в 100 см³ розчину. В лабораторній практиці працюють також з нормальними і молярними розчинами. *Одномолярний розчин* отримують, розчинивши масу однієї молекули хімічної сполуки в 1 дм³ розчину, а *однонормальний* – розчиненням одного грам-еквіваленту молекули сполуки.

До кількісного складу харчових продуктів входять вода та інші сполуки, які мають загальну назву *сухі речовини (СР)*. У відсотках сума води та СР становить 100. Розрізняють *дійсні* та *видимі СР*. Дійсні СР визначають шляхом висушування дослідного зразку до постійної маси, а для визначення видимих СР використовують різні непрямі методи. До непрямих відносять методи, за

якими визначають показники (густину розчину, показник заломлення розчину тощо), які змінюються пропорційно зміні вмісту СР в цьому розчині.

Для визначення вмісту в матеріалі СР непрямыми методами використовують метод нормальної наважки. Щоб отримати нормальну наважку, 26,00 г дослідного продукту розчиняють у 100 см³ розчину. У разі необхідності беруть кратні значення наважки.

Метою робіт є опанування ареометричним і рефрактометричним методами визначення концентрації сухих речовин, порівняння їх між собою і оцінювання відповідності проаналізованих зразків вимогам стандартів.

5.1. Визначення концентрації СР меляси ареометричним методом

Ареометричний метод визначення концентрації сухих речовин базується на залежності відносної густини розчину від вмісту в ньому сухих речовин. Відносну густину розчину визначають за допомогою ареометра. Дія ареометра заснована на гідростатичному законі Архімеда, згідно з яким тіло, що занурене в рідину, виштовхується силою, яка дорівнює масі рідини, що була витіснена. Ареометр являє собою тіло, що плаває в рідині. При одній і тій самій масі ареометра глибина його занурення і витіснений ним об'єм залежать тільки від густини досліджуваного розчину. Чим більша густина розчину, тим менше занурюється в ній ареометр і навпаки.

Для зручності роботи визначають не абсолютну, а відносну густину розчину. З цією метою абсолютну густину дослідного розчину відносять до густини стандартної речовини, тому відносна густина розчину є безрозмірною величиною (для рідких продуктів в якості стандартної речовини використовують воду з температурою 20° С).

Ареометр - це скляна циліндрична посудина, запаяна з обох кінців. Нижня, товста частина заповнена дробом, щоб ареометр плавав суворо вертикально. У верхній частині міститься шкала з поділками. Шкалу ареометра градуують залежно від призначення приладу. Ареометри загального призначення мають шкалу відносних густин і тому їх називають денсиметрами. Щоб визначити концентрацію СР, використовують ареометри, які градуйовані при температурі 20° С по розчинам чистої цукрози. Їх специфічна назва – *цукроміри*. Шкала цукроміра градуйована зверху вниз. В нечистих цукрових розчинах вони вказують на видимий вміст СР у масових частках, %.

Прилади і посуд: ваги лабораторні загального призначення, хімічний стакан місткістю 100 см³, мірна колба місткістю 250 см³, цукромір, термометр, скляна паличка, лійка, циліндр місткістю 250 см³.

Техніка аналізу. Наважку меляси масою 65,00 г (2,5-нормальна) зважують в хімічному стакані. Гарячою дистильованою водою (температура 70-80° С) наважку в декілька прийомів повністю переводять у мірну колбу місткістю 250 см³. Стакан, лійку і скляну паличку ретельно обполіскують, і змиви додають до розчину в мірну колбу. Після цього вміст мірної колби охолоджують до температури 20° С, доводять дистильованою водою до мітки, перемішують та

виливають у циліндр. Циліндр ставлять на рівну поверхню, і в дослідний розчин обережно занурюють цукромір. Через 2-3 хв. за верхнім меніском знімають покази. Якщо температура розчину становить 20° С, то показ цукроміра вказує на концентрацію СР у розчині меляси. Якщо температура розчину відмінна від 20 °С, вводять поправку на температуру (табл. 3). Аналіз повторюють тричі, для розрахунків знаходять середнє значення.

Знаючи вміст СР в нормальному розчині меляси, за даними табл. 4 знаходять їх вміст у вихідній нерозбавленій мелясі.

Таблиця 3

Поправки на температуру до показників цукроміра

Температура, °С	Покази цукроміра								
	0	5	10	12	14	16	18	20	25
Від значення показників цукроміра відняти									
15	0,20	0,21	0,24	0,25	0,26	0,26	0,27	0,28	0,30
16	0,16	0,18	0,19	0,20	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23
17	0,12	0,13	0,15	0,15	0,16	0,16	0,17	0,17	0,18
18	0,08	0,09	0,10	0,10	0,11	0,11	0,11	0,12	0,12
19	0,04	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,06	0,06	0,06
До значення показників цукроміра додати									
21	0,05	0,05	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
22	0,10	0,11	0,11	0,11	0,12	0,12	0,12	0,12	0,13
23	0,15	0,16	0,17	0,18	0,18	0,18	0,18	0,18	0,20
24	0,21	0,22	0,23	0,23	0,24	0,25	0,25	0,26	0,26
25	0,27	0,28	0,30	0,30	0,31	0,31	0,32	0,32	0,33

Таблиця 4

Вміст СР у мелясі та в її нормальному розчині, % мас.

Вміст СР		Вміст СР	
у розчині	в мелясі	у розчині	в мелясі

17,5	71,9	18,7	77,3
17,6	72,4	18,8	77,7
17,7	72,8	18,9	78,1
17,8	73,3	19,0	78,6
17,9	73,7	19,1	79,0
18,0	74,2	19,2	79,5
18,1	74,6	19,3	79,9
18,2	75,0	19,4	80,4
18,3	75,5	19,5	80,8
18,4	75,9	19,6	81,3
18,5	76,4	19,7	81,7
18,6	76,8	19,8	82,2

5.2. Визначення концентрації СР у мелясі рефрактометричним методом

Метод заснований на визначенні показника заломлення і концентрації мелясного розчину за допомогою рефрактометра.

Прилади і посуд: ваги лабораторні загального призначення, хімічний стакан місткістю 100 см³, мірна колба місткістю 250 см³, термометр, рефрактометр РЛ.

Техніка аналізу. Нормальний розчин меляси готують за методикою, що наведена в п. 5.1. Перед початком роботи перевіряють нульову точку приладу. Для цього 2-3 краплі дистильованої води наносять на вимірювальну призму. Поворотом рукоятки зміщують границю світла і тіні до досягнення такого положення, щоб при температурі 20° С ця границя проходила через нульову поділку правої шкали, яка градуйована в процентах цукрози, і поділку 1,333 лівої шкали – значень показників заломлення.

Після перевірки нульової точки приладу визначають вміст СР у розчині меляси. Для цього фільтрувальним папером витирають насухо вимірювальні призми, наносять 2-3 краплі розчину на суху нерухому вимірювальну призму і накривають її верхньою рухомою призмою. Спостерігаючи в окуляр зорової труби, зміщують рукоятку рефрактометра до сполучення границі світла і тіні з візирною лінією сітки. Досягнувши такого положення, знімають покази значень коефіцієнту заломлення і концентрації СР в розбавленому розчині.

Визначивши вміст СР у нормальному розчині, за табл. 4 знаходять концентрацію СР у нерозбавленій мелясі.

5.3. Визначення концентрації сухих речовин у пивному суслі ареометричним методом

Аналіз проводять за методикою, що приведена в п. 5.1. Для аналізу використовують попередньо профільтроване і охолоджене до температури 20°

С сусло. Покази ареометра при температурі 20° С вказують на вміст СР у суслі. Якщо температура сусла не дорівнює 20° С, вносять поправку за табл. 3.

5.4. Визначення концентрації сухих речовин у пивному суслі рефрактометричним методом

Аналіз виконується за методикою, що приведена в п. 5.2.

Питання для самоперевірки

1. Які методи використовують для визначення сухих речовин?
2. Чим відносна густина відрізняється від абсолютної?
3. Що таке ареометр? Який принцип його роботи?
4. Які основні правила роботи з ареометром?
5. Як впливає температура на густину розчину?
6. Як знімають покази ареометра для темних і світлих розчинів?
7. Що таке нормальна наважка? В яких методиках аналізу вона використовується?
8. Техніка визначення концентрації сухих речовин меляси ареометричними методом.
9. Техніка визначення масової частки сухих речовин меляси розчину рефрактометричними методом.
10. Техніка визначення концентрації сухих речовин пивного сусла ареометричними методом.
11. Техніка визначення концентрації сухих речовин пивного сусла рефрактометричним методом.
12. Як перевіряють нульову точку рефрактометру?
11. В якому випадку користуються таблицями для визначення дійсних показів рефрактометра.

6. МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЕТИЛОВОГО СПИРТУ

Вміст спирту у водних розчинах (міцність водно-спиртових розчинів) виражають в об'ємних відсотках (% об.) або у об'ємних частках. Об'ємна частка - кількість об'ємних частин безводного спирту (см³) в 100 об'ємних частинах (см³) водно-спиртового розчину при температурі 20° С. Зазвичай вміст спирту у розчині визначають ареометричним методом за допомогою скляного спиртоміра при температурах вимірювання від -20 до +40° С.

Для визначення температури використовують термометри з ціною поділки шкали 0,1° С в межах від -30 до +20° С і від 0 до +50° С, а також термометри з ціною поділки шкали 0,5° С в межах від -25 до +30° С.

Поділки шкали спиртоміра при температурі 20° С вказують на дійсний вміст спирту в розчині в об'ємних частках. Якщо температура розчину відмінна

від 20° С, дійсну міцність водно-спиртового розчину визначають за спеціальними таблицями [6].

Спиртоміри випускають як з термометрами (БСТ), так і без термометрів (БС1, БС2, БС3). Вони відрізняються за розмірами, ціною поділки шкали, границями та похибками вимірювань. Шкала спиртоміра градуйована знизу вверху.

При грубих вимірюваннях і малому об'ємі проби використовують спиртоміри типу БС3 з ціною поділки шкали, що дорівнює 1 об'ємній частці і границями вимірювань 0-40; 40-70; 70-100 об'ємної частки. Ціна поділки шкали спиртомірів типу БСТ – 1 об'ємна частка. Допустима похибка спиртомірів цього типу складає $\pm 0,5$ об'ємної частки.

Більш точне вимірювання забезпечують спиртоміри типу БС1 і БС2 з ціною поділки 0,1 об'ємної частки. Тип БС1 являє собою набір з 11 скляних спиртомірів з границями вимірювання 0-10; 10-20; 20-30 тощо. Спиртомір з границями вимірювання 0-10 має найбільшу похибку: $\pm 0,2$ об'ємної частки. Інші спиртоміри типів БС1 і БС2 дозволяють визначати міцність розчинів з похибкою, що не перебільшує $\pm 0,1$ об'ємної частки. Шкали спиртомірів БС2 мають границі вимірювань 11-16; 16-28 і т. д. до 96 об'ємної частки. Спиртомір із шкалою 95-105 використовують для аналізу розчинів з високим вмістом етанолу при температурах, вищих 20° С.

Метою робіт є опанування ареометричним методом визначення концентрації етилового спирту у чистих водно-спиртових розчинах та пиві, оцінювання відповідності проаналізованих зразків вимогам стандартів та набуття навичок роботи із спиртомірними таблицями.

6.1. Визначення вмісту етилового спирту у водно-спиртових розчинах ареометричним методом

Метод заснований на вимірюванні спиртоміром міцності чистих водно-спиртових розчинів. Для визначення дійсного вмісту спирту у розчинах, температура яких відмінна від 20°С, використовують спеціальні спиртомірні таблиці [6].

Прилади та допоміжні матеріали: циліндр мірний місткістю 250 см³, термометр з ціною поділки шкали 0,5° С, шкалою від –25 до +30° С, скляний спиртомір.

Техніка аналізу. Для визначення міцності спирту скляним спиртоміром використовують скляний циліндр такого діаметра, щоб спиртомір вільно опускався в рідину, не торкаючись стінок циліндра і термометра. Перед заповненням циліндр старанно миють і обполіскують спиртом, що аналізують. Спиртомір обтирають м'яким рушником, злегка змоченим спиртом, а потім сухим м'яким рушником або марлею.

Далі у циліндр наливають дослідний спирт. Для повного вилучення бульбашок повітря, що з'являються у циліндрі, рідину обережно перемішують

термометром. Після повного вилучення бульбашок, не виймаючи термометр, в циліндр обережно опускають спиртомір, тримаючи його за верхній стрижень великим і вказівним пальцями. При цьому спиртомір не повинен торкатися ні стінок циліндра, ні термометра.

Спиртомір разом з термометром витримують в розчині 3-4 хв., потім одночасно знімають покази спиртоміра за нижнім меніском (для світлої рідини) і покази термометра. При цьому площину зору розміщують трохи нижче від рівня рідини. В такому положенні більш чітко видно лінію перетину рівня рідини з шкалою. Перший вимір є орієнтовним; наступні 2-3 заміри використовують для більш точного визначення вмісту спирту. При повторних замірах вимірювальна частина приладу обов'язково осушується рушником. Кожний раз спиртомір і термометр витримують в рідині 3-4 хв., а потім знімають їх показники. Після визначення виймають із циліндра спиртомір і ще раз перевіряють температуру розчину: для цього обережно перемішують рідину термометром і знімають його покази. Якщо температура розчину за час дослідження змінилася на $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$, визначення повторюють.

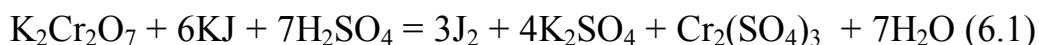
Вміст спирту визначають за середніми значеннями показів спиртоміру.

6.2. Визначення вмісту етилового спирту у водно-спиртових розчинах дихромато-йодометричним методом

Хімічні методи ґрунтуються на окисленні етилового спирту в оцтову кислоту. В якості окислювача використовують дихромат калію $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. За витратами окислювача встановлюють кількість спирту в дослідній пробі. Такі методи відносяться до непрямих. Вони є одними з найбільш точних методів визначення спирту для низькоконцентрованих спиртовмісних продуктів. Із збільшенням кількості домішок (альдегідів, естерів, кислот, вищих спиртів) точність методу знижується.

Дихроматно-йодометричний метод оснований на визначенні об'єму дихромату калію, витраченого на окислення спирту, за різницею об'ємів дихромату калію, взятого для аналізу, та його надлишком, що залишився після окислення спирту до оцтової кислоти.

Надлишок дихромату калію визначають йодометричним методом відповідно до реакції:



Вільний йод, що виділяється, титрують тіосульфатом натрію. При цьому йод окислює тіосульфат натрію до тетратіонату натрію, відновлюючись за реакцією:

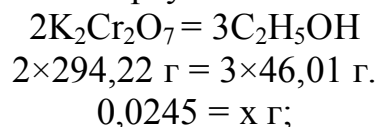


У ході цієї реакції властиве йоду темно-буре забарвлення зникає поступово, тому для визначення кінця реакції в якості індикатора

застосовується 1%-ний розчин крохмалю, який з йодом утворює з'єднання інтенсивно синього забарвлення.

Титрування закінчують, коли яскраво синє забарвлення розчину перейде в блакитно-зелене. За кількістю витраченого тіосульфату натрію встановлюють витрати дихромату калію на окислення спирту, як різницю між вихідним об'ємом і надлишком, який не вступив в реакцію окислення спирту. Знаючи еквівалент розчину дихромату калію по спирту, визначають вміст етилового спирту в дослідному розчині.

Еквівалент розчину $K_2Cr_2O_7$ концентрацією 0,5 моль/дм³ по спирту розраховують із реакції окислення спирту:



де x – кількість спирту, окисленого 1 см³ розчину $K_2Cr_2O_7$ концентрацією 0,5 моль/дм³, г.

0,0245 – вміст $K_2Cr_2O_7$ в 1 см³ розчину концентрацією 0,5 моль/дм³, г.

$$X = \frac{0,0245 \times 3 \times 46,01}{2 \times 294,22} = 0,00575 \text{ г} \quad \text{або} \quad \frac{0,00575}{0,789} = 0,0073 \text{ см}^3. (6.3)$$

Отже, 1 см³ 0,5 розчину $K_2Cr_2O_7$ концентрацією 0,5 моль/дм³ еквівалентний 0,0073 см³ спирту.

Дихроматно-йодометричний метод визначення спирту широко використовується в харчовій промисловості. Основною перевагою методу є можливість достатньо точного визначати концентрацію спирту в невеликих об'ємах рідини. Метод дає добре відтворювані результати при аналізі водно-спиртових продуктів з вмістом спирту 0,5-25 %. Точність методу значно підвищується за рахунок йодометричного визначення надлишку дихромату калію.

Для гарантії повноти окислення спирту до оцтової кислоти надлишок дихромату калію повинен бути не меншим 2-3 см³, а окислюватись завжди повинна одна і та ж кількість спирту. Тому продукти за вмістом спирту 5-15 % розводять в 10 разів, а більш концентровані розчини – в 20 разів. Розчини з вмістом спирту до одного відсотку аналізують без розбавлення. Дослід проводять при температурі 18-20°C.

Внаслідок високої концентрації титрованого розчину визначення витрат дихромату калію в ході досліду повинно бути дуже точне, оскільки помилка в 0,1 см³ дає похибку результату $\pm 0,2$ % об. На точність результатів аналізу впливають домішки спирту, які разом з спиртом окислюються дихроматом калію, але ці похибки значно нижчі від тих, які мають місце при пікнометричних і аерометричних методах визначення спирту в низькоконцентрованих водно-спиртових розчинах.

Ареометричним та рефрактометричним методами аналізують тільки чисті водно-спиртові розчини, тому спиртовмісні продукти, що містять домішки, попередньо дистилюють і далі працюють з отриманими дистилатами.

Реактиви і посуд: розчин дихромату калію концентрацією 0,5 моль/дм³, розчин тіосульфату натрію концентрацією 0,1 моль/дм³, хімічно чиста сірчана кислота з густиною 1,84 г/см³, 1 %-ний розчин крохмалю, 10 %-ний розчин йодиду калію, конічна колба місткістю 500 см³, бюретка на 10 см³, мірні циліндри місткістю 5 і 10 см³, часове скло.

Техніка аналізу. В конічну колбу місткістю 500 см³ відмірюють з бюретки точно 10 см³ розчину дихромату калію і обережно циліндром по стінці прибавляють 5 см³ сірчаної кислоти. Після охолодження колби до суміші додають 5 см³ досліджуваного розчину з вмістом спирту біля 1 %. У разі потреби вихідний розчин розбавляють у 10 або 20 разів. Через 15 хв. (цього часу достатньо для окислення спирту при кімнатній температурі) до суміші додають 10 см³ 10 %-го розчину йодиду калію і колбу накривають часовим склом. Через 5 хв. в колбу додають 200-250 см³ дистильованої води і вільний йод, що виділився, титрують розчином тіосульфату натрію концентрацією 0,1 моль/дм³, прибавляючи в кінці титрування 2-3 см³ 1 %-ного розчину крохмалю. Титрування закінчують при появі блакитно-зеленого забарвлення розчину.

Приклад. Визначити вміст спирту у водно-спиртовому розчині, якщо відомо, що на титрування вільного йоду витрачено 1 см³ 0,1 н. розчину тіосульфату натрію. Початковий розчин розбавлений в 20 разів.

Кількість спирту *C* визначають з урахуванням витрати розчину дихромату калію концентрацією 0,5 моль/дм³ на його окислення, еквіваленту розчину дихромату калію концентрацією 0,5 моль/дм³ по спирту (1 см³ розчину відповідає 0,0073 см³ спирту), а також розбавлення початкового продукту (100:5=20);

$$C = (a - \frac{b}{5}) \times 0,0073 \times 20 = (10 - \frac{1}{5}) \times 0,0073 \times 20 = 1,43 \text{ см}^3, \quad (6.4)$$

де *a* – кількість розчину дихромату калію концентрацією 0,5 моль/дм³, взята на окислення спирту, см³;

b – кількість розчину тіосульфату натрію концентрацією 0,1 моль/дм³, витрачена на титрування утвореного вільного йоду, см³;

5 – коефіцієнт переведення розчину тіосульфату натрію концентрацією 0,1 моль/дм³ у розчин концентрацією 0,5 моль/дм³.

Таким чином, якщо в 5 см³ досліджуваного розчину міститься 1,43 см³ спирту, то в 100 см³ його буде *X*:

$$X = \frac{100 \times 1,43}{5} = 28,6 \text{ см}^3 \text{ або } 28,6 \% \text{ об.} \quad (6.5)$$

6.3. Визначення вмісту етилового спирту у водно-спиртових розчинах рефрактометричним методом з використанням занурювального рефрактометра

Аналіз виконують за методикою, приведений в п. 4.2. з урахуванням наступних особливостей. Показник заломлення світла етиловим спиртом залежить від його концентрації і має екстремальний характер. Досягнувши

максимуму при концентрації спирту 80 % мас., далі із зростанням концентрації показник заломлення світла поступово зменшується. Оскільки водно-спиртові розчини з концентрацією до 52 % мас. мають одне значення показника заломлення, то їх аналізуються безпосередньо. Більш концентровані розчини, для яких одному і тому самому показнику заломлення відповідають дві концентрації спирту, розчиняють дистильованою водою двічі за масою. Після визначення отримане значення міцності збільшують вдвічі.

Рефрактометричний метод використовують тільки для чистих водно-спиртових розчинів, тому для аналізу бражки, пива, вина, горілки та інших спиртовмісних продуктів, що містять домішки, їх попередньо дистилують і далі працюють з отриманими дистилятами.

Для визначення вмісту спирту за показником заломлення застосовують прецизійні занурювальні рефрактометри (ІРФ-1, ІРФ-451 і т.п.), які дозволяють визначити цей показник з точністю до $\pm 2 \times 10^{-5}$, а концентрацію розчину з точністю до 0,03-0,05 % мас. При роботі з іншими рефрактометрами показник заломлення знаходять з меншою точністю ($\pm 2 \times 10^{-4}$), що збільшує абсолютну похибку при визначенні вмісту спирту в розчинах з малою концентрацією до $\pm 0,3$ % мас., середньою - до $\pm 0,6$ % мас.

Прилади і посуд: прецизійний занурювальний рефрактометр ІРФ-1 або іншого типу, водяна баня, термометр з ціною поділки шкали $0,5^{\circ}\text{C}$ із шкалою від -25 до $+30^{\circ}\text{C}$.

Техніка аналізу. Під час аналізу готують водяну баню з температурою 20°C і протягом 10-15 хв. витримують у ній вимірювальну частину рефрактометра, занурену в стаканчик з дистильованою водою, стаканчик з пробєю, яку аналізують. Потім рефрактометр виймають із стаканчика і стояка, призму висушують рушником. Далі прилад занурюють у стаканчик з дослідною пробєю. Знімають не менше трьох показів. За середнім значенням умовної шкали приладу за спеціальними таблицями знаходять вміст спирту в розчині в масових або об'ємних частках.

6.4. Спиртомірні таблиці, їх будова та правила користування

Спиртомірні таблиці [6] використовують для визначення дійсної міцності водно-спиртового розчину у випадках, коли температура розчину відмінна від 20°C , а також для знаходження множників для перерахунку концентрації водно-спиртового розчину на безводний спирт.

6.4.1. Визначення дійсної міцності водно-спиртового розчину

Якщо температура і показники спиртоміра виражені цілими числами, то дійсну міцність водно-спиртового розчину знаходять у відповідних колонках таблиці [6, табл. 3]. При дробових показниках, за винятком показників спиртоміра, що кратні 0,5, користуються методом лінійної інтерполяції.

Приклад 1. Покази скляного спиртоміра 89,5 при температурі 12°C . За [6, табл. 3] знаходимо міцність спирту при температурі 20°C – 91,52 % об.

Приклад 2. Покази скляного спиртоміра 52,5, а температура розчину 18,1° С. За [6, табл. 3] знаходимо дійсний вміст спирту в розчині при показках спиртоміра 52,5 і температурах 18-19° С: при 18° С – 53,24; при 19° С – 52,87; тоді при 18,1° С – X.

Дійсний вміст спирту при температурі 18,1° С і показках спиртоміра 52,5 визначаємо з рівняння

$$\frac{52,24 - X}{18 - 18,1} = \frac{52,24 - 52,87}{18 - 19}, \quad (6.6)$$

тоді X = 53,20 % об.

Приклад 3. За результатами дослідів покази скляного спиртоміра 42,4 при температурі 22,6° С. По таблиці [6, табл. 3] знаходимо дійсний вміст спирту при температурах 22 і 23° С та показках спиртоміра 42,0 і 42,5. Для знаходження дійсного вмісту спирту за результатами дослідів складаємо табл. 5.

Таблиця 5

Вміст спирту при різних температурах і показках спиртоміра

Температура, °С	Вміст спирту, % об.		
	42,0	42,4	42,5
22,0	41,2	–	41,7
22,6	X	Y	Z
23,0	40,8	–	41,31

Знаходимо значення X з рівняння:

$$\frac{41,2 - X}{22 - 22,6} = \frac{41,2 - 40,8}{22 - 23}, \quad (6.7)$$

тоді X = 40,96

Значення Z знаходимо з рівняння:

$$\frac{41,7 - Z}{22 - 22,6} = \frac{41,7 - 41,31}{22 - 23}, \quad (6.8)$$

Z = 41,46

Тепер, коли відомі дійсні значення вмісту спирту при температурі 22,6° С і показках спиртоміра 42,0 і 42,5, визначаємо дійсну міцність розчину Y:

$$\frac{40,96 - Y}{42,0 - 42,4} = \frac{40,96 - 41,46}{42,0 - 42,5}, \quad (6.9)$$

Y = 41,36 % об.

6.4.2. Облік спирту

Етиловий спирт змішується з водою в будь-яких співвідношеннях. Цей процес супроводжується виділенням теплоти і зміною об'єму водно-спиртової рідини (адіабатичне стискання – контракція суміші), яка залежить від концентрації спирту в розчині. Окрім того, об'єм водно-спиртових рідин суттєво залежить від їх температури. Тому в спиртовому, лікеро-горілчаному та інших виробництвах, пов'язаних із використанням спирту етилового

ректифікованого, його облік здійснюють у перерахунку на безводний спирт. За одиницю виміру беруть 1 дал безводного спирту. Об'єм безводного спирту $V_{б.с}$ у водно-спиртовому розчині при температурі 20°C знаходять, помноживши об'єм водно-спиртового розчину $V_{всп}$ на вміст спирту C в об'ємних частках, дал:

$$V_{б.с} = V_{всп} \times C \text{ дал.} \quad (6.10)$$

При обліку кількості водно-спиртових розчинів їх об'єми доводиться вимірювати при температурах, які в багатьох випадках не дорівнюють 20°C . Але добре відомо, що температура суттєво впливає на густину спирту в одиниці об'єму: з її пониженням густина спирту збільшується, а з збільшенням – зменшується. Відповідно змінюються і покази спиртоміру.

Для перерахунку різних об'ємів водно-спиртових розчинів, які мають різну температуру, в безводний спирт при температурі 20°C використовують таблицю множників [6, табл. 5]. Множник знаходять, коли знають дійсний вміст спирту в об'ємних частках і температуру, при якій проводили вимірювання.

Об'єм водно-спиртового розчину, який знайшли при даній температурі, множать на знайдений множник K і отримують об'єм безводного спирту в рідині при температурі 20°C , дал:

$$V_{б.с} = V_{всп} \times K \text{ дал.} \quad (6.11)$$

Приклад 4. Об'єм водно-спиртового розчину при температурі 14°C дорівнює 4000 дм^3 при вмісті спирту $96,3 \%$ об. Знайти об'єм безводного спирту.

Оскільки таблиця множників для перерахунку на безводний спирт розрахована на цілі значення спирту і температури, коли в розрахунках зустрічаються дробові числа, множник знаходять лінійною інтерполяцією.

За [6, табл. 5] для об'ємних часток спирту $0,96$ і $0,97$ при температурі розчину 14°C знаходимо множники, які дорівнюють відповідно $0,9662$ і $0,9762$. Щоб знайти множник при об'ємній частці $0,963$, використовуємо рівняння:

$$\frac{0,9662 - X}{96,0 - 96,3} = \frac{0,9662 - 0,9762}{96,0 - 97,0}, \quad (6.12)$$

$$\text{тоді } X = 0,9692.$$

Отже, кількість безводного спирту становить:

$$V_{б.с} = 4000 \times 0,9692 = 3876,8 \text{ дм}^3. \quad (6.13)$$

Приклад 5. Об'єм водно-спиртового розчину складає 20000 дм^3 при температурі $17,5^{\circ}\text{C}$. Міцність спирту становить $95,58 \%$ об.. Знайти кількість безводного спирту.

За [6, табл. 5] знаходимо значення множників для найближчих цілих значень вмісту спирту і температури (табл. 6).

Таблиця 6

Вміст спирту при різних температурах

Температура, $^{\circ}\text{C}$	Множник для визначення об'єму спирту при його вмісті, $\%$ об.
---------------------------------	--

	96,0	95,58	95,0
18,0	0,9620	–	0,9520
17,45	X	Y	Z
17,0	0,9631	–	0,9530

Знаходимо значення X з рівняння:

$$\frac{0,9620 - X}{18,0 - 17,45} = \frac{0,9620 - 0,9631}{18,0 - 17,0}, \quad (6.14)$$

тоді $X = 0,9613$.

Знаходимо значення Z з рівняння:

$$\frac{0,9620 - Z}{18,0 - 17,45} = \frac{0,9520 - 0,9530}{18,0 - 17,0}, \quad (6.15)$$

тоді $Z = 0,9526$;

Значення Y знаходимо з рівняння:

$$\frac{0,9620 - Y}{96,0 - 95,58} = \frac{0,9620 - 0,9526}{96,0 - 95,0}, \quad (6.16)$$

тоді $Y = 0,9626$.

Об'єм безводного спирту дорівнює:

$$V_{\text{б.с.}} = 20000 \times 0,9626 = 19242,6 \text{ дм}^3.$$

Питання для самоперевірки

1. Види та характеристика скляних спиртомірів, які використовують для визначення вмісту етилового спирту.
2. Від чого залежить відносна густина водно-спиртового розчину?
3. Як і в чому градуйовані шкали скляних спиртомірів?
4. За яких умов покази спиртоміра вказують на дійсну міцність водно-спиртового розчину і коли для визначення цього показника використовують спеціальні таблиці?
5. Методика визначення міцності водно-спиртового розчину за допомогою скляного спиртоміра.
6. Техніка визначення вмісту спирту рефрактометричним методом.
7. Охарактеризуйте залежність значення коефіцієнта заломлення від вмісту спирту в розчині.
8. Чому для визначення вмісту спирту застосовують виключно прецизійні рефрактометри та як градуйована їх шкала вимірювання?
9. З якою метою здійснюють перегонку спирту з пива?
10. Як впливають сухі речовини пива на визначення дійсного вмісту спирту скляним спиртоміром?
11. Яким чином запобігти втратам спирту під час його перегонки із пива?
12. Як розраховують концентрацію початкового сусла?

13. На чому базуються хімічні методи визначення спирту? Напишіть відповідні хімічні реакції.

14. Техніка визначення вмісту спирту дихроматно-йодометричним методом.

15. В яких межах повинна знаходитись концентрація спирту в розчині при застосуванні дихроматно-йодометричного методу?

16. Основні переваги і недоліки дихроматно-йодометричного методу визначення вмісту спирту порівняно з іншими методами.

17. Визначити за допомогою спиртомірних таблиць дійсний вміст спирту, якщо температура розчину і покази спиртоміра відповідно становлять: 1) 12° С і 86,5; 2) 25,2° С і 68,4; 3) 31,2° С і 89,3.

18. З якою метою і як визначається об'єм безводного спирту?

19. Розрахувати об'єм безводного спирту в збірнику місткістю 10000 дм³, якщо температура і вміст спирту відповідно дорівнюють: 1) 20° С і 96,0 % об.; 2) 26,3° С і 97,2 % об.

7. МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ АЗОТУ І КЛЕЙКОВИНИ

7.1. Визначення кількості і якості клейковини

Під *клейковиною* розуміють гідратовані білкові драглі, які отримують під час відмивання їх водою з пшеничного тіста. Клейковина на 80-85 % складається з білків гліадину і глютеніну, а також жиру (2-4 %) , вуглеводів (7-9 %), мінеральних солей (1-2 %), клітковини (1-2 %). Кількість "сирої" клейковини перебуває в межах 20-40 %. Клейковина внаслідок своїх фізичних властивостей (еластичності, розтяжності) суттєво впливає на хлібопекарські та макаронні властивості борошна. Основні вимоги до її якості наведено в табл. 7.

Метою роботи є опанування методом визначення кількості і якості клейковини та оцінювання відповідності проаналізованих зразків вимогам стандарту.

Метод базується на вимиванні клейковини водою з тіста з наступним визначенням відсоткового її вмісту в борошні, кольору, еластичності і розтяжності.

Прилади, посуд і реактиви: порцелянова ступка, скляна пластина, ваги лабораторні загального призначення, хімічний стакан місткістю 200-250 см³, лінійка, мірний циліндр місткістю 25 см³, таз, розчин йоду концентрацією 0,1 моль/дм³.

Таблиця 7

Показники якості клейковини

Група	Колір	Еластичність	Розтяжність
I – клейковина хороша	Світлий або з жовтим відтінком	Хороша	Середня або довга
II – клейковина	Світний або з сірим	Хороша або задовільна	Коротка

задовільна міцна	відтінком		
або задовільна слабка	Світний або з сірим відтінком	Задовільна	Середня або довга
III – клейковина незадовільна міцна	Темний	Нееластична або крихка	Коротка
або незадовільна слабка	Темний	Нееластична, провисає при розтягуванні	Сильно розтягується

Техніка аналізу. Беруть наважку борошна масою 25,00 г, переносять її в порцелянову ступку, додають 13 см³ водопровідної води з температурою 18-20° С і замішують тісто до однорідної маси. Після закінчення замішування тісто добре обминають руками і скатують у вигляді кульки, кладуть у хімічний стакан, який накривають скляною пластиною. Тісто витримують 20 хв. при кімнатній температурі, потім опускають у таз, в якому налито 1-2 дм³ води температурою 18-20° С і, розминаючи тісто руками, вимивають крохмаль та оболонки.

Промивну воду змінюють 3-4 рази по мірі накопичення в ній крохмалю і оболонок, проціджують її крізь густе шовкове сито для затримання частинок клейковини. Коли основна маса крохмалю буде відмита і клейковина стане зв'язаною та пружною, промивання здійснюють більш енергійно, поки промивна вода не стане прозорою.

Щоб упевнитись у повноті відмивання клейковини, до краплі води, віджатої з клейковини, додають краплю розчину йоду. Відсутність блакитного забарвлення свідчить про повне вимивання крохмалю з тіста.

Відмиту клейковину добре віджимають від води руками, доки вона не стане прилипати до рук. Потім її зважують з точністю до 0,01 г і повторно промивають протягом 5 хв. під струменем води, віджимають і зважують. Промивання закінчують, якщо різниця між двома зважуваннями не буде більшою 0,10 г. Вміст клейковини (Кл) виражають у відсотках до маси борошна за формулою:

$$K_l = \frac{M_k \times 100}{M_b} \%, \quad (7.1)$$

де: M_k – маса сирової клейковини, г;

M_b – маса борошна, г.

Відмиту клейковину оцінюють органолептично за її кольором і фізичними властивостями.

Колір клейковини визначають перед зважуванням і характеризують термінами "світла", "сіра", "темна".

Розтяжність (властивість розтягуватись у довжину) та *еластичність* (властивість відновлювати первинну форму після зняття розтягуючого зусилля) клейковини визначають після визначення її кольору та кількості.

З остаточно відмитої і зваженої клейковини беруть наважку масою 4,00 г. Зважену наважку обминають 3-4 рази і роблять з неї кульку, яку кладуть у стакан з водою при температурі 18-20° С на 15 хв. Після цього її рівномірно

розтягують над лінійкою до розриву. Час розтягування не повинен перевищувати 10 с. У момент розриву клейковини на лінійці відмічають довжину, на яку розтягнулась кулька. За розтяжністю клейковину характеризують як *коротку* – до 10 см, *середню* – від 10 до 20 см і *довгу* – більше 20 см.

Про еластичність клейковини роблять висновок за її поведінкою після визначення розтяжності. Для визначення еластичності шматочок клейковини розтягують на 2 см над лінійкою і відпускають (або шматочок клейковини здавлюють між великим і вказівним пальцями і відпускають). За ступенем і швидкістю поновлення первинної форми шматочка клейковини судять про її еластичність. Клейковина *високої еластичності* розтягується досить добре, а після зняття розтягуючого зусилля (або після надавлювання пальцями) майже повністю відновлює свою початкову довжину або форму.

Клейковина *незадовільної еластичності* зовсім не відновлює свою первинну форму після зняття розтягуючого зусилля; розтягується мало з частковими розривами окремих шарів клейковини і після зняття розтягуючого зусилля швидко стискується (пружна, нееластична).

Клейковина *задовільної еластичності* займає проміжне положення між хорошою і незадовільною.

7.2. Визначення вмісту амінного азоту у пивному суслі йодометричним методом по Попу і Стівенсу (мідним способом)

Азот входить в склад білків, нуклеопротеїдів, фосфопротеїдів, міститься у всіх рослинах у вигляді азотистих речовин. По здатності випадати в осад під дією різних осадників азотисті речовини ділять на дві основні групи: білкові і небілкові азотисті речовини або білковий та небілковий азот. Білковим азотом багаті зернові культури, в яких білки займають друге місце після крохмалю. Із загального вмісту азотистих речовин в зерні (9-17 % в перерахунку на суху речовину) частка білків становить 85-95 %. В бульбах картоплі міститься 2-3 % азотистих речовин, з них до 50 % білків. В продуктах переробки рослинної сировини азотисті речовини представлені в основному небілковим азотом, продуктами розпаду білків (пептидами, амінокислотами), а також солями аміаку, азотистими основами, амідами кислот. Так, в мелясі вміст небілкового азоту складає біля 90 % від всіх азотистих речовин.

В процесі виробництва харчових продуктів частина білків зернової сировини під дією ферментів гідролізується до пептонів, пептидів і амінокислот, які впливають на якість готового продукту. Амінокислоти є основним джерелом азотистого живлення мікроорганізмів. Вони приймають участь в утворенні ароматичних і барвних речовин, вищих спиртів, тощо. Пептони і пептиди надають пиву і квасу пінистість і повноту смаку.

Під загальним азотом розуміють суму білкового та небілкового азоту. Знаючи вміст загального азоту і помноживши отримане значення на білковий коефіцієнт 6,25, розраховують вміст білку в пробі. Визначений таким чином білок називають «сирим» протеїном тому, що він враховує вміст всіх з'єднань,

в яких є азот. Основним методом визначення азоту в органічних з'єднаннях є метод К'ельдаля.

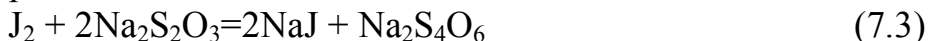
Амінним називається азот, який входить до вільних аміногруп ($-\text{NH}_2$) амінокислот та інших продуктів гідролізу білків. Його визначають при вивченні активності протеолітичних ферментів, складу форм азотистих з'єднань в сировині, напівпродуктах і товарній продукції, а також в інших випадках, наприклад, при вивченні реакції утворення меланоїдинів, тощо.

В основі методу К'ельдаля лежить здатність амінокислот утворювати розчинні з'єднання з міддю, кількість якої визначають йодометричним титруванням. Суть методу полягає в тому, що до слабо лужного розчину амінокислот додають надлишок суспензії ортофосфату міді $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2$ у боратному буферному розчині. При цьому утворюються розчинні мідні з'єднання. Для їхнього відділення від нерозчинного ортофосфату міді суміш фільтрують. Потім до фільтрату прибавляють оцтову кислоту, яка відщеплює мідь від комплексного з'єднання і перетворюється в ацетат міді.

Для визначення кількості міді, яка брала участь в реакції, до розчину добавляють йодид калію:



В результаті реакції виділяється йод в кількості, еквівалентній кількості міді, а відповідно, і азоту амінокислот, який відтитровують розчином тіосульфату натрію:



1 cm^3 0,01 н розчину тіосульфату натрію відповідає 0,28 мг амінного азоту, оскільки один атом міді реагує з двома молекулами амінокислот, утворюючи з'єднання типу $\text{Cu}(\text{RCHNH}_2\text{COO})_2$.

Прилади, посуд і реактиви: мірні колби місткістю 50 і 100 cm^3 , піпетки місткістю 5 і 10 cm^3 , мірний циліндр місткістю 50 cm^3 , конічна колба місткістю 100 cm^3 , мікробюретка місткістю 2 cm^3 , розчин хлориду міді (27,3 г солі розчиняють в 1 dm^3 води); розчин фосфату натрію (64,5 г гідроортофосфату натрію NaHPO_4 розчиняють в 500 cm^3 дистильованої води, звільненої від CO_2 , добавляють 7,2 г гідроксиду натрію і після розчинення доливають водою до 1 dm^3); боратний буферний розчин (57,21 г бури розчиняють в 1,5 dm^3 води, додають 100 cm^3 розчину соляної кислоти концентрацією 1 моль/ dm^3 і доводять водою до 2 dm^3); суспензія фосфату міді (один об'єм розчину хлориду міді змішують з двома об'ємами розчину фосфату натрію і добавляють два об'єми боратного буферного розчину; суспензія зберігається не більше 3 днів); розчин тимолфталейну (0,25 г індикатору в 100 cm^3 50%-го спирту); розчин тіосульфату натрію концентрацією 0,01 моль/ dm^3 ; 1 %-й розчин крохмалю; 80 %-на або крижана оцтова кислота; розчин гідроксиду натрію концентрацією 1 моль/ dm^3 ; 10 %-й розчин йодиду калію.

Техніка аналізу. В мірну колбу місткістю 50 cm^3 піпеткою вносять 5 cm^3 дослідного розчину, додають 3-4 краплі індикатору тимолфталейну і по краплям розчин гідроксиду натрію концентрацією 0,1 моль/ dm^3 до появи блідно-блакитного забарвлення. До слабо лужного розчину із циліндра при перемішуванні порціями обережно приливають 30 cm^3 суспензії ортофосфату

міді, вміст колби доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і фільтрують через паперовий фільтр. Фільтрат повинен бути прозорим.

10 см³ абсолютно прозорого фільтрату піпеткою переносять в фарфорову чашку або конічну колбу, додають 0,5 см³ 80%-ї оцтової кислоти (підкислюють) і 10 см³ розчину йодату калію. Після перемішування йод, що виділився, титрують із мікробюретки розчином тіосульфату натрію концентрацією 0,01 моль/дм³. В кінці титрування до розчину додають 1-2 краплини розчину крохмалю. Кінець титрування визначають по зникненню синього забарвлення від однієї краплі тіосульфату натрію.

При прийнятому розбавленні кількість амінного азоту в 10 см³ фільтрату отримують множенням маси тіосульфату натрію, витраченого на титрування, на 0,28. З урахуванням розчинення це відповідає 1 см³ сусла. Вміст амінного азоту X розраховують за рівнянням:

$$X = \frac{a \times 0,28 \times b \times 10 \times 100}{50} \text{ мг в } 100 \text{ см}^3 \text{ сусла}, \quad (7.4)$$

де а – кількість розчину тіосульфату натрію концентрацією 0,01 моль/дм³, витраченого на титрування, см³;

б – об'єм дослідної рідини, взятий на аналіз, см³.

Приклад. На аналіз взято 10 см³ пивного сусла. На титрування йоду, що виділився, в 10 см³ фільтрату витрачено 1,16 см³ 0,01 н розчину тіосульфату натрію. Тоді в 100 см³ пивного сусла міститься

$$X = \frac{1,16 \times 0,28 \times 10 \times 10 \times 100}{50} = 16,24 \text{ мг амінного азоту.}$$

Йодометричний метод визначення сумарної кількості амінокислот відрізняється продуктивністю і простотою і може бути рекомендований для оперативного контролю технологічних процесів бродильних виробництв.

Запитання для самоперевірки

1. Вимоги до вмісту клейковини в борошні вищого і першого ґатунку.
2. Хімічний склад клейковини борошна.
3. Техніка визначення вмісту клейковини.
4. Як визначається повнота вимивання крохмалю із тіста?
5. Техніка визначення еластичності клейковини.
6. Техніка визначення розтяжності клейковини.
7. Якими сполуками представлений загальний і аміний азот? Їх значення в технології бродильних виробництв.
8. Що розуміють під “сирим” протеїном і як його визначають?
9. З якою метою використовують метод К'ельдаля і на чому він базується?
10. Сутність йодометричного методу визначення амінного азоту.
11. Техніка визначення амінного азоту у пивному суслі.

8. ВИЗНАЧЕННЯ ПІДЙОМНОЇ СИЛИ І ОСМОЧУТЛИВОСТІ

ДРІЖДЖІВ МЕТОДОМ СПЛИВАННЯ КУЛЬКИ ТІСТА

Підйомна сила характеризує ферментативну активність дріжджів в тісті, а *осмочутливість* – зміну активності залежно від концентрації в розчинах кухарської солі. Підйомна сила дріжджів, визначена за стандартною методикою, має бути не більше, ніж 75 хв.

В основу методу визначення підйомної сили дріжджів покладено властивість кульки тіста спливати на поверхню води внаслідок утворення діоксиду вуглецю під час зброджування цукрів борошна.

Осмочутливість знаходять за різницею часу спливання кульки тіста у воді і сольовому розчині.

Метою роботи є опанування методами визначення підйомної сили і осмочутливості дріжджів методом спливання кульки тіста і оцінювання відповідності проаналізованих зразків вимогам стандартів.

Посуд і реактиви: термостат, ваги лабораторні загального призначення, хімічний стакан місткістю 200-250 см³, борошно пшеничне другого ґатунку, 3,35%-й розчин кухарської солі, порцелянова чашка.

Техніка аналізу. Зважують дві наважки дріжджів масою 0,31 г кожна. До однієї наважки додають 4,8 см³ водопровідної води, підігрівають до температури 35° С, ретельно перемішують у порцеляновій чашці або у хімічному стакані, додають пшеничне борошно другого ґатунку масою 6,5-7,5 г (залежно від вологості), швидко замішують тісто і надають йому форму кульки. Кульку занурюють у стакан з водою температурою 35° С і ставлять у термостат для підтримання температури 35° С. Засікають час у хвиликах від моменту опускання до підйому (спливання) кульки на поверхню води.

Другу наважку дріжджів змішують з 4,8 см³ 3,35%-го розчину солі, підігрівають до температури 35° С. Далі аналіз виконують, як і з першою наважкою. Тривалість часу в хвиликах між опусканням і спливанням кульки тіста, помножений на емпіричний коефіцієнт (табл. 8), вказує на величину підйомної сили за стандартним методом.

Таблиця 8

Значення емпіричних коефіцієнтів для розрахунку підйомної сили, визначеної за методом спливання кульки тіста

Час спливання кульки тіста, хв.	до 9	10	11	12	13	14	15 і більше
Коефіцієнт перерахунку	4,50	4,20	4,00	3,90	3,80	3,75	3,70

Різниця між величинами підйомної сили, визначеної в тісті з кухарською сіллю та без неї, характеризує осмочутливість дріжджів. Чим менша різниця, тим вища осмочутливість дріжджів і навпаки.

Питання для самоперевірки

1. Що характеризує підйомна сила дріжджів?

2. Техніка визначення підйомної сили дріжджів.
3. Техніка визначення осмочутливості дріжджів.
4. Що спільного і відмінного у визначенні підйомної сили та осмочутливості дріжджів?

9. МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ВУГЛЕВОДІВ

Метою робіт є опануванням поляриметричним та хімічним методами визначення цукрів, порівняння їх між собою і оцінювання відповідності проаналізованих зразків вимогам стандартів.

9.1. Визначення вмісту сахарози в мелясі поляриметричним методом

Метод заснований на здатності цукрів меляси обертати площину поляризації поляризованого світла. Щоб отримати правильні результати, з розчину меляси необхідно видалити білки та інші оптично активні сполуки.

Прилади, посуд і реактиви: сахариметр, ваги лабораторні загального призначення, конічна колба, мірна колба місткістю 100 см³, шпатель, лійки, розчини реактивів Герлеса I та Герлеса II, естер.

Техніка аналізу. Нормальну наважку меляси масою 26,00 г за допомогою теплої дистильованої води переводять у мірну колбу місткістю 100 см³, охолоджують до температури 20° С. Потім додають для освітлення по 15 см³ кожного з розчинів Герлеса. Суміш перемішують, піну гасять естером і доводять до мітки дистильованою водою. Розчин знову перемішують і фільтрують у суху колбу. Перші каламутні порції фільтрату повертають на фільтр доти, поки розчин не стане прозорим.

Прозорим розчином заповнюють поляриметричну трубку на 200 мм і поляризують не менше трьох разів. Покази сахариметру вказують на вміст сахарози у відсотках у пробі дослідної меляси.

Якщо наважка меляси, отриманий розчин меляси або довжина поляриметричної трубки відрізняються від нормальних, отримане значення кута обертання множать на відповідні коефіцієнти.

Приклад. Об'єкт аналізу: зразок меляси № 10. На аналіз взято 13,0 г меляси (півнормальна наважка), яка розчинена в 100 см³ дистильованої води. Кут обертання площини поляризації визначали в півнормальній поляриметричній трубці три рази і отримали покази шкали поляриметра: 12,4, 12,6, 12,2. Середнє значення $(12,4+12,6+12,2)/3 = 12,4$. Отже, вміст сахарози в мелясі $12,4 \times 2 \times 2 = 49,6 \%$.

9.2. Визначення вмісту крохмалю в зерні поляриметричним методом Еверса

Крохмаль є основним компонентом зернових культур. Його вміст складає 38 - 56 %.

Суть методу полягає в переведенні нерозчинного крохмалю борошна в розчинний шляхом підігріву розчину в присутності розбавленої соляної кислоти. Отриманий розчин поляризують і за кутом обертання площини поляризації, а також відомим питомим обертанням розраховують вміст крохмалю. Для отримання точних результатів перед проведенням поляризації з дослідного розчину попередньо видаляють супутні крохмалю оптично-активні речовини, які вносять похибку (головним чином, білки).

Прилади, посуд і реактиви: сахариметр СУ-4, мірна колба Кольрауша з розширеним горлом місткістю 100 см³, ваги лабораторні загального призначення, хімічний стакан місткістю 500 см³, піпетки місткістю 1 і 25 см³, фільтр паперовий складчастий, 1,124 %-й розчин соляної кислоти, 10 %-ний розчин молібденовокислого амонію.

Техніка аналізу. На вагах зважують наважку борошна масою 5,00 г, яку через лійку пересипають у мірну колбу місткістю 100 см³. Далі у колбу додають 25 см³ 1,124%-ого розчину соляної кислоти. Вміст колби перемішують до отримання гомогенізованої суспензії і додають 25 см³ 1,124 %-ї соляної кислоти, змиваючи при цьому крупинки борошна із стінок колби.

Суміш ретельно перемішують, щоб утворилась однорідна суспензія, і ставлять у киплячу водяну баню на 15 хв. Перші 3 хв. вміст колби безперервно перемішують, а через 15 хв. колбу виймають, вливають в неї 40 см³ дистильованої води, перемішують і швидко охолоджують до температури 20° С.

Для освітлення розчину і осадження білків в колбу додають 4-6 см³ молібденовокислого амонію, вміст колби доводять до мітки, ретельно перемішують і фільтрують через сухий складчастий фільтр в суху колбу. Для запобігання випаровуванню води при фільтруванні лійку накривають склом. Першу порцію фільтрату повертають на фільтр. Прозорим фільтратом спочатку ополіскують поляризаційну трубку довжиною 200 мм, а потім заповнюють її таким чином, щоб після зрізу рідини склом в трубці не лишилось бульбашки повітря. Дослідний розчин негайно аналізують, знімають покази сахариметра, оскільки з часом фільтрат мутніє.

Після першого визначення поляризаційну трубку послідовно заповнюють двома наступними порціями фільтрату. Всього треба зняти не менше трьох показів шкали поляриметра, розходження між якими не повинні перевищувати 0,1 градуса. За остаточний результат приймають середнє арифметичне трьох вимірів. Вміст крохмалю K_p розраховують за формулою, %;

$$K_p = P \times K, \quad (9.1)$$

де P – покази поляриметра, %;

K – коефіцієнт Еверса для зернової культури, що аналізується (для пшениці – 1,898, ячменю – 1,912, жита – 1,885, кукурудза – 1,879, овесу – 1,912, картоплі – 1,775).

Приклад. На аналіз взято борошно пшениці. Покази поляриметра відповідно становлять: 28,2; 28,0; 28,1 °S.

Середнє значення $(28,2 + 28,0 + 28,1)/3 = 28,1$ °S.

Вміст крохмалю в борошні в перерахунку на повітряно-суху речовину
 $K_p = 28,1 \times 1,898 = 53,33 \%$.

9.3. Визначення вмісту мальтози у пивному суслі методом Бертрана

Хімічні методи ґрунтовані на окисненні вільної альдегідної або кетонної групи цукрів оксидами важких металів. Оксиди металів, окислюючи цукор, самі при цьому відновлюються. Цукри, що здатні відновлювати окислювачі, називають редукуючими. Редукуючі речовини – це сума редукуючих вуглеводів та інших сполук, що мають відновну здатність відносно реагентів, що використовуються для їх кількісного визначення. До редукуючих вуглеводів, зокрема, відносяться всі моносахариди, інвертний цукор, мальтоза, мальтотриоза та деякі інші продукти гідролізу крохмалю.

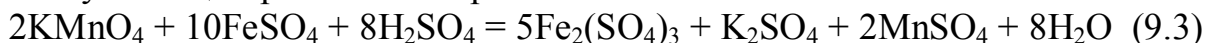
Швидкість процесу окислення і склад продуктів реакції насамперед залежать від активності окислювача, реакції середовища (рН) і його температури. Вирішальне значення для окислення має рН середовища. В кислому середовищі моносахариди порівняно стійкі, тоді як лужне середовище само по собі сприяє глибокому розпаду молекули цукру. Тому у всіх хімічних методах реакцію окислення цукрів проводять в лужному середовищі.

Іони важких металів прискорюють реакцію окислення. Як каталізатори, вони активують кисень повітря і переносять його на молекулу цукру, причому зворотно змінюється їх валентність. Найбільш активними каталізаторами є іони міді, слабкіше діють іони заліза, ще більш слабо – іони йоду. Залежно від активності окислювача і умов протікання реакції окислення альдоз і кетоз досягає різних стадій.

Суть методу Бертрана полягає в тому, що на аналіз беруть однакові об'єми (по 20 см³) розчинів Фелінга I, Фелінга II і цукру. Загальний об'єм суміші повинен бути завжди рівний 60 см³. Суміш кип'ятять точно 3 хв. Утворений червоний осад оксиду міді (I) відфільтровують, промивають і розчиняють сульфатом заліза (III) (замість сульфату заліза часто використовують сульфат амонію–заліза (III) (галун) в присутності сірчаної кислоти. При цьому оксид міді (I) кількісно окислюється тривалентним залізом, відновлюючи його в двоховалентне за рівнянням:



Кількість сульфату заліза (II), яке еквівалентне кількості оксиду міді (I), визначають титруванням перманганатом калію, який окислює його в сульфат заліза (III). Про закінчення реакції свідчить поява рожевого забарвлення розчину. Реакції протікають за рівнянням:



За кількістю перманганату калію, витраченого на титрування, користуючись довідковими таблицями, визначають масову частку редукуючих речовин.

Титр перманганату калію по міді знаходять за рівняннями реакцій 9.2 і 9.3. Для розчину перманганату калію концентрацією 0,1 моль/дм³ титр розраховують наступним чином: в рівнянні 9.2 два атоми заліза (III) окислюють

два атоми міді, а в рівнянні 9.3 дві молекули перманганату калію окислюють 10 атомів заліза (II). Таким чином, дві молекули перманганату калію відповідають також 10 атомам міді, тобто $2\text{KMnO}_4 - 10\text{Cu}$ або в грамах ($2 \times 158,05 - 10 \times 63,55$).

Грам-еквівалент KMnO_4 по міді складає $158,05 \times 5 = 31,6$ г або $1 \text{ см}^3 0,1 \text{ н}$ розчину містить 0,00316 г перманганату калію. Із пропорції

$$\begin{array}{rcl} 2 \times 158,05 & - & 10 \times 63,55 \\ 0,00316 & - & X \end{array}$$

знаходимо титр перманганату калію по міді:

$X = 0,00316 \times 10 \times 63,55 / (2 \times 158,05) = 0,00636$ г, або 1 см^3 розчину перманганату калію концентрацією 0,1 моль/дм³ відповідає 6,36 мг міді. Помноживши кількість перманганату калію, витраченого на титрування розчину сульфату заліза(II), на 6,36, визначають кількість міді, відновленої при окисленні цукру. За визначеною кількістю міді у спеціальних таблицях знаходять кількість дослідного цукру.

Для зручності розрахунку в практиці використовують розчин перманганату калію, титр якого по міді дорівнює 10 мг. Концентрація такого розчину розрахована також із співвідношення $2\text{KMnO}_4 - 10\text{CuO}$. Складемо пропорцію:

$$\begin{array}{rcl} 2 \times 158,05 & - & 10 \times 63,55 \\ X & - & 0,01 \end{array}$$

і знайдемо, скільки солі повинен містити 1 см^3 розчину:

$$X = 2 \times 158,05 \times 0,001 / (10 \times 63,55) = 0,00498 \text{ г} \approx 0,005 \text{ г або в } 1 \text{ дм}^3 \text{ } 5 \text{ г.}$$

Титр цього розчину перевіряють по наважці 0,4965 г щавлевої кислоти. Її розчиняють в 25 см^3 дистильованої води, додають 10 см^3 сірчаної кислоти, розбавленої в співвідношенні 1:1, суміш нагрівають до кипіння і титрують перманганатом калію до рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 30-50 секунд. Якщо розчин приготовлений вірно, на титрування щавлевої кислоти витрачується 50 см^3 .

Фільтри для відділення осаду оксиду міді (I) зазвичай працюють під розрідженням. Скляну лійку з пористою перегородкою, на якій знаходиться невеликий (біля 1 см) шар волокнистого азбесту, через гумову пробку щільно вставляють в колбу Бунзена і підключають до вакуум-насоса.

В дослідній пробі повинно бути не менше 10 і не більше 100 мг цукру. При малому вмісті цукру в пробі (коли на титрування витрачається $1-2 \text{ см}^3$ розчину перманганату калію) результати аналізу дають велику похибку. Тому дослід повторюють з більш концентрованим цукровим розчином. При великому вмісті цукру може не хватити кількості міді у фелінговій рідині на окислення всього цукру (синє забарвлення розчину зникає). В таких випадках на аналіз беруть не 20 см^3 цукрового розчину, а $5-10 \text{ см}^3$ і відповідно додають $15-10 \text{ см}^3$ дистильованої води, щоб загальний об'єм суміші зберігся, або готують новий розчин з меншим вмістом цукру. Оптимальний вміст цукру в пробі повинен складати 40-60 мг (0,2-0,3 %-ва концентрація).

Метод Бертрана визначення масової частки редукуючих речовин має низку суттєвих недоліків: для визначення потрібно мати два реактиви Фелінга I

і ІІ; недостатня точність методу, оскільки частина оксиду міді (І) утворюється в результаті окислення сахарози в сильно лужному середовищі (в присутності гідроксиду натру); складне фільтрування через азбестовий фільтр під розрідженням, промивання осаду Cu_2O (з можливими втратами внаслідок окислення) і розчинення в розчині тривалентного заліза, що потребує значного часу, достатніх навичок і кваліфікації виконавців.

Його перевагами є більш висока точність результатів аналізу порівняно з іншими відомими методами. Тому метод широко застосовується на виробництві.

Виробничі середовища зазвичай містять суміш простих і складних сахаридів. Так, в пивному суслі окрім мальтози присутні глюкоза, мальтозоподібні цукри з 3-6 залишками глюкози в молекулі і низькомолекулярні декстрини. Ці продукти гідролізу крохмалю значно різняться за молекулярною масою, але всі вони мають тільки по одній вільній альдегідній групі. Тому хімічним методом можливо визначати дійсний вміст цукрів тільки після попереднього гідролізу складних цукрів до моносахаридів. Але у повсякденному технохімічному контролі для прискорення аналізу цього не роблять, а результати прямого визначення редукуючої здатності суслу об'єднують під загальною назвою «сира мальтоза».

Прилади, посуд і реактиви: установка для фільтрування, пісковий годинник на 3 хв., піпетки місткістю 5, 10 і 20 cm^3 , мірні циліндри на 20 cm^3 , мірна колба місткістю 250 cm^3 , конічні колби місткістю 150 cm^3 , колби Бунзена, скляна паличка, розчини Фелінга І (розчин сульфату міді (ІІ) і Фелінга ІІ (сігнетова сіль), кислий розчин галуна залізоамонійного або сульфату заліза (ІІІ), титрований розчин перманганату калію, дистильована вода.

Техніка аналізу. При вмісті СР в суслі 12-16 % його розбавляють водою у 25 разів. Для цього піпеткою відміряють 10 cm^3 у мірну колбу на 250 cm^3 , об'єм доводять до мітки дистильованою водою і отриманий розчин ретельно перемішують. У конічну колбу піпеткою відміряють 20 cm^3 отриманого розчину і мірними циліндрами по 20 cm^3 розчинів Фелінга І і ІІ. Для кожного розчину використовують окремий циліндр. Суміш перемішують, нагрівають і кип'ятять 3 хв. За момент початку кип'ятіння приймають появу бульбашок на всій поверхні рідини. Після закінчення кип'ятіння утвореному осаду дають відстоятися протягом 1-2 хв. і починають фільтрування.

Під час фільтрування можливі як механічні втрати осаду, так і втрати за рахунок окислення киснем повітря. Тому рідину треба зливати на фільтр обережно по скляній паличці, намагаючись не переносити осад на фільтр, тому що на фільтрі осад гірше розчинюється. Для запобігання окиснення міді осад у колбі і на фільтрі завжди тримають під шаром рідини.

Після повного зливу блакитної рідини із колби в колбу відразу наливають 20-60 cm^3 гарячої дистильованої води і дають осаду відстоятися. Далі промивну воду декантацією переводять на фільтр, в якому повинна бути відсутня блакитна рідина. Промивання осаду гарячою водою повторюють 2-3 рази. Після промивання осад у колбі розчиняють, додаючи до нього 15-20 cm^3 кислого розчину галуна залізоамонійного або сульфату заліза (ІІІ). При цьому

ретельно обмивають розчинником стінки колби для розчинення прилиплених до них крупинок осаду. Розчин у колбі набуває яскраво-зеленого кольору.

Після фільтрування останньої порції промивної води приймальну колбу під фільтром міняють на чисту, а розчин сульфату заліза із конічної колби обережно по паличці переносять на фільтр. Для прискорення розчинення осаду на фільтрі верхній шар фільтрувальної маси розмішують паличкою. При повному розчиненні осаду чорні крупинки міді зникають з поверхні фільтру. Далі конічну колбу разом з фільтром 5-6 разів промивають холодною дистильованою водою, для чого кожний раз у колбу наливають по 20-30 см³ води, ополіскують стінки колби, зливаючи ополіски на фільтр. Після того, як вся вода пройде крізь фільтр, операцію повторюють. Закінчивши промивання, фільтрат відразу титрують розчином перманганату калію до зміни зеленуватого забарвлення на рожеве. Перехід кольору чітко відбувається при додаванні однієї надлишкової краплі перманганату калію. Розходження між двома паралельними титруваннями при витраті 6-8 см³ перманганату калію повинно бути не більше 0,05 см³.

Паралельно із основним аналізом проводять визначення поправки на реактиви. Визначення проводять так само, як і основний аналіз, але замість основного розчину беруть 20 см³ дистильованої води. Поправку виражають у см³ розчину перманганату калію і віднімають її від об'єму перманганату калію, витраченого на титрування в основному досліді. Отриману різницю множать на титр перманганату калію і отримують кількість міді (в мг), яка відновлена цукром. По табл. 9 знаходять значення мальтози, яке відповідає розрахованій кількості міді. Якщо в таблиці відсутнє відповідне значення, його знаходять інтерполяцією двох найближчих значень.

При прийнятому розведенні вміст мальтози X в нерозбавленому суслі (в г на 100 см³) розраховують за формулою:

$$X = \frac{a \times 250 \times 100}{20 \times 10 \times 1000} \text{ г в } 100 \text{ см}^3 \text{ сусла}, \quad (9.4)$$

де a – кількість мальтози в 20 см³ розчину сусла, мг;

250 – загальний об'єм розчину сусла, см³;

100 – коефіцієнт перерахунку на 100 см³ вихідного сусла;

20 – об'єм сусла, взятого на аналіз, см³;

10 – об'єм вихідного сусла, взятого на аналіз, см³;

1000 – коефіцієнт перерахунку мг в г.

Приклад. На аналіз взято 10 см³ вихідного сусла в колбу на 250 см³, а на визначення мальтози – 20 см³ отриманого розчину сусла. На титрування витрачено 8,85 см³ перманганату калію, титр якого по міді дорівнює 10 мг. Поправка на реактиви – 0,1 см³. Кількість міді, відновленої цукрами

$$(8,85 - 0,1) \times 10 = 87,5 \text{ мг.}$$

По табл. 9 88,3 мг міді відповідають 81 мг мальтози, а 87,2 мг міді – 80 мг мальтози. Після інтерполяції знаходимо, що 87,5 мг міді відповідають 80,3 мг мальтози. Тоді, вміст мальтози у 100 см³ вихідного сусла дорівнює:

$$X = \frac{80,3 \times 250 \times 100}{20 \times 10 \times 1000} = 10,4 \text{ г в } 100 \text{ см}^3 \text{ сусла},$$

Таблиця 9

Визначення вмісту мальтози по кількості відновленої міді за методом Бертрана

Кількість мальтози, мг	Відновлено міді, мг	Кількість мальтози, мг	Відновлено міді, мг	Кількість мальтози, мг	Відновлено міді, мг
10	11,2	41	45,2	72	78,6
11	12,3	42	46,3	73	79,7
12	13,4	43	47,4	74	80,8
13	14,5	44	48,5	75	81,8
14	15,6	45	49,5	76	82,9
15	16,7	46	50,5	77	84,0
16	17,8	47	51,7	78	85,1
17	18,9	48	52,8	79	86,1
18	20,0	49	53,9	80	87,2
19	21,1	50	55,0	81	88,3
20	22,2	51	56,1	82	89,4
21	23,3	52	57,1	82	90,4
22	24,4	53	58,2	84	91,5
23	25,5	54	59,3	85	92,6
24	26,6	55	60,3	86	93,7
25	27,7	56	61,4	97	94,8
26	28,9	57	62,5	88	95,8
27	30,0	58	63,5	89	96,9
28	31,1	59	64,6	90	98,0
29	32,2	60	65,7	91	99,0
30	33,3	61	66,8	92	100,1
31	34,4	62	67,9	93	101,1
32	35,5	63	68,9	94	102,2
33	35,5	64	70,0	95	103,2
34	37,6	65	71,1	96	104,2
35	38,7	66	72,2	97	105,3
36	39,8	67	73,3	98	106,3
37	40,9	68	74,3	99	107,4
38	41,9	69	75,4	100	108,4
39	43,0	70	76,5		
40	44,1	71	77,6		

9.4. Визначення вмісту мальтози у пивному суслі методом, заснованим на окисненні альдоз йодом (йодометричним методом)

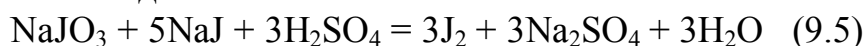
Метод розроблений Вільштетером і Шудлем. В основі методу лежить реакція окислення альдегідної групи цукрів у відповідну одноосновну кислоту. Наприклад, глюкоза окислюється в глюконову кислоту за рівнянням



За наведеним рівнянням процес окислення цукрів проходить лише в слабо лужному середовищі при кімнатній температурі. Луг додають в кількості, достатній для нейтралізації утвореної кислоти. При цьому лужність середовища не повинна перевищувати рН 9. Кетони в таких умовах не окислюються, що дозволяє визначати глюкозу в присутності фруктози.

В сильно лужному середовищі і при підвищеній температурі альдози окислюються в двохосновні кислоти, проходить також окислення кетоз, тому результати аналізу суттєво завищуються.

Кількість окисленого цукру визначають по різниці між об'ємом розчину йоду, взятого на окислення цукру, і об'ємом його надлишку. Надлишок йоду визначають титруванням тіосульфатом натрію в кислому середовищі в присутності крохмалю. Кислоту перед титруванням додають в точно визначеній кількості, оскільки в сильно кислому середовищі йодид і йодат натрію, що утворилися при окисненні цукрів, вступають в реакцію з кислотою і виділяють вільний йод:



Йод, що виділився, відтитровують тіосульфатом натрію, що приводить до сильного занижування результатів аналізу.

Крохмаль додають в кінці титрування, щоб зменшити адсорбцію на ньому йоду. Вміст цукру в дослідній пробі розраховують за рівнянням реакції окислення, з якої видно, що на окислення однієї молекули цукру витрачається 2 атоми йоду. Для глюкози еквівалент по йоду рівний $180:2 = 90$ г, а для мальтози $342:2 = 171$ г, де 180 і 342 – відповідно маси молекули глюкози і мальтози. Таким чином, 1 см³ розчину йоду концентрацією 0,1 моль/дм³ еквівалентний 0,009 г глюкози і 0,0171 г мальтози.

Для аналізу готують розчини, які містять не більше 0,5 % цукру. Метод широко використовується для визначення редукуючих цукрів в суслі, визначення активності амілолітичних ферментів солоду і грибних культур, вмісту крохмалю в зерні хімічним методом.

Прилади, посуд і реактиви: конічні колби місткістю 200 см³, мірна колба місткістю 250 см³, піпетки місткістю 10, 25 і 50 см³, мірні циліндри місткістю 10 см³, розчин йоду концентрацією 0,1 моль/дм³, розчин тіосульфату натрію концентрацією 0,1 моль/дм³, розчин гідроксиду натрію концентрацією 1 моль/дм³, розчин сірчаної кислоти концентрацією 1 моль/дм³, 1 %-вий розчин крохмалю.

Техніка аналізу. В мірну колбу на 250 см³ піпеткою відмірюють 10 см³ сусла. Об'єм колби доводять до мітки дистильованою водою і перемішують. Із колби відбирають 50 см³ розчину і піпеткою переносять його в конічну колбу на 200 см³, сюди піпеткою (або із бюретки) добавляють 3 см³ розчину гідроксиду натрію концентрацією 1 моль/дм³. Колбу закривають пробкою, її вміст перемішують і ставлять в темне місце. Через 15-20 хв. до суміші додають із циліндра 4,5 см³ розчину сірчаної кислоти концентрацією 1 моль/дм³ і титрують розчином тіосульфату натрію концентрацією 0,1 моль/дм³ до світло-жовтого забарвлення. Потім додають декілька крапель розчину крохмалю і

повільно при енергійному перемішуванні по краплинам приливають розчин тіосульфату натрію до зникнення забарвлення крохмалю.

Вміст мальтози X (в г на 100 см^3) розраховують за формулою:

$$X = \frac{(a - b) \times 0,0171 \times 100 \times n}{v} \text{ г в } 100 \text{ см}^3 \text{ суслу,} \quad (9.6)$$

де a – об'єм розчину йоду концентрацією $0,1 \text{ моль/дм}^3$, взятого на реакцію окислення, см^3 ;

b – об'єм розчину тіосульфату натрію концентрацією $0,1 \text{ моль/дм}^3$, витраченого на титрування надлишку йоду, см^3 ;

n – коефіцієнт розведення суслу;

v – об'єм розчину суслу, взятий на реакцію окислення, см^3 .

Приклад. На аналіз взято 10 см^3 суслу, об'єм доведений дистильованою водою до 250 см^3 . На реакцію окислення взято 50 см^3 розбавленого дослідного розчину і 25 см^3 розчину йоду концентрацією $0,1 \text{ моль/дм}^3$. На титрування надлишку йоду пішло $13,5 \text{ см}^3$ розчину тіосульфату натрію концентрацією $0,1 \text{ моль/дм}^3$. Вміст мальтози в суслі

$$X = \frac{(25 - 13,5) \times 0,0171 \times 100 \times 25}{50} = 9,83 \text{ г в } 100 \text{ см}^3 \text{ суслу.}$$

Питання для самоперевірки

1. Кількісний та якісний склад цукрів, які містяться в зернових культурах, мелясі, картоплі.

2. Які речовини називають оптично активними і чому?

3. На чому заснований поляриметричний метод визначення вуглеводів?

4. Порядок роботи з поляриметром. Як знімають цілі й дробові покази цукроміра?

5. Яка довжина поляриметричної трубки є нормальною, півнормальною і двонормальною?

6. Як приготувати нормальний, півнормальний і двонормальний розчин меляси або цукру?

7. Чому при визначенні вмісту вуглеводів поляриметричними методами з розчину вилучають білки?

8. Техніка визначення вмісту сахарози в мелясі поляриметричним методом.

9. Який вміст сахарози в мелясі, якщо для аналізу взята наважка меляси масою $13,0 \text{ г}$ у мірну колбу місткістю 100 см^3 , вимірювання виконували в поляриметричній трубці довжиною 100 мм , а покази поляриметра - $12,3^\circ \text{S}$?

10. Техніка визначення крохмалю за методом Еверса. Яку роль виконують розчини соляної кислоти і молібдату амонію?

11. З якою метою використовують розчини соляної кислоти і молібдату амонію при визначенні вмісту крохмалю в борошні за методом Еверса?

12. Чому при переведенні крохмалю в розчин використовують низькоконцентрований розчин соляної кислоти?

13. Суть йодометричного методу визначення мальтози.

14. Техніка визначення мальтози йодометричним методом.

10. МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ МІНЕРАЛЬНИХ РЕЧОВИН

До складу мінеральних речовин сировини і продуктів бродильних виробництв входять солі кальцію, калію, натрію, магнію, заліза, сірчаної, соляної, фосфорної, кремнієвої та деяких органічних кислот, а також сліди рідких і важких металів.

Показником загальної кількості мінеральних речовин в харчових продуктах є зола. Золю називають залишок, утворений при повному спалюванні органічних речовин, що входять до складу дослідних продуктів. Значна кількість зольних макро- і мікроелементів потрапляє у виробництво з водою та розчинами поживних речовин. Вміст катіонів лужноземельних металів, головним чином, кальцію і магнію, визначають жорсткість води.

В живій клітці в макродозах знайдені Na, Mg, Ca, K, P. Натрій і калій є регуляторами осмотичного тиску; мінеральні фосфати і деякі інші солі забезпечують буферні властивості цитоплазми клітки; фосфор є основним енергетичним компонентом біосинтезу мікроорганізмів. Ряд макро- і мікроелементів (Ca, Fe, Zn, Cu, Co) входять до складу ферментів і вітамінів або являються активатором їх дії (Mg, Mn, Zn, K, Na). Деякі з них приймають активну участь в окислювально-відновлюючих процесах при витримці і дозріванні пива, вина і лікерів. Крім того, показник зольності характеризує споживацькі властивості таких продуктів, як хлібопекарські і кормові дріжджі. Тому контроль вмісту мінеральних речовин в сировині, півпродуктах і готовій продукції є необхідним.

В лабораторіях зазвичай визначають загальну золу. Із окремих елементів у бродильних виробництвах кількісно визначають лише кальцій, магній, натрій, калій і фосфор.

Під час спалювання органічних речовин отримують так звану «сиру» золу, яка складається з різних солей мінеральних кислот і оксидів ряду металів. В її склад, в основному, входять карбонати, тому її називають «карбонатною» золою. До складу «сирої» золи, крім карбонатів, у вигляді піску і глини входять компоненти речовини, що згоріла, а також випадкові нерозчинні домішки. «Чиста» зола представляє собою «карбонатну» золу, позбавлену нерозчинних випадкових домішок. В «чистій» золі міститься 60-70 % карбонатів.

Методи спалювання різняться між собою за характером реактивів, використаних для повноти і прискорення оголення дослідних продуктів. Найбільше поширені такі методи спалювання як карбонатний, сульфатний і метод добавок.

10.1. Визначення масової частки золи у мелясі сульфатним методом

Трудність озолення деяких продуктів полягає в тому, що спалювання органічної частини речовини протікає при температурі, яка приводить до плавлення карбонатів і хлоридів лугів. Плавлена маса обволочує обвуглену поверхню продукту, обмежуючи при цьому доступ кисню, і тому спалювання речовини проходить повільно і зазвичай неповно. Тому ряд продуктів піддають мокрому озоленню з сірчаною кислотою або іншими сильними окислювачами (пероксидом водню, концентрованими азотною або шавлевою кислотами). Речовину спалюють разом з сірчаною кислотою при температурі 550 і 650° С. Сірчана кислота спочатку обвуглює продукт, а потім окислює утворений вуглець до CO, перетворюючись при цьому в сірчисту кислоту:



Всі карбонати і хлориди, які містяться в золі, при цьому переходять в сульфати. Сульфатна зола неплавка (температура плавлення CaSO_4 дорівнює 1450° С), тому спалювання протікає порівняно легко і швидко при більш високих температурах, ніж при сухому озоленні. Крім того, немає небезпеки розкладання CaSO_4 , тоді як CaCO_3 легко перетворюється в CaO при температурі вище 500° С. Молекулярна маса сульфатів більша, ніж карбонатів і хлоридів, тому вихід сульфатної золи більший, ніж карбонатної. Дослідним шляхом встановлено, що карбонатна зола складає 90 % сульфатної, тому для розрахунку карбонатної золи отриману кількість сульфатної золи множать на коефіцієнт 0,9.

Прилади, посуд і реактиви: муфельна піч електрична МП-2У, тиглі порцелянові № 3 і № 4 з кришками, тигельні щипці, ваги лабораторні аналітичні, мірний циліндр місткістю 10 см³, скляна паличка, концентрована сірчана кислота густиною 1,835-1,840 г/см³.

Техніка аналізу. Попередньо прожарений до сталої маси порцеляновий тигель зважують на аналітичних вагах і беруть в нього наважку біля 3,0 г меляси. В наважку додають 1-2 см³ сірчаної кислоти. Вміст тиглю обережно перемішують скляною паличкою, паличку витирають клаптиком беззольного фільтрувального паперу, який потім кидають в тигель. Спочатку мелясу нагрівають невеликим полум'ям горілки під тягою, тримаючи тигель з наважкою щипцями. Коли меляса перестане пінитись, а виділення парів і газів закінчиться, її остаточно спалюють та прожарюють в закритому кришкою тиглі в муфельній печі при слабому калінні при температурі біля 800° С. Інколи мелясу спалюють в сильному полум'ї горілки. Прожарювання закінчують, коли вся меляса перетвориться в білий або рожевий порошок, який не містить чорних частинок незгорівшої речовини. Озолення триває 2-3 год.

Тигель виймають з печі муфельними щипцями, дають йому охолонути протягом 1-2 хв., після чого переносять в ексикатор, охолоджують протягом 20-25 хв. і зважують. Записують масу тигля, потім знову його прожарюють протягом 30 хв. і охолоджують в ексикаторі. Прожарювання рахують закінченим, якщо різниця між двома зважуванням не перевищує 0,0002 г. Отриману масу сульфатної золи A_c меляси перераховують на карбонатну A_k (у %) за формулою:

$$A_k = \frac{A_c \times 0,9 \times 100}{H} \% , \quad (10.1)$$

де Н – наважка меляси, г.

Зольність меляси визначають в двох паралельних пробах. Розбіжність результатів не повинна перебільшувати $\pm 0,05$ % абс.

Питання для самоперевірки

1. Що входить до складу золи?
2. Які види золи визначають у технохімічному контролі бродильних виробництв?
3. Які переваги визначення золи сульфатним методом порівняно з іншими?
4. Техніка визначення золи сульфатним методом.
5. Як визначають кінець озолення дослідного зразка?
6. За якою формулою розраховують вміст золи, визначеної сульфатним методом?
7. Як перераховують сульфатну золу на карбонатну?

11. МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ ТИТРОВАНОЇ ТА АКТИВНОЇ КИСЛОТНОСТІ

Розрізняють титровану і активну кислотності. *Титрована (загальна) кислотність* обумовлена вмістом у дослідному продукті вільних органічних і неорганічних кислот та їх кислих солей. Крім титрованої кислотності для правильного ведення технологічного процесу або оцінки товарної продукції часто виникає потреба знати *активну кислотність* (рН), яка зумовлена вмістом у середовищі концентрації іонів водню. Величина рН – негативний десятковий логарифм концентрації іонів водню у розчині. Залежно від значення рН середовище поділяють: на кисле – $\text{pH} < 7$, нейтральне – $\text{pH} = 7$ і лужне – $\text{pH} > 7$.

Метою робіт є опанування методами визначення титрованої та активної кислотності в харчових продуктах, порівняння їх між собою і оцінювання відповідності проаналізованих зразків вимогам стандартів.

11.1. Визначення титрованої кислотності пива титруванням з індикатором

Метод заснований на нейтралізації кислот і кислих солей, які містяться в пиві, розчином гідроксиду натрію. Титрування проводять з виносом краплі і застосуванням індикатора фенолфталеїну червоного. Кислотність пива виражають в см^3 розчину гідроксиду натрію концентрацією 1 моль/ дм^3 на 100 см^3 пива.

Посуд і реактиви: конічні колби місткістю 100 і 500 см^3 , піпетки місткістю 10, 20 і 50 см^3 , бюретка місткістю 20 см^3 , мірний циліндр місткістю

50 см³, розчин гідроксиду натрію концентрацією 0,1 моль/дм³, спиртовий розчин червоного фенолфталеїну масовою концентрацією 10 г/дм³, скляна паличка, біла порцелянова пластина.

Техніка аналізу. 150-200 см³ пива наливають у колбу місткістю 500 см³ і струшують, закриваючи та відкриваючи горловину долонею до тих пір, поки не буде відчуватися тиск зсередини. Потім відбирають піпеткою 50 см³ пива, переносять його у конічну колбу місткістю 100 см³, нагрівають до 40° С і витримують при цій температурі 30 хв. Далі колбу з пивом охолоджують під струменем води до температури 20,0±0,5°С.

Непрозоре пиво попередньо фільтрують крізь паперовий фільтр.

Темні сорти пива з кольоровістю вище 3,0 од. перед визначенням кислотності розбавляють дистильованою водою у співвідношенні 1:3 в мірному циліндрі.

Далі відміряють піпеткою 10 см³ підготовленого пива, вносять у конічну колбу місткістю 100 см³, додають 40 см³ води і 3-4 краплі розчину червоного фенолфталеїну.

Вміст колби титрують з бюретки розчином гідрооксиду натрію до появи слабо рожевого забарвлення, яке не зникає впродовж 30 с. Якщо колір зникає раніше, титрування продовжують.

Розрахунок кислотності ведуть за формулою:

$$X = V \times K_1 \times K_2 \text{ см}^3/\text{дм}^3 \text{ на } 100 \text{ см}^3 \text{ пива,} \quad (11.1)$$

де: V – об'єм розчину гідроксиду натрію концентрацією 0,1 моль/дм³, який витрачено на титрування, см³;

K_1 – коефіцієнт поправки до концентрації робочого розчину натрію гідрооксиду;

K_2 – коефіцієнт розбавлення темного пива ($K_2 = 4$).

11.2. Визначення титрованої кислотності борошна титруванням з індикатором

Метод заснований на реакції нейтралізації кислот і кислих солей борошна гідроксидом натрію. Кислотність борошна виражають в градусах Неймана, один градус якого відповідає 1 см³ 1н. розчину гідроксиду натрію, витраченого на нейтралізацію кислих сполук, що містяться в 100 г борошна. Контроль за кислотністю борошна дозволяє робити висновок про його свіжість та правильність зберігання.

Прилади, реактиви та посуд: розчин гідроксиду натрію концентрацією 0,1 моль/дм³, спиртовий розчин індикатора фенолфталеїну, мірна колба місткістю 250 см³, конічні колби місткістю 200 і 500 см³, ваги лабораторні загального призначення, бюретка місткістю 25 см³, циліндр місткістю 50 см³, фільтр, фільтрувальний папір.

Техніка аналізу. Беруть наважку борошна масою 5,00 г, переводять її в конічну колбу місткістю 200 см³ і додають циліндром 50 см³ дистильованої води. Суміш розмішують до одержання рівномірної суспензії і залишають на 15 хв. для екстрагування в розчин водорозчинних сполук. Далі додають 5

крапель фенолфталеїну і титрують розчином гідроксиду натрію концентрацією 0,1 моль/дм³ до появи рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 1 хв.

Кислотність борошна в градусах Неймана (K_6) розраховують за формулою:

$$K_6 = 2 \times K \times V, \quad (11.2)$$

де V – об'єм розчину гідроксиду натрію концентрацією 0,1 моль/дм³, витраченого на титрування, см³.

K – поправочний коефіцієнт до робочого розчину гідроксиду натрію.

Інший спосіб передбачає використання водного екстракту борошна. Для його отримання 25,00 г борошна поміщають в конічну колбу на 500 см³, приливають мірною колбою 250 см³ дистильованої води. Отриману суспензію ретельно перемішують і залишають на 2 год для максимального екстрагування сухих речовин борошна. Далі суспензію фільтрують в суху колбу з поверненням перших каламутних порцій фільтрату на фільтр до отримання прозорого фільтрату.

Піпеткою відбирають у конічну колбу 25 см³ фільтрату, додають 3-5 краплі фенолфталеїну і титрують розчином гідроксиду натрію концентрацією 0,1 моль/дм³ до появи рожевого забарвлення.

Кислотність борошна в градусах Неймана (K_6) розраховують за формулою:

$$K_6 = 4 \times K \times V, \quad (11.3)$$

де V – об'єм 0,1 н. розчину гідроксиду натрію, витраченого на титрування, см³.

K – поправочний коефіцієнт до робочого розчину гідроксиду натрію.

11.3. Визначення активної та титрованої кислотності пива з використання рН-метра

Суть методу полягає у визначенні різниці електричних потенціалів між двома електродами, зануреними в дослідний розчин, яка залежить від показника рН. Її величину вимірюють системою із скляного електроду (вимірювальний) і каломельного електроду (порівняльний).

Прилади і посуд: рН-метр-мілівольтметр або іоніметр універсальний з межами вимірів рН від мінус 1 до плюс 14, термометр, стакани лабораторні скляні місткістю 50 і 100 см³, бюретка місткістю 20 см³, піпетка місткістю 20 см³, стакан місткістю 100 см³, розчин гідроксиду натрію концентрацією 0,1 моль/дм³.

Техніка аналізу. Перед початком вимірювань прилад прогрівають протягом 60 хв., потім його перевіряють по буферному розчину калію фталевокислого концентрацією 0,05 моль/дм³, який має рН 4,0 при температурі 20°C.

Електроди перед зануренням в дослідну рідину ретельно промивають дистильованою водою, а потім декілька разів дослідною рідиною.

Із проби пива попередньо видаляють діоксид вуглецю за методикою, описаною в п. 11.1. Після цього температуру пива доводять до $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$.

Електроди приладу занурюють в дослідний зразок. Перемикач „Межі вимірювання” встановлюють в положення, що відповідає рН пива, і роблять відлік показів по шкалі приладу.

За кінцевий результат приймають середнє арифметичне значення результатів двох паралельних вимірів рН, розбіжність між якими не перевищує 0,1.

При визначенні титрованої кислотності відмірюють піпеткою 20 см^3 проби підготовленого пива, вносять його у стакан місткістю 50 см^3 . Стакан встановлюють на магнітну мішалку, в пиво занурюють вимірювальний і допоміжний електроди рН-метра або іонометра.

Пиво титрують з бюретки, що встановлена на штативі магнітної мішалки, розчином гідроксиду натрію при постійному перемішуванні до величини рН 8,3-8,5. Кислотність розраховують за формулою:

$$X = \frac{V \cdot 100 \cdot K_1}{20 \cdot 10} = 0,5 \cdot V \cdot K_1 \text{ см}^3/\text{дм}^3 \text{ на } 100 \text{ см}^3 \text{ пива,}$$

де: V – об’єм розчину гідроксиду натрію концентрацією $0,1\text{ моль/дм}^3$, який витрачено на титрування, см^3 ;

K_1 – коефіцієнт поправки до концентрації робочого розчину гідроксиду натрію.

Питання для самоперевірки

1. Які бувають види кислотності? Що спільного є між ними і чим вони відрізняються?
2. В яких одиницях виражають кислотність борошна і вина?
3. Чому перед визначенням кислотності проводять видалення вуглекислого газу?
4. Дайте визначення реакції нейтралізації.
5. Як готується проба при визначенні кислотності вина?
6. Техніка визначення кислотності вина (фруктового соку).
7. Як готується водний екстракт борошна?
8. Техніка визначення кислотності борошна з використанням водного екстракту борошна.
9. Як визначають кінець титрування при визначенні кислотності борошна?
10. Якими методами визначають рН вина і борошна?
11. Техніка визначення активної кислотності вина і борошна із застосуванням рН-метру.

12. МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ КОЛЬОРУ ТА ПРОЗОРОСТІ

12.1. Визначення вмісту альдегідів у спирті методом візуальної колориметрії (метод стандартних серій по Молеру)

У спирті міститься, головним чином, оцтовий альдегід, однак зустрічаються й інші. В зв'язку з цим обмежуються визначенням загального вмісту альдегідів, вважаючи їх за оцтовий, за допомогою реакції з фуксинсірчистою кислотою.

Метод базується на властивості альдегідів виділяти із знебарвленої фуксинсірчистої кислоти фуксин, який забарвлює реакційну суміш у червоний колір. Чим більший вміст альдегідів у спирті, тим вища інтенсивність кольору суміші. Вміст альдегідів визначають візуальною калориметрією, порівнюючи забарвлення еталонних розчинів і спирту, що аналізується. Еталонні розчини представляють собою розчини оцтового альдегіду відомих концентрацій, розбавлені у 50%-му безсивушному і безальдегідному спирті. Забарвлення дослідного спирту виникає після додавання до нього фуксинсірчистого реактиву 1. Спирт попередньо розбавляють водою до концентрації розчину 50 % об.

Реактиви і посуд: ареометр скляний, пробірки місткістю 50 см³ з пришліфованими пробками, водяна баня, термометр рідинний скляний з ціною поділки 0,1°C і діапазоном вимірювань від 1 до 50° С, піпетки місткістю 2 і 10 см³, типові розчини з вмістом оцтового альдегіду 1; 2; 4 та 10 мг/дм³ безводного спирту, фуксинсірчистий реактив 1.

Техніка аналізу. Спирт, що аналізують, розбавляють водою до концентрації 50 % об. Для цього попередньо визначають його міцність за допомогою ареометру і за табл. 10 знаходять кількість води, що треба додати до спирту.

Таблиця 10

Об'єм води, який необхідно додати до 10 см³ дослідного спирту з відповідною об'ємною часткою для отримання водно-спиртового розчину з об'ємною часткою спирту 0,50 при температурі 20° С

Концентрація спирту в розчині, при температурі 20° С %	Розрахунковий об'єм води, см ³										
	88,0	96,0	96,2	96,3	96,4	96,5	96,6	96,7	96,8	96,9	97,0
	8,87	9,80	9,85	9,87	9,89	9,92	9,94	9,96	9,98	10,01	10,03

10 см³ розбавленого спирту наливають у пробірку, а в інші чотири пробірки по 10 см³ типового розчину, який відповідає тому чи іншому вмісту оцтового альдегіду. Пробірки поміщають у водяну баню і витримують при температурі 20 ± 0,5° С протягом 10 хв. У кожену пробірку додають по 2 см³ фуксинсірчистого реактиву 1. Пробірки закривають пришліфованими пробками, їх вміст перемішують і витримують при температурі 20 ± 0,5° С протягом 20 хв. Після цього візуально порівнюють забарвлення розчинів.

Якщо зразок дослідного спирту забарвлений інтенсивніше, ніж типовий, то роблять висновок, що спирт не відповідає вимогам стандарту. Якщо забарвлення пробірок однакове або дослідний спирт забарвлений менш інтенсивно в порівнянні з типовим, то за вмістом альдегідів спирт вважають стандартним.

12.2. Визначення кольору пива методом порівняння з розчином йоду та за допомогою фотоелектроколориметра

Метод полягає у візуальному порівнянні кольору пива з кольором розчину йоду різної концентрації в 100 см³ води.

За одиницю кольору прийнято колір розчину, отриманого додаванням 1 см³ розчину йоду концентрацією 0,1 моль/дм³ до 100 см³ води.

Реактиви і посуд: фотоелектроколориметр, стакан з безбарвного скла місткістю 150 см³, мішалка скляна, циліндр місткістю 100 см³, колба конічна місткістю 500 см³, колба мірна місткістю 1 дм³, бюретка місткістю 5 см³ з ціною поділки 0,02 см³, розчин йоду концентрацією 0,1 моль/дм³, папір фільтрувальний лабораторний.

Техніка аналізу. Пиво звільнюють від діоксиду вуглецю, як при визначенні кислотності (п. 11.1). Непрозоре пиво фільтрують крізь паперовий фільтр. Пиво з кольором більше 2,0 од. розбавляють водою у співвідношенні 1:3 у циліндрі.

В один стакан відміряють пиво об'ємом 100 см³, а в другий – дистильовану воду об'ємом 100 см³.

В стакан з водою при перемішуванні скляною мішалкою доливають із бюретки розчин йоду до тих пір, поки колір рідини в ньому не стане однаковим з кольором пива. За зміною забарвлення спостерігають в прохідному денному освітленні.

Колір пива розраховують за формулою:

$$КП = V \times K \text{ см}^3 \text{ 0,1 моль/дм}^3 \text{ розчину йоду на 100 см}^3 \text{ пива,} \quad (12.1)$$

де: V – об'єм розчину йоду концентрацією 0,1 моль/дм³, що додали до 100 см³ води до моменту зрівняння забарвлення суміші з пивом, см³;

K – коефіцієнт розбавлення темного пива ($K = 4$).

При використанні фотоелектроколориметра перед основними визначеннями будують калібрувальну криву залежності оптичної густини від концентрації йоду. Для цього готують серію розчинів відомої концентрації, наприклад від 0,1 до 2,0 см³ 0,1 моль/дм³ розчину йоду в 100 см³ дистильованої води, поміщають їх в кювету з шириною внутрішньої грані 10 мм і при світлофільтрі

№ 3 або № 4 визначають їх оптичну густину. За отриманими даними будують калібрувальну криву. Потім визначають оптичну густину дослідного пива і за допомогою калібрувальної кривої визначають його колір.

13. КРИТЕРІЇ ОЦІНКИ ЗНАНЬ СТУДЕНТІВ

Лабораторна робота **зараховується**, якщо студент відпрацював лабораторну роботу відповідно до техніки її виконання і правил безпечної роботи; знає суть аналізу, довів вміння працювати з лабораторними приладами та реактивами, виконав відповідні розрахунки та провів аналіз отриманих результатів; оформив протокол роботи відповідно до встановлених вимог; повно або з несуттєвими похибками відповідає на поставлені запитання.

Лабораторна робота **не зараховується**, якщо студент формально відпрацював лабораторну роботу, але не знає суті аналізу; не вміє працювати та практично використовувати лабораторні прилади і необхідні реактиви, виконувати відповідні розрахунки та аналізувати отримані результати; протокол роботи оформив неохайно з граматичними помилками і нерегламентованими скороченнями; з грубими помилками відповідає на поставлені запитання.

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Великая Е.И. Лабораторный практикум по курсу общей технологии бродильных производств: учебное пособие/ Е.И. Великая, В.Ф. Суходол. – М.: Лег. и пищ. пром-сть, 1983. – 310 с.
2. Инструкция по химико-технологическому и микробиологическому контролю комплексной переработки мелассы на спирт и другие продукты /А.Д. Коваленко, В.К. Янчевский, В.Г. Коваль [и др.] – М.: Агропромиздат, 1986. – 220 с.
3. Куц А.М. Методичні вказівки до виконання лабораторного практикуму з технології харчових виробництв / А.М. Куц, В.М. Кошова, В.Х. Суходол. – К.: КТІХП, 1993. – 116 с. (№ 3117).
4. Мелетьев А.Є. Технохімічний контроль виробництва солоду, пива і безалкогольних напоїв: підручник / А.Є. Мелетьев, С.Р. Тодосійчук, В.М. Кошова // За ред. А.Є. Мелетьєва - Вінниця, "Нова книга", 2007. - 392 с.
5. Методи контролю харчових виробництв: навчальний посібник /Н.І. Штангеева, Л.І. Чернявська, Л.П. Рева [та ін.]. - К.: УДУХТ, 2000. – 240 с.
6. Таблицы спиртометрические / В.К. Янчевский, С.Т. Олийничук, З.Д. Кравчук [и др.]. – К.: УкрНИИспиртбиопрод, 2002. – 587 с.

Навчальне видання

ЗАГАЛЬНІ ТЕХНОЛОГІЇ ХАРЧОВОЇ ПРОМИСЛОВОСТІ

Методичні вказівки

до виконання лабораторного практикуму

студентами заочної форми навчання

**напряму підготовки 6.051701 “Харчові технології та інженерія”
спеціальності “Технологія продуктів бродіння і виноробства”**

УКЛАДАЧІ: Куц Анатолій Михайлович

Бондар Микола Васильович

Булій Юрій Володимирович

Видання подається в авторській редакції