

*Н. В. Кошечая, Н. А. Емельянова, канд. техн. наук.,
М. С. Островская, В. Л. Рыженко, канд. хим. наук
Киев, технол. ин-т пищ. пром-сти*

О МЕТОДАХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ ЯЧМЕННО-СОЛОДОВОГО ЭКСТРАКТА

Изложены результаты исследований по определению кислотности ячменно-солодового экстракта (ЯСЭ) различными существующими методами.

Цель данной работы состояла в выявлении приемлемости существующей методики для определения кислотности ЯСЭ и подборе наиболее подходящей.

Сущность методов определения титруемой кислотности заключается в титровании определенного объема жидкости 0,1 моль/дм³ раствором гидроксида натрия. Конец титрования определяют тремя методами при помощи индикатора; по достижении раствором заданного значения рН (электрометрическое титрование); заданного значения коэффициента пропускания (фотометрическое титрование).

Определение кислотности ЯСЭ по ОСТ 18-418-84 проводят методом титрования с индикатором фенолфталеином. В 1987 г был разработан проект нового отраслевого стандарта на ЯСЭ, в котором предложен другой метод определения кислотности, но также титрованием раствора ЯСЭ с индикатором фенолфталеином. Данный метод мало приемлем для таких продуктов, как ЯСЭ по следующим причинам: 1. Титрование мутных и окрашенных растворов с индикацией точки эквивалентности по фенолфталеину приводит к завышенному результату. Это связано с тем, что желтизна и опалесценция раствора не позволяют четко фиксировать изменение окраски индикатора. 2. В средах с большим содержанием белков и солей возрастает «солевая» и «белковая» ошибки индикатора. 3. Наличие диоксида углерода в дистиллированной воде и продукте усугубляет ошибку фиксирования точки эквивалентности с фенолфталеином, так как момент образования гидрокарбоната фиксируется с большей ошибкой вследствие

нерезкого изменения рН вблизи точки эквивалентности. 4. Кислотность ЯСЭ обусловлена слабыми кислотами. При титровании таких кислот скачок на кривой титрования отсутствует, а, следовательно, фиксирование точки эквивалентности затруднено. Эти недостатки приводят к нестабильным и, как правило, завышенным значениям кислотности.

Потенциометрический метод определения кислотности является более точным к объективным, так как он позволяет производить титрование раствора до определенного значения рН. Поэтому было проведено сопоставление этого метода с существующими по ОСТ 18—418—84 и новому проекту стандарта.

На Киевском заводе солодовых экстрактов отбирали образцы ЯСЭ, выработанные в период с февраля по ноябрь 1987 г. В этих образцах многократно определяли кислотность по ОСТ 18—418—84, по предлагаемому новому отраслевому стандарту к методом электрометрического титрования. Статистически обработанные результаты представлены в таблице 1, из которой следует, что значения кислотности, полученные этими тремя методами, различаются между собой. По ОСТ 18—418—84 некоторые образцы не соответствуют требованиям стандарта. По предлагаемому новому стандарту ни один образец по кислотности не соответствует этим требованиям, и полученные результаты на 35—39 % больше, чем по стандартной методике. Это, по-видимому, связано с сильным разбавлением в этом методе исходной навески ЯСЭ. Поэтому методика определения кислотности, изложенная в проекте нового стандарта на ЯСЭ, не может быть рекомендована к внедрению. Значения кислотности, полученные при определении потенциометрическим титрованием, на 25—30 % ниже, чем полученные методом титрования с индикатором по методике, изложенной в действующем ОСТ 18-418-84 Несомненно полученные значения более объективны, так как потенциометрический метод позволяет точно фиксировать точку эквивалентности по фенолфталеину.

1. Определение кислотности ячменно-солодовых экстрактов

Образец ЯСЭ, номер и время выработки	Метод определения кислотности		
	Потенциометрический	По ОСТ 18-418-84	По проекту нового стандарта
1 (февраль)	8,32	11,96	17,55
2 (февраль)	7,53	13,36	18,55
3 (март)	9,20	13,18	18,31
4 (сентябрь)	9,43	13,49	17,76
5 (октябрь)	7,14	11,10	15,02
6 (ноябрь)	9,76	11,29	14,14
7 (ноябрь)	9,69	12,46	15,58
8 (ноябрь)	8,40	11,20	12,25
9 (ноябрь)	9,58	11,20	11,55
10 (ноябрь)	8,25	9,63	10,31

2. Влияние pH воды на определение кислотности ячменно-солодовых экстрактов

pH воды	Метод определения кислотности			
	Потенциометрический		По ОТС 18-418-84	
	Вода без кипячения	Вода после кипячения (pH 6,9)	Вода без кипячения	Вода после кипячения (pH 6,9)
Образец ЯСЭ №1				
5,35	8,73	8,0	10,92	10,18
6,00	8,00	8,0	10,18	10,18
6,55	8,00	8,0	10,18	10,18
Образец ЯСЭ №2				
5,35	8,00	7,64	10,18	9,45
5,95	7,64	7,64	9,82	9,45
6,60	7,64	2,64	0,45	9,45

Для определения общей кислотности ЯСЭ, как следует из вышеизложенного, необходимо рекомендовать метод потенциометрического титрования как

более точный и объективный. Что касается величины допустимой кислотности ЯСЭ, определяемой этим методом, то это требует уточнения и согласования с заводами-потребителями.

Проведение анализа по этому методу заключается в следующем. В химический стаканчик на технических весах взвешивают 5 г экстракта. С помощью дистиллированной воды навеску переносят в мерную колбу на 100 см³, доводят до метки и тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой 25 см³ раствора и титруют 0,1 моль/дм³ раствором гидроксида натрия до рН 8,3. Титрование необходимо проводить не менее трех раз и сходящихся результатов рассчитать среднее значение гидроксида натрия.

Расчет кислотности проводят по следующей формуле:

$$K = \frac{C * V1V2 * 100}{a - Vn}$$

где С — молярная концентрации раствора гидроксида натрия, моль/дм³;
V1— объем раствора гидроксида натрия, необходимый для титрования, см³;
V2 — объем мерной колбы, см³; Vn - объем пипетки, см³; a — навеска солодового экстракта, г.

Для потенциометрической титрования необходимо стандартизировать потенциометр. Обычно это делают по тетраборату натрия (рН 9,18), но желательно— по раствору кислого фталата калия (рН 4,01), чтобы стеклянный электрод не оказывался в щелочном растворе. По этой же причине титрование следует прекратить при рН 8,3+8,5

При определении кислотности ЯСЭ методом титрования с индикатором, согласно действующему ОСТ 18—418—84, для разбавления ЯСЭ нужно использовать дистиллированную воду по ГОСТ 6709—72 (рН должна быть в пределах от 5,4 до 6,6). Большие различия рН иногда приводит к расхождению в результатах анализа кислотности, проверяемой стандартной дистиллированной водой. Для установления влияния рН воды на величину кислотности ЯСЭ были поставлены следующие опыты.

В одном и том же образце ЯСЭ определяли кислотность потенциометрическим методом и по ОСТ 18—418—84 с различным значением рН воды.

По данным таблицы 2, рН дистиллированной воды заметно влияет на результаты определения кислотности.

На рН воды оказывает влияние содержание в ней CO_2 , удалению которого способствует нагревание воды. Поэтому были проведены опыты по определению условий освобождения воды от CO_2 и достижению стабильного значения рН. Для этого пробы дистиллированной воды с разным значением рН (5,4—6,6) кипятили в течение 3—20 мин, закрывали пробками и охлаждали до 20 °С. Оказалось, что для достижения стабильного рН (6,9—7,0) достаточно пятиминутного кипячения, а для рН выше 6,6 — трехминутного кипячения. При более продолжительном кипячении (15—20 мин) вода из воздуха поглощает пары аммиака, и рН возрастает до 7,2—7,4. Затем было проведено определение кислотности ЯСЭ на прокипяченной воде потенциометрическим методом и по ОСТ 18—418—84 (см. табл. 2), что также доказало необходимость предварительной подготовки дистиллированной воды путем ее кипячения.