

664-68  
К-30

**Б.В. КАФКА · И.С. ЛУРЬЕ**

ТЕХНОХИМИЧЕСКИЙ  
КОНТРОЛЬ  
кондитерского  
производства



Проф. Б. В. КАФКА, канд. техн. наук И. С. ЛУРЬЕ

# ТЕХНОХИМИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КОНДИТЕРСКОГО ПРОИЗВОДСТВА

Допущено Министерством высшего и среднего специального образования СССР в качестве учебника для техникумов пищевой промышленности.

Издательство  
«ПИЩЕВАЯ ПРОМЫШЛЕННОСТЬ»  
Москва · 1967

В учебнике излагаются современные научные основы теххимического контроля; рассматривается применение этого контроля на всех стадиях кондитерского производства; приводится описание новых методов контроля и современных приборов.

Книга рассчитана на студентов, но она представляет интерес и для работников лабораторий кондитерских предприятий.

Рецензенты:

инж. Т. С. ОДИНЦОВА, инж. З. С. БАЛАХИНА

## ВВЕДЕНИЕ

### ЗАДАЧИ ЛАБОРАТОРИЙ И ИХ РОЛЬ В ПРОИЗВОДСТВЕ

Основной задачей кондитерского предприятия является выпуск продукции высокого качества как в отношении вкусовых свойств, так и в отношении внешнего оформления, расширение ассортимента изделий высших сортов, максимальное уменьшение потерь сырья и вспомогательных материалов, снижение количества отходов, ликвидация брака.

Теперь, когда неуклонный рост благосостояния советского народа вызывает и повышение требований к качеству продукции, кондитерские изделия, выпускаемые нашей промышленностью, должны по всем показателям не уступать лучшим мировым образцам.

Технохимический контроль на кондитерских предприятиях осуществляется фабричными лабораториями. На каждом кондитерском предприятии большой и средней мощности имеется общефабричная или центральная лаборатория и цеховые лаборатории. На предприятиях малой мощности функции центральной и цеховой лабораторий обычно выполняет одна общая лаборатория.

Основным контрольным органом на кондитерском предприятии является центральная лаборатория. В ее функции входит:

- 1) контроль всего сырья, полуфабрикатов и вспомогательных материалов, поступающих на предприятие;
- 2) систематическая проверка качества сырья и полуфабрикатов, хранящихся на складах фабрики;
- 3) периодический контроль выпускаемой готовой продукции с целью установления соответствия ее показателям, установленным ГОСТом и техническими условиями (ТУ);
- 4) проверка качества топлива и воды, идущей в производство;
- 5) определение сухих веществ в сырье, полуфабрикатах, готовых изделиях и продуктах незавершенного производства для выявления величины потерь сухих веществ при переработке сырья;
- 6) выявление причин брака и разработка мероприятий по его устранению и рациональной переработке;

7) изыскание возможностей снижения отходов и использования последних;

8) проведение бактериологического контроля сырья и полуфабрикатов, идущих в переработку без термического воздействия;

9) методическое руководство работой цеховых лабораторий путем организации в цехе контроля технологических процессов по участкам производства;

10) разработка новых рецептур;

11) проведение различных производственных испытаний;

12) периодическая проверка соблюдения инструкции по предупреждению попадания посторонних предметов.

Цеховая лаборатория является контрольным органом цеха. На нее возлагаются следующие обязанности: контролировать сырье и разные материалы, поступающие в цех, а также технологические процессы на важнейших этапах производства, проверять соблюдение рецептур и технологических инструкций, контролировать дозировку красителей, пищевых кислот, эссенций.

Функции центральной и цеховых лабораторий регулируются соответствующим «Положением о лабораториях на кондитерских фабриках».

Как видно из перечисленных основных обязанностей, лаборатория на кондитерской фабрике является одним из ведущих отделов — своего рода штабом производства, способствующим выполнению производственных задач предприятия.

Высокое качество готовых изделий зависит от качества сырья и соблюдения правил его переработки на протяжении всего производственного процесса. Из плохого сырья нельзя приготовить хорошую продукцию, но и высокое качество сырья также ничему не поможет, если не соблюдать условий правильного ведения технологического процесса. Поэтому для выпуска высококачественной продукции должны быть хорошо организованы и технологический процесс и теххимический контроль.

Кондитерские предприятия в основном используют сырье, производимое другими отраслями пищевой промышленности, для которых это сырье является фабрикатом, готовой продукцией: сахар, патока, мука, крахмал, ядра орехов, яблочное пюре, повидло, жиры, масла и т. п. Поэтому качество сырья, поступающего на кондитерскую фабрику и нормируемого по своим физико-химическим показателям соответствующими стандартами, зависит прежде всего от поставителей указанного сырья.

Первой обязанностью лаборатории является приемка этого сырья после анализа основных показателей, которые так или иначе влияют и на качество готовых изделий и на их выходы.

При всех прочих удовлетворительных условиях в кондитер-

ском производстве играет большую роль влажность сырья. Так, например, из 1000 кг сахара и патоки, взятых в соотношении 2 : 1 (при содержании в патоке 78% сухих веществ), выход карамельной массы с 2,5% влаги составит без потерь 949,8 кг; если же патока будет содержать 82% сухих веществ, то выход будет равен 963,4 кг, а при 76% сухих веществ — 942,8 кг. Таким образом, при дозировке сырья слепо по рецептуре без учета содержания в нем сухих веществ будут получаться разные выходы продукции.

Другой пример из области контроля технологического процесса: при изготовлении карамели на инвертном сиропе произошло засахаривание карамельной массы. При проверке оказалось, что карамель содержит 12% редуцирующих веществ. Это указывает на то, что используемый инвертный сироп содержал значительные количества сахарозы, т. е. инверсия не была доведена до конца. Это при условии соблюдения всех правил проведения процесса инверсии сахарозы явилось следствием жесткости воды и буферности сахара, которые, очевидно, в данном случае не были проверены.

Из области контроля готовой продукции можно указать следующий пример. При проверке готовой карамели на содержание вредных металлов были обнаружены следы мышьяка. Оказалось, что в производство была пущена патока, содержащая 2,5 мг/кг мышьяка; при поступлении на фабрику эту патоку проверили только на содержание сухих веществ.

Таким образом, очевидна необходимость лабораторного контроля сырья, технологических процессов и готовой продукции на каждом кондитерском предприятии.

## МЕТОДЫ ЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ

Анализы сырья, полуфабрикатов и готовой продукции ведутся различными лабораторными и органолептическими методами.

Органолептическая оценка, т. е. проверка вкусовых свойств и внешнего вида продукции, имеет очень большое значение в пищевом и, в частности, в кондитерском производстве. Пищевой продукт, удовлетворяющий стандарту по всем физическим и химическим показателям, но неприятный на вкус, является браком.

При анализе сырья, полуфабрикатов и готовых изделий в кондитерском производстве пользуются физическими и химическими методами анализа.

К физическим методам относятся: определение относительной плотности для контроля содержания сухих веществ в сиропах и водорастворимых продуктах, например в карамельной массе, помаде, фруктовом мармеладе; определение коэффи-

циента преломления (рефрактометрическим методом) также для контроля сухих веществ в различных видах сырья, полуфабрикатов и в готовых изделиях и для контроля количества жира в шоколаде, печенье, халве; поляриметрический контроль количества сахарозы в товарном сахаре и сахарных сиропах; электрометрический метод, к которому относятся электрометрическое титрование и определение концентрации водородных ионов (рН).

Химические методы имеют довольно широкое применение при лабораторном контроле: определение кислотности и щелочности содержания сахара, а также консервантов, вредных металлов, клетчатки, золы и т. п.

К лабораторным анализам относится также товароведческий контроль бобов какао, различных орехов, кунжута.

Особую группу анализов представляют микробиологические методы контроля: определение бактериального обсеменения сырья, не подвергающегося термической обработке, бактериальной безвредности готовых изделий; загрязненности рук рабочих, спецодежды и рабочих мест.

Все виды анализов — физические, химические, бактериологические — проводят по единым методам согласно стандартам или инструкциям. Только в этом случае можно сравнивать результаты анализов, выполненных в различных организациях или лабораториях.

Текущий лабораторный анализ, связанный с цеховым контролем производства, должен быть предельно быстрым с тем, чтобы своевременно принять меры к устранению замеченных ненормальностей в производстве и предотвратить образование брака на конечной стадии.

Лабораторному анализу готовых изделий сопутствует органолептическая оценка их качества, которая очень часто позволяет решить вопрос о товарности готового изделия.

Результаты анализов заносятся в специальные журналы.

1. Журнал для записи поступающего сырья (форма № 50) служит для фиксирования всех партий сырья, вспомогательных материалов и полуфабрикатов, поступающих на предприятие; заполняется химиком центральной лаборатории по данным склада. В этом журнале записывается наименование прибывшего сырья согласно документации — его вес и номер анализа (из книги анализов сырья), относящийся к данной партии.

2. Книги анализов сырья, поступающего на предприятие. В них записываются результаты исследования средних проб сырья, отбираемых от каждой партии, поступившей на фабрику. Всего установлено девять разновидностей форм (с № 51 по № 59) — для сахара, фруктово-ягодного сырья, муки и др. В книгу формы № 59 записываются резуль-

таты анализов тех видов сырья, которые не вошли в формы № 51—58. Книжки анализов сырья заполняются химиком центральной лаборатории и скрепляются подписью заведующего лабораторией. Если сырье доброкачественное, то в отдел снабжения и на склад сырья направляется соответствующее извещение (форма № 60) о возможности его использования. Если же сырье окажется с отклонениями качества от нормы, то результат анализа направляется заведующему производством, который принимает соответствующее решение. Копии анализов выписываются на бланках; форма их аналогична форме соответствующей книжки анализов. Копии анализов необходимы в следующих случаях: когда сырье нестандартное и требуется составить соответствующий акт и направить пробу в арбитражную лабораторию, когда сырье требует особых условий хранения и когда должны быть соблюдены специальные правила его расходования.

3. Контрольный журнал готовой продукции и полуфабрикатов (форма № 61) служит для записи результатов исследований, производимых регулярно в центральной лаборатории, а также в особых случаях — к примеру при отборе проб готовых изделий инспекцией по качеству, при арбитражных анализах; заполняется он химиком центральной лаборатории.

Цеховая лаборатория или общая лаборатория, если цеховая отсутствует, ведет следующие журналы.

4. Журнал контроля качества сырья и полуфабрикатов, поступающих в цех (форма № 14), заполняется сменным химиком. В этом журнале регистрируются преимущественно органолептические показатели. В случае недоброкачественности составляется акт с привлечением работников центральной лаборатории и отдела снабжения; акт направляется производственному отделу фабрики на заключение.

5. Журнал контроля сиропов, начинок, карамельной массы (форма № 15) служит для записи анализов, обеспечивающих выпуск готовых изделий по показателям ГОСТа или РТУ, и заполняется сменным химиком.

6. Журнал контроля полуфабрикатов и готовых изделий карамельного производства (форма № 35) и такой же журнал для других видов производств (форма № 36) заполняется сменным химиком.

7. Анализы готовой продукции (формы № 37, 38, 39 и 40) выписываются из журналов (формы № 35 и 36) и за подписью сменного химика передаются в ОТК; они служат ОТК основанием для выдачи сертификатов на готовые изделия после проверки внешнего вида, упаковки и т. д.

8. Самым важным и основным документом каждой лаборатории должен быть рабочий журнал. Для этого журнала



не имеется специальной формы; в него записываются все операции при проведении анализов, величины взятых навесок, результаты всех взвешиваний и титрования, отсчеты, получаемые на контрольно-измерительных приборах, и т. п. Никаких арифметических вычислений в этом журнале делать не следует. Записи можно производить карандашом или чернилами, но аккуратно, в известной последовательности. По соответствующим записям в рабочем журнале путем вычислений можно всегда проверить результаты анализов, внесенные в перечисленные выше официальные журналы.

# Раздел первый

## ОБЩИЕ ПРИЕМЫ АНАЛИЗА СЫРЬЯ, ПОЛУФАБРИКАТОВ И ГОТОВЫХ ИЗДЕЛИЙ

### Глава I

#### ОТБОР СРЕДНИХ ПРОБ И ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА

##### 1. СТАНДАРТЫ И ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Стандарты и РТУ устанавливают нормы и требования, обеспечивающие высокое качество продовольственных товаров в соответствии с требованиями и вкусами потребителя.

Стандартом утверждаются основные показатели готовой продукции, нормы и сроки хранения, методы оценки, отбора проб и контроля главнейших показателей, определяется ассортимент изделий, устанавливаются определенные требования к внешнему виду фабриката.

Стандарты строятся на базе новейших достижений науки и передового опыта.

На большинство видов сырья, а также на готовые кондитерские изделия имеются стандарты и РТУ.

Ниже приводится перечень ГОСТов на методы испытаний кондитерских изделий:

5896—51 . . . . .	Метод определения содержания спирта
5897—58 . . . . .	Методы органолептических испытаний и определения размеров, веса и составных частей
5898—58 . . . . .	Методы определения кислотности и щелочности
5899—63 . . . . .	Методы определения содержания жира
5900—63 . . . . .	Методы определения содержания влаги и сухих веществ
5901—58 . . . . .	Методы определения золы и ферропримесей
5902—58 . . . . .	Методы определения степени измельчения и удельного веса пористых изделий
5903—63 . . . . .	Методы определения содержания сахаров и клетчатки
5904—58 . . . . .	Отбор проб для испытаний
10114—62 . . . . .	Метод определения намокаемости (набухаемости) мучных изделий
10526—63 . . . . .	Метод определения сухого обезжиренного остатка молока в шоколадных изделиях с молоком

## 2. ЗНАЧЕНИЕ СРЕДНЕЙ ПРОБЫ

Правильное суждение о качестве какой-либо партии продукции или о содержании сухих веществ в этой продукции зависит от правильно взятой средней пробы.

Когда подвергается качественной и количественной оценке партия какого-либо сырья или кондитерских изделий, то отбирают сначала исходную пробу, являющуюся суммой отдельных выемок из разных мест обследуемой партии.

Средняя проба составляется из исходной пробы различными способами в зависимости от механических и физических особенностей материала. Исходная проба, смотря по количеству обследуемой партии, может достигать большой величины — до нескольких килограммов, величина средней пробы обычно бывает в пределах 200—500 г.

Средняя проба, как правило, включает в себе все качественные и количественные признаки той партии сырья, полуфабриката или готовой продукции, к которой эта проба относится.

Правильно отобрать исходную пробу и составить среднюю пробу иногда бывает трудно, особенно в тех случаях, когда продукт неоднороден, как, например, карамель с начинкой, глазированные шоколадом конфеты, многослойные конфеты, торты, пирожные и т. п. Эти изделия состоят из двух масс и более, соотношение которых подвержено колебаниям, и, конечно, средняя проба таких изделий, взятая случайно, не может характеризовать всю партию. В этих случаях даются специальные указания о методике отбора исходной и средней проб, о чем будет сказано ниже.

Пробы отбираются на кондитерских предприятиях в следующих случаях:

- 1) при контроле сырья, поступающего в склад фабрики, а иногда и со склада в цех;
- 2) при контроле технологических процессов на отдельных участках производства;
- 3) при контроле качества готовой продукции.

Кроме указанных случаев, пробы приходится отбирать и для специального контроля производства по сухому веществу. В последнем случае отбор проб должен быть сделан особенно тщательно, так как по результатам определения сухих веществ в этих пробах судят о содержании сухих веществ в расходуемом сырье и изготовленных изделиях и делают выводы о потерях сухих веществ при переработке сырья, поданного в цех.

После отбора исходной пробы составляют среднюю пробу, которая часто называется средним образцом, или лабораторной пробой.

Если исходная проба — жидкость, то при составлении средней пробы исходную пробу необходимо тщательно перемешивать. Если исходная проба — вязкая масса, то составлению среднего

образца предшествует не только тщательное перемешивание, но часто и легкое предварительное подогревание для уменьшения вязкости. Если исходная проба представляет собой сыпучий продукт (сахар, кофе, мука, бобы какао и т. п.), то среднюю пробу составляют путем квартования. Для этого исходную пробу после смешивания высыпают на разостланный лист бумаги и разравнивают в виде квадрата, затем делят квадрат посредством линейки по диагоналям на четыре равные части (треугольники), два противоположных треугольника отбрасывают, а оставшиеся два треугольника снова хорошо перемешивают, разравнивают, превращают опять в квадрат и снова делят диагоналями на четыре части и так до тех пор, пока не получится средняя проба требуемой массы.

Приготовленная средняя проба должна быть помещена в соответствующую тару требуемых размеров — в банку с хорошо пригнанной резиновой или стеклянной пришлифованной пробкой, в бутылку и т. п. — с соответствующей пометкой, с указанием даты составления пробы и названия образца.

О том, как поступать в случае арбитража, даются специальные указания в инструкциях и ГОСТе.

### **3. ОТБОР СРЕДНИХ ПРОБ СЫРЬЯ ПРИ ПОСТУПЛЕНИИ ЕГО НА ПРЕДПРИЯТИЕ**

Ассортимент сырья для кондитерского производства весьма разнообразен, поэтому дать единую методику отбора средних проб для всех случаев здесь не представляется возможным.

Для тех видов сырья, на которые имеются ГОСТ или ТУ, всегда даются соответствующие методы отбора проб для проведения испытаний, где обычно указывается, как следует поступать при отборе исходной пробы того или иного сырья и как составлять в этом случае среднюю пробу.

Как правило, отбор исходной пробы начинают с внешнего осмотра всей обследуемой партии, чтобы убедиться в целостности тары и соответствии числа мест данным сопроводительного документа. После этого выделяют из партии необходимое число мест, например 10% от их общего числа, вскрывают тару, просматривают содержимое и начинают брать из каждого скрытого места равные порции обследуемого материала. Порции соединяют вместе, перемешивают и приступают к составлению средней пробы.

Здесь мы дали общий прием отбора исходной пробы. В зависимости от свойств материала, его физического состояния способы отбора исходной пробы могут быть различны.

Проще всего отбирать исходную пробу, когда материал имеет жидкую консистенцию (яблочное пюре, растительное масло, молочная кислота и т. п.), однако при этом следует прини-

мать во внимание способность некоторых жидкостей расслаиваться из-за различия плотности составных частей или выделять осадки под влиянием пониженной температуры (растительные масла). Поэтому при отборе исходной пробы содержимое выделенной для вскрытия тары следует хорошо перемешать (перекачиванием тары, переливанием жидкости, перемешиванием) или брать порции на разной глубине.

При отборе исходных проб сыпучих и мелкозернистых материалов, как, например, сахар-песок, мука, соль, пользуются шупами, посредством которых отбирают порции материала из разных участков каждого места.

Отбор исходных проб густых и вязких материалов (патока, повидло, подварка, сливочное масло и т. п.) производят специальными пробниками из разных участков после вскрытия выделенного места.

Иногда перед взятием исходной пробы приходится подготавливать выделенные места до их вскрытия, например отогреть фруктовое пюре, если оно замерзло.

Отбор исходной пробы материала, поступающего в крупной таре непосредственно на выгрузку (например, патока в железнодорожной цистерне), производится в момент выгрузки или слива порциями в начале, середине и конце выгрузки.

Исходные пробы ядер орехов, бобов какао, сои, кофе можно отбирать из вскрытых мест горстями на разной глубине.

#### **4. ОТБОР СРЕДНИХ ПРОБ СЫРЬЯ ПРИ ПОСТУПЛЕНИИ ЕГО В ЦЕХ**

Обычно сырье поступает в производственный цех со склада, куда оно уже было принято; на это сырье имеется анализ, и цех может пользоваться данными этого анализа.

Однако на общефабричном складе сырье может быть уложено со вновь прибывшей партией; со временем качество сырья может измениться, влажность сырья также может уменьшиться или увеличиться в зависимости от условий хранения. Эти обстоятельства вынуждают отбирать пробы сырья при поступлении его в цех, чтобы обеспечить хорошее качество готовой продукции. Органолептическая оценка сырья очень важна.

Для лабораторного цехового контроля пробы отбираются от каждой партии однородного сырья, поданного со склада; выемки производятся либо из каждого поступившего места, либо выборочно по указанию технолога или химика цеха. В случае разнородности поступившей партии следует осмотреть все места, рассортировать их и пробы взять отдельно. Так как в цех сырье обычно подается в ограниченном количестве, исходя из сменной потребности, то в большинстве случаев выемки после перемешивания уже являются средней пробой; если масса отобранных порций какого-либо сырья превышает по количеству

массу средней пробы, то приходится составлять среднюю пробу.

В табл. 1 приводится краткое описание способов отбора средних проб сырья в цехе и указано количество мест, подлежащих вскрытию.

Таблица 1

Способы отбора средних проб сырья

Сырье	Количество мест (%), от которых берут пробы	Способ отбора проб	Величина средней пробч. г
Сахар-песок и сахар кусковой	100	Щупом (песок) и рукой (кусковой) равными порциями	250
Патока крахмальная в бочках	100	Ложкой или щупом	200
Бобы какао, ядра орехов и миндаля, соя, сухофрукты	100	Горстями	500
Мука пшеничная, крахмал, соевая мука, яичный порошок	100	Щупом в различных точках тары	200
Пюре фруктово-ягодное и фруктово-ягодные заготовки	100	Пюре — после перемешивания, подварки и начинки — без перемешивания; пробы берут мерником, ложкой, щупом	500
Молоко, обезжиренное молоко (обрат)	100	Молоко предварительно размешивают полминуты	500 мл
Молоко сгущенное с сахаром или сгущенное обезжиренное молоко с сахаром			
а) в бочках или бидонах	100	Ложкой или щупом	200
б) в жестянках	5		
Коровье масло, маргарин, гидрожир, дрожжи	50	Щупом в глубину	150
Яйца	100	По 50 яиц из каждого ящика из разных мест	—
Растительные масла	100	После перемешивания	100
Меланж	100	Пробы берут в момент вскрытия банок в производстве	100
Кислоты пищевые, сода, углекислый аммоний	100		50
Ванилин	100		10
Соль поваренная	Не менее 1 места	Щупом	25
Эссенция, вина	1 бутылка от каждого сорта	Мензуркой	25 мл
Красители в пасте	—	Берут пробу каждого сорта	10—20
Воск, парафин	100	Кусками	100
Сахарин	100	Шпателем	10

Число вскрываемых мест для отбора проб может быть увеличено или уменьшено, смотря по качественным признакам сырья.

#### **5. ОТБОР СРЕДНИХ ПРОБ ПОЛУФАБРИКАТОВ И ГОТОВЫХ ИЗДЕЛИЙ ПРИ КОНТРОЛЕ ПРОИЗВОДСТВА**

При большом разнообразии полуфабрикатов и готовых изделий отбор проб в цехе для определения качественных показателей представляет некоторые трудности.

Этих трудностей, однако, можно избежать при условии систематического и всестороннего контроля сырых материалов, соблюдения рецептов и технологического режима. Тогда в процессе переработки сырья каждая варка или заправка будет обеспечивать получение конечного продукта одинакового состава, что в значительной степени упростит контроль по участкам производства. В этом случае отбор исходных средних проб будет необходим лишь тогда, когда на каком-либо участке произойдет нарушение технологического режима.

При автоматизации технологических процессов и методов контроля в цехе систематический отбор проб будет почти совершенно исключен; контроль в цехе в основном будет сводиться к периодической проверке правильности показаний регистрирующих и самозаписывающих приборов.

#### **6. ОТБОР СРЕДНИХ ПРОБ ДЛЯ КОНТРОЛЯ СУХИХ ВЕЩЕСТВ И ВЫЯВЛЕНИЯ ПОТЕРЬ СЫРЬЯ В ПРОИЗВОДСТВЕ**

##### **Отбор проб**

Чтобы правильно судить о величине потерь сырья при переработке, необходимо точно учитывать расход этого сырья и выработку готовых изделий.

Так как влажность сырых материалов и готовых изделий колеблется в некоторых пределах, предусмотренных стандартами и рецептурами, то выявлять величину потерь сырья в производстве только на основе его расхода в натуральном виде или, как говорят, в натуре, и на основе количества изготовленной продукции (тоже в натуре) нельзя. О величине потерь можно судить лишь по затратам количества сухих веществ сырья и по выработке готовой продукции также в пересчете на сухое вещество.

Таким образом, одной из важных задач лаборатории наряду с контролем качества продукции и технологических процессов является контроль производства по сухому веществу. При этом приходится отбирать исходные и средние пробы для определения содержания сухих веществ как в сырье, так и в готовых

изделиях. Пробы сырья отбирают теми же методами, что и при поступлении сырья в цех.

В отдельных случаях можно пользоваться данными анализов на влажность, полученными при поступлении сырья на склад фабрики. Определение влаги, если оно необходимо, необязательно проводить официальными методами; можно пользоваться, например, ускоренными и экспрессными методами, проверенными и описанными в утвержденных инструкциях. Ускоренное определение влаги особенно важно при массовых определениях сухих веществ.

Отбор проб готовых изделий при контроле производства по сухому веществу значительно сложнее, чем отбор средних проб сырья. В данном случае отбор проб осложняется разнообразием ассортимента готовых изделий, колебанием влажности изделий в процессе изготовления, соотношением видимых составных частей в изделии (например, соотношение оболочки и начинки в карамели, помадной и фруктовой массы в многослойных конфетах). Здесь большое значение имеет влажность средней пробы изделия: она должна соответствовать средней влажности всей партии изделий, составляющей иногда 8—10 т в смену.

Основные принципы отбора средних проб готовых изделий при контроле производства по сухому веществу заключаются в следующем.

1. Готовые изделия отбирают, как правило, в незавернутом и неупакованном виде; исключения составляют изделия, которые завертываются в момент формования на машинах типа ИФЗ.

2. Если процесс приготовления какого-либо готового изделия идет непрерывно в течение определенного периода времени (смена, полсмены), то пробы отбираются либо через одинаковые промежутки времени равными порциями с транспортера (карамель или конфеты), либо выбором продукции, изготовленной за определенный период, из производственной тары (карамель, драже, мармелад). Соединенные порции являются исходной пробой, из которой составляют среднюю.

3. Пробы отбирают на участках производства, где изделие готово к завертке и упаковке, например: пробы карамели можно взять с транспортера перед заверткой или из лотка, конфет, глазированных шоколадом, — при сходе с транспортера после глазировки, печенья — с транспортера или лотков перед заверткой или ссыпкой в тару, мармелада — с лотков после выстойки перед расфасовкой.

4. В тех случаях, когда одно и то же изделие изготавливается на двух или нескольких агрегатах или линиях в один и тот же промежуток времени, порции отбирают на всех линиях и соединяют их вместе как исходную пробу.



5. Если на двух или нескольких линиях изготавливаются разные сорта изделий, но одной группы и с одинаковой влажностью по рецептуре, то отобранные с каждой линии исходные пробы соединяют вместе, после чего составляют среднюю пробу.

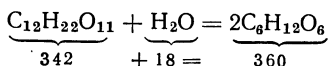
В цехе при контроле производства по сухому веществу, кроме готовых изделий, приходится часто определять влажность продуктов незавершенного производства, остающихся к концу отчетного периода как переходящий остаток. В этом случае также следует отбирать пробы, так как и на эти продукты было затрачено сырье.

### Выявление величины потерь

Если известно, какое количество сухих веществ было переработано на готовую продукцию, количество которой также выражено в сухих веществах, то можно подсчитать величину потерь сухих веществ за определенный промежуток времени.

Если обозначить количество израсходованных сухих веществ сырья через  $A$ , количество выработанных из этого сырья изделий в пересчете на сухое вещество через  $B$ , то  $A$  обычно бывает больше  $B$ , так как в производстве всегда имеют место потери; в идеальном случае (когда нет потерь)  $A=B$ .

Может ли  $B$  быть больше  $A$ ? Теоретически может, так как в процессе переработки сырья в некоторых случаях количество сухих веществ несколько возрастает за счет, например, инверсии сахарозы, т. е. присоединения воды к молекуле сахарозы при гидролизе последней, когда она превращается в молекулу глюкозы и молекулу фруктозы



При полной инверсии сахарозы количество сухих веществ увеличивается на 5%.

При производстве карамельной массы, фруктовых начинок, мармелада и других изделий происходит частичная инверсия сахарозы, так что количество сухих веществ увеличивается весьма незначительно и практически не может быть учтено, так как компенсируется реальными потерями, предусмотренными рецептурами.

Если при выявлении величины потерь как разницы  $A$  и  $B$  получится отрицательная величина, то можно с уверенностью сказать, что где-то была допущена ошибка. Ошибка может получиться при снятии остатков, при учете расхода сырья и выработки продукции, при пересчете переходящих остатков продуктов незавершенного производства на сырье, при несоблюдении правил отбора проб, при невыполнении правил определения сухих веществ и т. п.

При массовом отборе проб сырья и готовых изделий и, следовательно, при массовом определении сухих веществ в отобранных средних пробах среднее процентное содержание влаги в изготовленной продукции определяется не среднеарифметической величиной влажности, а средневзвешенной влажностью изготовленных партий изделий или поданных партий сырья по следующей формуле:

$$W = \frac{A_1 a_1 + A_2 a_2 + A_3 a_3 + \dots + A_n a_n}{A_1 + A_2 + A_3 + \dots + A_n},$$

где  $W$  — средневзвешенная влажность, %;  
 $A_1, A_2, A_3, \dots, A_n$  — вес партий обследованного продукта, кг;  
 $a_1, a_2, a_3, \dots, a_n$  — влажность каждой партии продукта, определенная по средней пробе, %.

**Примеры**

1. Выработано пять партий карамели:

Количество карамели, т	Влажность, %
5	4,7
8	6,5
2	5,0
3	6,0
7	5,5

Средневзвешенная влажность будет

$$W = \frac{5 \cdot 4,7 + 8 \cdot 6,5 + 2 \cdot 5,0 + 3 \cdot 6,0 + 7 \cdot 5,5}{5 + 8 + 2 + 3 + 7} = \frac{142}{25} = 5,68\%.$$

2. Подано в цех пять партий абрикосового пюре, всего 10 т:

Количество пюре, т	Влажность, %
2	90
3	87
1	86
2	92
2	85

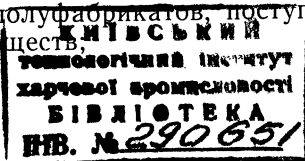
Средневзвешенная влажность будет

$$W = \frac{2 \cdot 90 + 3 \cdot 87 + 1 \cdot 86 + 2 \cdot 92 + 2 \cdot 85}{2 + 3 + 1 + 2 + 2} = 88,1\%.$$

Чтобы выявить общую величину потерь сухих веществ в цехе, например за месяц, необходимо:

1) знать количество переходящих остатков сырья, полуфабрикатов и готовых изделий в цехе к началу месяца и содержание в них сухих веществ;

2) знать количество сырья и полуфабрикатов, поступивших в цех, и содержание в них сухих веществ.



3) знать количество изготовленной незавернутой и нерасфасованной продукции и количество остатков продуктов незавершенного производства, переходящих на следующий месяц, а также количество сухих веществ в них.

*Пример.* За отчетный месяц в ирисном цехе было выработано 15 т ириса «Золотой ключик» со средневзвешенной влажностью 6,5% и 5 т ириса «Сливочный» со средневзвешенной влажностью 3,9%. К концу отчетного месяца имелся переходящий остаток обрезков ириса «Сливочного» в количестве 0,6 т с влажностью 4,5%.

К началу отчетного месяца в цехе имелся переходящий остаток обрезков ириса «Прима» 0,5 т.

Определить величину потерь сухих веществ за указанный месяц в ирисном цехе.

1. Определяем количество израсходованного сырья в натуре и в пересчете на сухое вещество, включая и переходящий остаток 0,5 т ириса «Прима», перечисленного на сырье.

При вычислении сухих веществ сырья пользуемся средневзвешенной фактической влажностью, а при перечислении 0,5 т ириса «Прима» на сырье пользуемся рецептурными нормами дозировки и содержания сухих веществ (табл. 2).

Таблица 2

Расход сырья на изготовление 15 т ириса «Золотой ключик», 5 т ириса «Сливочный» и 0,6 т обрезков ириса «Сливочный»

Сырье	Процент сухих веществ		Количество сырья, кг	
	по рецептуре	фактический	в натуре	в пересчете на сухое вещество
Сахар . . . . .	99,85	99,83	7978,8	7967,5
Патока . . . . .	78,0	78,4	5626,8	4410,8
Молоко сгущенное . . . . .	74,0	75,0	9032,6	6771,2
Масло сливочное . . . . .	84,0	85,0	995,2	845,7
Эссенция . . . . .	—	—	83,9	—
<b>Итого . . . . .</b>	<b>—</b>	<b>—</b>	<b>23717,3</b>	<b>19995,2</b>

Таким образом, общее количество израсходованных сухих веществ сырья за отчетный месяц составляет 19 995,2 кг.

2. Вычисляем количество выработанных сухих веществ, исходя из фактической влажности, указанной в задании:

ирис «Золотой ключик» . . . . . 15000 кг × 0,935 = 14025 кг  
 ирис «Сливочный» . . . . . 5000 кг × 0,961 = 4805 кг  
 обрезки ириса «Сливочный» . . . . . 600 кг × 0,955 = 573 кг

**Итого . . . . . 19403 кг**

3. Общая потеря сухих веществ будет 19995,2—19403=592,2-кг, или 2,96%.

## 7. ПОДГОТОВКА ПРОБ ДЛЯ АНАЛИЗА

Средняя проба, поступившая для анализа в лабораторию после осмотра, а при арбитражных анализах — после проверки целостности тары, печати и герметичности упаковки, готовится для испытаний.

Способы подготовки бывают различными, смотря по свойствам и характеру пробы, а также по виду предполагаемых испытаний.

В зависимости от количества средней пробы иногда для анализа приходится брать некоторую ее часть; в этом случае применяют те же приемы, которые описаны на стр. 11.

### Подготовка проб сырья

а) Проба представляет собой сыпучий материал (сахар-песок, мука, сухое молоко, яичный порошок, крахмал и т. п.). В этом случае всю пробу тщательно перемешивают и берут требуемое количество.

б) Проба представляет собой крупнозернистый материал или твердый продукт в виде отдельных штук (соя, бобы, какао, ядра орехов и т. п.). В этом случае поступают так же, как сказано в предшествующем пункте; иногда при отборе части пробы прибегают к квартованию.

в) Проба представляет собой жидкость (вино, эссенция, молочная кислота). Пробу перемешивают взбалтыванием, после чего берут требуемое для испытания количество.

г) Проба представляет собой густую жидкость, вязкую массу (патока, повидло, джем, подварка, многие виды фруктового-ягодного пюре). Если возможно, пробу тщательно перемешивают шпателем, ложкой; в отдельных случаях пробу приходится слегка подогреть для понижения вязкости; при подогревании (до 40 °С, но не выше) сосуд необходимо прикрывать.

д) Проба представляет собой твердый продукт в виде отдельных кусков разной величины или в виде одного куска (сахар-рафинад, шоколадная глазурь, тертое какао и т. п.). Пробу измельчают в ступке, на терке, на специальных аппаратах-мельницах, после чего берут в нужном количестве для анализа.

е) Проба при комнатной температуре — твердый продукт, но при повышенной температуре плавится (твердые жиры и масла, воск, парафин). Пробу расплавляют в сосуде на горячей водяной бане, хорошо перемешивают и отливают требуемое для исследования количество; иногда расплавленный жир, воск, парафин фильтруют через горячий фильтр.

Подготовленные к анализу пробы следует обязательно поместить в стеклянные боксы с хорошо пришлифованными крышками или в стеклянные баночки с притертыми пробками или

плотно пригнанными резиновыми или корковыми пробками. Негигроскопичные материалы можно помещать в банки из пластмассы с завинчивающимися крышками.

### Подготовка проб готовых изделий

а) Если изделия являются однородными, т. е. приготовленными из одной массы (леденцовая карамель, мармелад, пастила, шоколад, печенье, халва, пряники и т. п.), то из разных мест средней пробы отбирают некоторое количество изделия, но не менее 100 г, удаляют обертку, если таковая имеется, тщательно измельчают в большой фарфоровой ступке или в мясорубке до видимой однородности, после чего растертую массу помещают в герметическую лабораторную тару.

б) Если готовые изделия неоднородны (комбинированные изделия в виде карамели с начинкой, конфет с глазурью, многослойных конфет, шоколада с начинкой, вафель с начинкой и т. п.), то пробу, освобожденную от обертки, разделяют на несколько частей согласно формуле

$$m = n + 1,$$

где  $m$  — количество частей, на которые разделяют пробу;  
 $n$  — число различных составных частей в изделии.

Так, например, если многослойная конфета состоит из трех конфетных масс, то всю пробу разделяют на четыре части. Одну часть измельчают всю целиком, остальные части используют для отделения каждой из масс, которые отделяют так, чтобы не затронуть другую массу. Отделенные массы измельчают и помещают в герметически закрывающуюся тару.

Такое разделение применяют, когда требуется установить соотношение составных частей изделия или определить какой-либо показатель составной части, например влажность корпуса конфеты или содержание жира в глазури конфеты.

Бывают случаи, когда требуется определить влажность изделия, которое трудно сделать однородным при перемешивании или измельчении, например карамель с начинкой. В этом случае поступают так: не менее  $\frac{3}{4}$  средней пробы измельчают, переносят во взвешенный вместе со стеклянной палочкой стакан или фарфоровую чашку, взвешивают с точностью до 0,01 г, затем приливают около 25% воды мерным цилиндром, нагревают до 60—70 °С на водяной бане при перемешивании и растворяют навеску. Приготовленный раствор должен иметь однородную консистенцию. Охладив полученный раствор, его немедленно взвешивают с точностью до 0,01 г и переносят в герметически закрывающуюся банку, отметив величину взятой для растворения навески пробы  $A$  и массу приготовленного раствора  $B$  из указанной выше средней пробы.

Для определения влаги во взятой пробе берут навеску  $g$  полученного раствора пробы с точностью до  $0,01$  г в количестве около 5 г. Эта навеска будет содержать количество пробы  $c$ :

$$c = g \frac{A}{B}.$$

*Пример.* Взято средней пробы измельченной карамели с начинкой 50 г, прибавлено 13 мл дистиллированной воды, растворено при нагревании, охлаждено и взвешено. Получилась масса раствора 60 г. Из этого раствора взята навеска в количестве 5 г для определения сухих веществ. Величина навески средней пробы будет

$$c = 5 \cdot \frac{50}{60} = 4,167 \text{ г.}$$

## 8. ПРИЕМЫ ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ

Органолептические испытания занимают довольно видное место при оценке качества не только готовых изделий, но и полуфабрикатов и сырья. Во многих случаях органолептическая оценка продукта является решающей, так как если какой-нибудь продукт по своим вкусовым свойствам непригоден в пищу или для производства, то нет никакого смысла проверять его физические и химические показатели.

В технических условиях и ГОСТе на готовые кондитерские изделия уделено довольно много места описанию внешнего вида кондитерских изделий и требований, предъявляемых к ним в отношении консистенции, структуры, формы, цвета, запаха, вкуса и т. п.; довольно подробно описываются требования к качеству заправки, расфасовки и упаковки. Все эти требования с точки зрения их качественного выполнения определяются органолептической оценкой.

При осмотре какой-либо контролирующей организацией готовой продукции в цехе, на складе предприятия или в торговой точке органолептическая оценка качества продукции начинается при отборе проб.

При выпуске нового изделия или при изменении технологического процесса качество получаемого продукта проверяется органолептическим методом, который в данном случае является решающим.

Для органолептической оценки качества проводятся дегустации изделий и полуфабрикатов специальными комиссиями.

Оценка показателей качества дается по пятибалльной системе. При том или ином дефекте оценочный балл снижается. Результаты заносятся в карту оценки, где проставляется оценочный балл по внешнему виду, консистенции, соотношению составных частей, их качеству и структуре, по вкусу и аромату; здесь же характеризуется оформление и дается общее заключение. Каж-

дый член комиссии заполняет карту оценки отдельно. Результаты отдельных оценок суммируются и выводится средний оценочный балл на то или иное изделие.

У К органолептическим методам оценки можно отнести также определение размеров и массы изделий, которые нормируются массой определенного числа штук или числом штук в 1 кг. Кроме того, органолептическими методами определяют стойкость суспензии заваренного порошка какао по скорости образования видимого осадка на дне стакана; поседение шоколада и шоколадных конфет; количество лома печенья путем его подсчета; набухаемость галет. Способы определения этих и других качественных показателей описаны в ГОСТе на методы испытаний кондитерских изделий.

## Глава II

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ВОДЫ И СУХИХ ВЕЩЕСТВ

#### 1. КРАТКИЕ СВЕДЕНИЯ О ВЛАГЕ, СОДЕРЖАЩЕЙСЯ В МАТЕРИАЛАХ

Определение количества воды в органических и биологических материалах представляет собой довольно трудную задачу.

До сих пор весьма распространено определение влаги высушиванием до постоянной массы при температуре 100—105°C. Для различных продуктов на высушивание до постоянной массы затрачивается неодинаковое количество времени.

При высушивании печенья при 100—105°C постоянство массы получается через 4—5 ч; при этих же условиях постоянство массы карамельной массы не достигается даже через 20 ч.

Разное время достижения постоянной массы объясняется тем, что связь влаги с материалом имеет различную форму. Прочность связи влаги с материалом зависит от количества энергии, необходимой для ее выделения из материала. По форме связи влаги с материалом различают пять групп.

1. Влага, связанная химически. Это наиболее прочная форма связи. Влага соединена с материалом химически в виде гидратов или кристаллогидратов. Например, влага в кристаллах сернокислой меди  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , лимонной кислоты  $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Количество такой влаги находится в определенных соотношениях с основным веществом.

2. Влага, связанная адсорбционными силами. Влага, поглощенная поверхностью пористого тела. Особенно прочно удерживается адсорбционная влага, находящаяся в мономолекулярном слое у поверхности материала.

3. Влага, связанная капиллярными силами, заполняет мельчайшие капилляры пористого тела. Удерживается в пористом теле вследствие понижения давления насыщенного пара на вогнутых поверхностях капилляров.

4. Влага, связанная осмотически. Это влага растворов материала в воде. Например, влага сахарного сиропа.

5. Влага свободная удерживается в материале механически за счет дисперсной пространственной сетки материала. Эта влага может быть выделена из материала за счет создания разницы давления.



При высушивании свободная влага удаляется сравнительно легко, связанная влага удаляется труднее. Химически связанная влага при высушивании обычно не удаляется.

Подавляющее большинство материалов кондитерского производства и кондитерские изделия являются коллоидными веществами, находящимися в состоянии высокой степени раздробленности (дисперсности), и в силу огромной величины развитой поверхности обладают большой адсорбционной способностью по отношению к воде.

## **2. ОБ ОПРЕДЕЛЕНИИ ВЛАЖНОСТИ В ПРОДУКТАХ КОНДИТЕРСКОГО ПРОИЗВОДСТВА. СПЕЦИФИЧНОСТЬ МЕТОДОВ**

Выбор того или иного метода определения влажности зависит от ряда факторов; среди них наиболее важными являются те, которые зависят от природы анализируемого вещества, от трудностей выполнения методики, от чувствительности и точности ее.

В производстве, где для своевременного регулирования технологического процесса имеет большое значение быстрота определения, а соблюдение высокой степени точности отодвигается на второй план, применяются различные регистрирующие приборы, основанные на косвенном определении влажности по электропроводности, диэлектрической проницаемости материала и др.

Продукты кондитерского производства весьма разнообразны и по составу, и по структуре, и по физико-химическим свойствам. Поэтому единого метода определения влаги или сухих веществ во всех этих продуктах нет.

Для определения влажности в пищевых продуктах используется термический метод — высушивание при определенной температуре. Как увидим ниже, этот метод является условным, а главное длительным. Тем не менее во многих случаях при разработке других, более быстрых и удобных методов очень часто пользуются методом сушки до постоянного веса как контрольным (конечно, если нет других, более объективных и точных методов).

Довольно распространены в кондитерском производстве такие физические методы, как определение сухих веществ по относительной плотности раствора, и рефрактометрический. На некоторых предприятиях используется метод отгонки влаги по Кульману, весьма объективный для продуктов кондитерского производства. Многие продукты, особенно кондитерские изделия, содержат алкоголь, ароматические вещества, сложные эфиры и эфирные масла. Улетучиваясь с влагой, они в одних случаях изменяют результаты высушивания, в других искажают рефрактометрический показатель и плотность.

Эти обстоятельства осложняют получение достоверных результатов и делают методы определения сухих веществ или влажности условными.

Электрические методы определения влажности — кондуктометрический, основанный на определении электропроводности, и метод диэлектрической проницаемости (электроемкостный) — пока не нашли применения в кондитерском производстве.

Кондуктометрический метод дает грубые результаты, так как результат его зависит от количества электролитов в исследуемом продукте.

Метод диэлектрической проницаемости, основанный на измерении диэлектрической константы диэлектрика, помещенного между обкладками электрического конденсатора, базируется на том принципе, что диэлектрическая проницаемость воды (81,0) больше диэлектрической проницаемости сахарозы (3,7), крахмала (10,0), спирта (26,0), клетчатки (6,5) и т. д. Чем больше в исследуемом материале воды, тем больше будет его диэлектрическая проницаемость. Этот метод дает неплохие результаты для мелкозернистых продуктов, таких, как, например, кунжутное семя и даже ядро арахиса, но пока результаты этого метода для изделий и полуфабрикатов неудовлетворительны.

Большой интерес представляет йод-пиридин-сульфитный метод Карла Фишера, отличающийся быстротой и позволяющий определять истинную влажность (свободную и связанную) с высокой степенью точности. Этот метод может быть с успехом использован во многих случаях как контрольный при разработке других методов определения сухих веществ.

### **3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГИ ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ (ВЫСУШИВАНИЕМ)**

#### **Общие сведения**

Термогравиметрический метод определения влаги, основанный на удалении воды высушиванием при той или иной температуре и взвешивании сухого остатка, весьма распространен в лабораторной практике.

К этому методу относится сушка до постоянной массы при температуре 100—105 °С и сушка при других температурах (125, 130—135 °С). При таком определении влажности необходимо соблюдать основное правило: удаляя воду нагреванием, сохранять сухой остаток без изменения.

Метод сушки до постоянной массы прост, но длителен и, кроме того, дает приблизительные результаты даже при высокой степени аккуратности выполнения техники определения.

Во время высушивания нагреванием нельзя не считаться с тем, что при термическом воздействии на многие органические

вещества, содержащиеся в исследуемом продукте, вместе с водой удаляются и другие летучие вещества, происходят изменения, связанные с химическим присоединением воды или химическим разложением, что, конечно, не должно бы иметь места при определении количества сухих веществ.

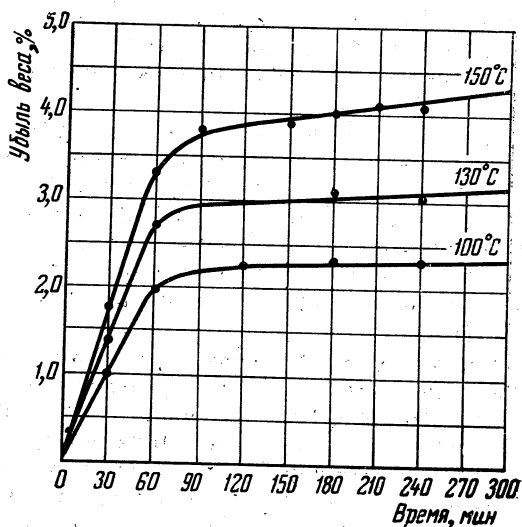


Рис. 1. Убыль (в %) веса карамельной массы в процессе высушивания при температурах 100, 130, 150 °C.

При определении влажности многих пищевых продуктов при разной температуре за один и тот же промежуток времени часто получаются различные результаты.

На рис. 1 графически изображена убыль веса (в %) карамельной массы в зависимости от времени высушивания при температуре 100, 130 и 150 °C. Эти кривые показывают, что вначале идет энергичное удаление воды из взятой навески, затем скорость удаления влаги замедляется. Продолжающееся удаление воды при 150 °C свидетельствует о том, что либо при 100 °C связанная влага почти перестала удаляться на 180-й минуте, либо при 150 °C имеет место разложение карамели. Одним словом, через час при 100 °C убыль веса будет равна 2%, при 130 °C — 2,75%, а при 150 °C — 3,25%.

В продуктах кондитерского производства при определении влажности высушиванием при 100—105 °C или 130 °C конечный результат является, вообще говоря, только потерей в массе, а не истинной влажностью.

Причинами неверных результатов, получающихся при высушивании при температуре 100°C и более, являются:

а) наличие в продуктах неводных компонентов, улетучивающихся вместе с влагой (спирт, эфиры, эфирные масла и т. п.);  
б) разложение вещества под воздействием высокой температуры;

в) присоединение воды к некоторым компонентам продукта (явление гидролиза): декстринизация, инверсия, гидролиз белковых веществ;

г) окисление жиров кислородом воздуха.

Явления, указанные в первых двух пунктах, приводят к завышенным показателям влажности и в последних — к заниженным.

Чтобы уменьшить влияние гидролиза белков, инверсии сахарозы, декстринизации, высушивание начинают при температуре ниже 100°C, повышая ее после того, как главная часть воды будет удалена.

Для устранения окисляющего действия воздуха высушивание ведут в атмосфере какого-либо инертного газа ( $N_2$ ,  $CO_2$ ).

Чтобы избежать разложения вещества, высушивание ведут при температуре ниже критической.

Имеются еще факторы, являющиеся источником ошибочных заключений и погрешностей при определении содержания влаги методом высушивания:

а) несоблюдение времени и температуры высушивания, особенно при ускоренных методах сушки, когда высокая температура, например 130—135°C, строго ограничивает время пребывания навески продукта в сушильном аппарате;

б) образование на высушиваемом материале корочки, препятствующей удалению воды (изделия из сахара и патоки и др.); чтобы устранить это влияние, материал сушат с песком; если вещество не распределяется в песке, добавляют к навеске небольшое количество воды, которая растворяет навеску и равномерно распределяет ее по поверхности песчинок;

в) характер структуры высушиваемого продукта; например, растительные ткани, клетки, капилляры прочно удерживают воду; повышение температуры при высушивании дает незначительный эффект, так как при этом уменьшается водопроницаемость стенок клеток и капилляров. Все это устраняется тщательным измельчением материала.

Скорость высушивания зависит от разности между упругостью водяного пара у поверхности высушиваемого материала и упругостью водяного пара в окружающем воздухе. С повышением температуры скорость высушивания возрастает, так как упругость пара над веществом увеличивается больше, чем упругость пара в воздухе. Время высушивания можно значительно сократить, если из окружающей навеску атмосферы каким-либо

способом удалять влагу, например, высушиванием в эксикаторе над влагопоглощающим веществом, подачей в сушильный шкаф высушенного воздуха, удалением воздуха с парами воды из вакуум-сушильного шкафа и помещением в него дессиканта.

Ниже отражено остаточное содержание воды в 1 л воздуха при 25 °С над различными влагопоглощающими веществами.

**Остаточное содержание воды в 1 л воздуха над осушающими веществами**

Осушитель	Содержание воды в 1 л воздуха, мг
Фосфорный ангидрид . . . . .	2·10 <sup>-5</sup>
Едкое кали расплавленное . . . . .	0,002
Серная кислота (относительная плотность 1,84) . . . . .	0,003
Едкий натр расплавленный . . . . .	0,16
Окись кальция . . . . .	0,20
Хлористый кальций гранулированный . . . . .	0,14—0,25
Хлористый цинк . . . . .	0,8
Медь серноокислая безводная . . . . .	1,4

**Сушильные аппараты**

Сушильные аппараты (шкафы) бывают различной конструкции с различным способом нагревания. Одни шкафы обогреваются светильным газом, другие — электричеством.

Наиболее распространены электрические сушильные шкафы. Температура нагревания внутри шкафа (до 250 °С) поддерживается на требуемом уровне либо специальным реостатом, либо включением и выключением части нагревательных секций.

Сушильные шкафы, у которых греющие секции заделаны в дно и стенки камеры, имеют один существенный недостаток — большую тепловую инерцию, что весьма затрудняет установление требуемой температуры. Если, например, температура внутри шкафа по показаниям термометра поднялась до 130 °С и нагреватели затем были выключены, то, несмотря на это, температура будет повышаться за счет тепла, отдаваемого перегородками шкафа.

Лучшими сушильными шкафами являются те, у которых электронагреватели помещены внутри сушильной камеры (в нижней части ее). Тепловая инерция этого шкафа небольшая и при пользовании терморегулятором позволяет получать требуемую температуру с колебаниями не более ±2 °С.

В верхней части сушильных шкафов имеются отверстия в виде втулок для помещения термометров и отверстия (часто с регулятором) для выхода влажного воздуха. У некоторых шкафов регулируемые отверстия для притока воздуха делают в нижней части.

Сушильный шкаф обычно имеет две полки. Чтобы пользо-

ваться обеими полками, необходимо иметь два термометра, концы которых должны помещаться над соответствующей полкой. Лучше всего пользоваться верхней полкой, помещая на ней тару с навеской высушиваемого материала на расстоянии не более 3 см от шарика термометра.

Для установления в шкафу нужной температуры лучше всего пользоваться автоматическими терморегуляторами, конструкции которых и принципы работы весьма разнообразны.

**Вакуум-сушильный шкаф** (рис. 2). Этот шкаф имеет цилиндрическую форму. Откидывающаяся застекленная дверца герметически прижимается посредством барашков. Шкаф имеет двойные стенки, в пространство между которыми наливают воду.

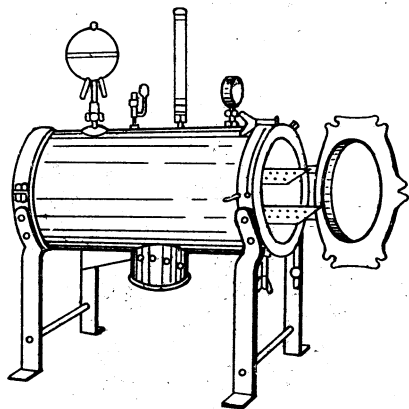


Рис. 2. Вакуум-сушильный шкаф.

Чтобы при кипении вода не испарялась, шкаф снабжен обратным холодильником. На шкафу смонтированы термометр и вакуумметр; кроме того, имеются три крана: один для присоединения к вакуум-набсосу, другой — для впуска воздуха, третий (внизу) — для выпуска воды.

В качестве вакуум-насоса может быть использован масляный или водоструйный насос.

Нагреватель шкафа устроен в нижней части. Шкаф может обогреваться либо газом, либо электричеством. Внутри шкафа смонтированы две выдвижные полки.

Температура внутри шкафа более 100 °С может быть получена заменой воды водным раствором глицерина.

**Сушильный полуавтомат.** Общий вид полуавтомата изображен на рис. 3. Он представляет собой электросушильный шкаф цилиндрической формы, в котором может быть установлена любая температура в пределах 90—170 °С. Внутри шкафа имеется диск с гнездами для алюминиевых тарелок, на которые помещается навеска исследуемого вещества. Диск с тарелками может поворачиваться посредством оси, проходящей через центр верхней части шкафа и несущей на верхнем конце маховичок 1. Тарелки с навесками устанавливаются в гнезда диска через дверцу 2, подводя маховичком соответствующие гнезда. Нагреватель, состоящий из накаляемых током проволок, помещен под шкафом; воздух, просасываемый вентилятором 3, обтекает нагреватель, подается в сушильное пространство шкафа и через

отверстия 4 в верхней крышке выходит наружу. На аппарате смонтирован контактный термометр и реле (на рисунке не видны) для установки нужной температуры. Шкаф снабжен специальными весами 5, взвешивающими тарелку в самом шкафу.

При первоначальной навеске вещества в 10 г весы после сушки материала непосредственно показывают влажность вещества в процентах. Отсчет производится по зеркальной шкале, проектируемой на матовое стекло 6, освещаемое лампочкой и расположенное с правой стороны весов. Перед взвешиванием специальным переключателем, находящимся с правой стороны шкафа, выключают вентилятор и нагреватель, при этом одновременно загорается лампочка шкалы весов.

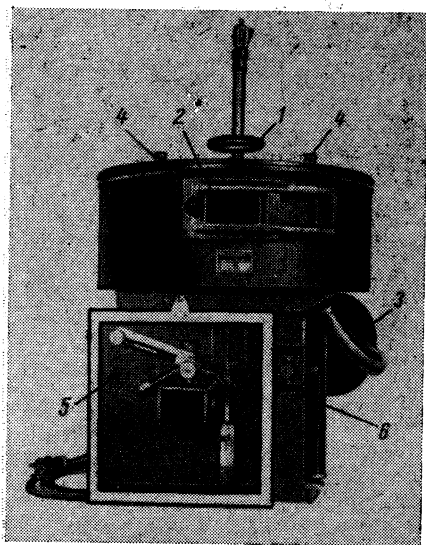


Рис. 3. Сушильный полуавтомат.

В аппарат помещается одновременно 10 тарелок с навесками. Масса тарелки 11,5 г. Навески берут с точностью до 0,01 г. Аппарат приспособлен для определения влажности муки, зерна и им подобных продуктов, содержание влаги в которых не превышает 20%, но может быть использован для сушки и других материалов.

При большом количестве влаги в продукте берут соответственно меньшую навеску, например 5 г, и умножают показание весов на 2.

Порядок работы на этом аппарате следующий.

1. Контактный термометр устанавливают на требуемую температуру вращением магнитной головки на верхнем конце его.
2. Присоединяют аппарат к сети того напряжения, какое помечено на паспорте, и включают аппарат посредством выключателя, находящегося с левой стороны.
3. Берут навески предварительно измельченных объектов.
4. Когда будет достигнута требуемая температура, открывают дверцу шкафа и помещают тарелки с навесками в гнезда диска (левый рычаг весов должен быть поднят).
5. По достижении намеченного конца сушки включают правый переключатель, опускают плавно рычаг весов вниз и отсчитывают показание по шкале на матовом стекле.

На этом полуавтомате можно очень быстро определять влажность мучных изделий, муки, порошка какао. Один аналитик за 8 ч может сделать до 70—80 определений влажности.

*Общие правила определения влаги высушиванием  
в сушильном шкафу и вакуум-сушилке*

Перед тем как приступать к определению влаги, сушильный шкаф или вакуум-сушилку нужно разогреть до требуемой температуры; вода в рубашке вакуум-сушилки должна кипеть.

Навеску берут на аналитических весах в количестве 2—3 г с точностью до 0,001 г; чтобы избежать потери влаги при взвешивании, следует взять шпателем приблизительное количество вещества, поместить его в предварительно взвешенную бюксу, сейчас же закрыть крышкой и затем точно взвесить.

Для высушивания желательно применять низкие бюксы, высота которых около 30 мм, диаметр 45 мм. В бюксу нужно поместить оплавленную с обоих концов стеклянную палочку такой длины, чтобы можно было закрывать крышку. Бюксу взвешивают вместе с палочкой (тара). Перед взвешиванием чистую бюксу необходимо вытереть насухо и высушить в течение 10 мин при температуре не ниже 100 °С, а затем охладить в эксикаторе.

Многие объекты, содержащие сахар и патоку, высушивают с песком (для увеличения поверхности испарения влаги). Для этого обычно применяют прокаленный белый кварцевый песок; можно брать и речной песок, но его надо предварительно промыть соляной кислотой, а затем водой до полного удаления кислоты высушить и прокалить в муфеле. Песка берут 6—8-кратное количество по отношению к навеске. Бюксу взвешивают вместе с палочкой и песком (тара).

Если взятая навеска представляет собой густую, липкую или плотную массу, то к ней прибавляют не более 1 мл воды, ставят бюксу на кипящую водяную баню и, помешивая палочкой, распределяют навеску в песке; затем подсушивают все на кипящей водяной бане при частом помешивании палочкой до видимой сухости, после чего бюксы с навесками помещают в сушильный шкаф приблизительно посередине верхней полки, около термометра; в вакуум-сушилке, а также в сушильном шкафу с водяной рубашкой бюксы ставят на верхней и нижней полках.

Применяют два способа высушивания.

1. До постоянного веса при температуре 100—105 °С.

Обычно для достижения постоянства массы бывает достаточно (при навеске около 2—3 г) сушить материал не более 3—5 ч. По истечении этого времени бюксу охлаждают в эксикаторе, взвешивают и снова сушат в течение часа. Если разница после дополнительного высушивания не превысит 0,001 г, то сушка считается законченной.



2. Ускоренный метод высушивания при 130—135 °С в течение 50 мин.

В сушильный шкаф, нагретый до 135 °С, помещают бюксы с навеской и сушат в течение строго определенного времени при 130 °С. Для большинства кондитерских изделий — порошка какао, глазури, пралине, ириса, молочных конфет, сбивных изделий — навеска берется 2—3 г с точностью до 0,001 г. Для мучнистых кондитерских изделий допускается навеска около 5 г, взятая с точностью до 0,01 г. При сушке с прокаленным песком его берут 6—8-кратное количество.

Время сушки печенья по ГОСТу 5900—63 длится 40 мин. Если при помещении бюксы температура в шкафу опустилась ниже 130 °С, то время сушки считают с момента достижения температуры 130 °С. Отклонение от температуры 130 °С не должно превышать ±2 °С.

После высушивания бюксы с навесками помещают на 20—30 мин для остывания в эксикатор, наполненный сплавленным гранулированным хлористым кальцием, концентрированной серной кислотой или фосфорным ангидридом; бюксы в эксикаторе не следует плотно прикрывать крышками. Остывшие бюксы с навесками плотно прикрывают крышками и взвешивают.

Получившаяся убыль в массе по сравнению с первоначальной массой навески принимается за влажность; процент влаги  $W$  вычисляют по формуле

$$W = \frac{a \cdot 100}{g},$$

где  $a$  — убыль в весе при сушке, г;

$g$  — навеска пробы, взятой для сушки, г.

Определение сухих веществ высушиванием в сушильном шкафу — операция довольно длительная; поэтому в тех случаях, где это возможно и проверено, рекомендуется применять более ускоренные методы.

*Пример.* Определяется влажность сырого крахмала на сушильном полуавтомате. Предполагаемая влажность крахмала 25—30%.

Навеска крахмала 10 г, добавлены гирьки в количестве 1,5 г.

Отсчет по шкале после сушки 9,3%.

К отсчету прибавляем десятикратную массу добавленных гирек и получаем влажность крахмала, равную

$$9,3 + 15 = 24,3\%.$$

#### 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГИ ПО ВЕЛИЧИНЕ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ПЛОТНОСТИ РАСТВОРА ВЕЩЕСТВА

Плотностью называется количество массы данного тела, заключенной в единице объема.

Относительной плотностью называется отношение плотности одного тела к плотности другого, принятой за стандартную.

Обычно за тело со стандартной плотностью принимается вода. Тогда относительной плотностью можно назвать отношение плотности тела к плотности воды.

Так как величина плотности изменяется с изменением температуры, то и величина относительной плотности будет зависеть от температуры, при которой производится ее измерение, а также и от температуры стандартного тела (воды), к плотности которого взято отношение.

Относительная плотность обозначается символом  $d_{t_2}^{t_1}$ . Это означает, что определение относительной плотности производилось при температуре  $t_1$  по отношению к воде при температуре  $t_2$ . Чаще всего определение относительной плотности производится при  $20^\circ\text{C}$  по отношению к воде температурой тоже  $20^\circ\text{C}$  и соответственно обозначают  $d_{20}^{20}$ . Реже определение относительной плотности производят по отношению к воде при температуре  $4^\circ\text{C}$  и соответственно обозначают  $d_4^{20}$ .

Для одного и того же раствора  $d_{20}^{20}$  всегда больше  $d_4^{20}$ , потому что плотность воды при  $20^\circ\text{C}$  меньше плотности воды при  $4^\circ\text{C}$ . Плотность водного раствора какого-либо вещества изменяется при изменении концентрации, поэтому по плотности можно судить о количестве вещества, находящегося в растворе.

В кондитерском производстве относительной плотностью водных растворов многих продуктов пользуются для определения количества сухих веществ в них и за неимением специальных таблиц применяют таблицы, составленные для растворов чистой сахарозы. При пользовании этими таблицами необходимо помнить, что кондитерские продукты, как, например, карамель леденцовая, содержат примесь несахаров, к которым относятся декстрины патоки, влияющие на величину относительной плотности приготовленного раствора, а стало быть, и на результат определения содержания сухих веществ в исследуемом объекте.

Экспериментально установлено, что при контроле сухих веществ карамельной массы на патоке, сахарной помады на патоке, сахаро-паточных сиропов количество сухих веществ, определенное плотностным методом, не соответствует действительному их содержанию. Например, для сахаро-паточного карамельного сиропа, приготовленного из расчета 100 кг сахара и 50 кг патоки, при концентрации 20 г сиропа в 100 мл относительная плотность раствора  $d_{20}^{20} = 1,0645$  соответствует 84,10% сухих веществ, тогда как фактическое содержание сухих веществ в нем равно 83,32%, т. е. на 0,78% меньше.

Во многих видах кондитерских изделий, состоящих не только из сахара, патоки, инвертного сахара, но даже содержащих фруктовые массы, можно контролировать содержание сухих веществ плотностным методом. Например, фруктовая начинка, приготовленная из яблочного пюре и содержащая примерно

60—70% сахара, после приготовления 100 мл раствора из 20 г начинки показывает такой же процент сухих веществ, как тот же раствор, но после фильтрации для отделения растительных тканей.

Влияние сухих веществ патоки на величину относительной плотности раствора кондитерского изделия довольно заметное и в среднем составляет 0,026% на каждый процент сухих веществ патоки. Если исследуемое изделие содержит  $a\%$  сухих веществ патоки, то величина  $0,026a$  будет поправкой, которую надо вычесть из найденного процента сухих веществ в данном изделии или прибавить к найденному проценту влаги. Для карамельной массы и сахаро-паточных сиропов имеется специальная таблица, о которой мы скажем ниже; для других видов изделий, растворимых в воде, например мармелада фруктового и желейного, начинок фруктовых и т. п., пользуются при плотностном методе таблицей для растворов изделий, не содержащих патоки (см. Приложение, табл. II), по которой вычисляют процент сухих веществ, а затем, если изделие содержало патоку, вычитают указанную выше поправку. Процент сухих веществ патоки в исследуемом продукте находят согласно рецептуре, вычисляя его по отношению к общей закладке всех сухих веществ.

Растворы многих кондитерских изделий при плотностном методе определения сухих веществ готовят при подогревании до температуры 50—60°C с целью ускорения растворения навески. Если изделие содержит какую-либо пищевую кислоту и в процессе подогревания температура раствора поднимется почти до точки кипения, то при этом произойдет инверсия сахарозы, а это в свою очередь будет причиной нарастания количества сухих веществ, и результат определения содержания сухих веществ получится несколько завышенный. Чтобы избежать этого, навеску следует растворять в горячей воде, имеющей температуру не выше 70°C.

### Приборы для определения плотности

Для определения количества сухих веществ в каком-либо продукте готовят раствор этого продукта определенной концентрации (обычно берут пробы 20 г и объем раствора доводят до 100 мл), после чего тем или иным способом устанавливают величину относительной плотности этого раствора, а затем по таблице находят количество сухих веществ. Для определения относительной плотности приготовленного раствора пользуются пикнометром или гидростатическими весами.

**Пикнометр.** Пикнометром называют стеклянный тонкостенный сосуд, имеющий калиброванную емкость, обычно 25 или 50 мл.

Пикнометры меньшей емкости удобны в том отношении, что в них температуру жидкости можно установить за более короткий срок, но они требуют и более точной работы.

На рис. 4 изображены пикнометры, применяемые в практике кондитерских лабораторий.

Пикнометр с длинной шейкой без пробки обычно применяют для растворов, содержащих сахаристые вещества (карамельная масса, помада, фруктовые начинки).

Пикнометр с капилляром применяют для определения относительной плотности вязких жидкостей (патока, сиропы).

Пикнометром с шлифованной пробкой пользуются при определении относительной плотности летучих жидкостей (тетрахлоруглерод, хлороформ).

Пикнометры *a* и *в* наполняют через воронку с длинным капилляром диаметром не более 2,5 мм.

Диаметр (внутренний) шейки пикнометров *a* и *в* должен быть не более 3 мм; чем больше диаметр шейки, тем меньше точность определения.

Приводим методику определения относительной плотности жидкости пикнометром без капилляра.

1. Взвешивают на аналитических весах чистый, совершенно сухой пикнометр ( $P_0$ ).

2. Наполняют пикнометр дистиллированной водой несколько выше метки, вода должна иметь температуру около 20 °С. Затем пикнометр помещают в ванну, наполненную водой, имеющей температуру точно 20 °С ( $\pm 0,5$  °С), и при этой температуре выдерживают в течение 30 мин, поместив в ванну термометр и регулируя температуру добавлением в нее теплой или холодной воды. По истечении указанного времени, не вынимая пикнометра из ванны, уровень (мениск) воды устанавливают на черте шейки, впитывая излишек воды трубочкой из фильтровальной бумаги. Затем пикнометр вынимают, вытирают насухо фильтровальной бумагой внутреннюю поверхность шейки, обтирают пикнометр снаружи полотняной тряпочкой и фильтровальной бумагой, держа за верхнюю часть шейки, и взвешивают через 10—15 мин, поместив пикнометр на это время около весов ( $P_1$ ).

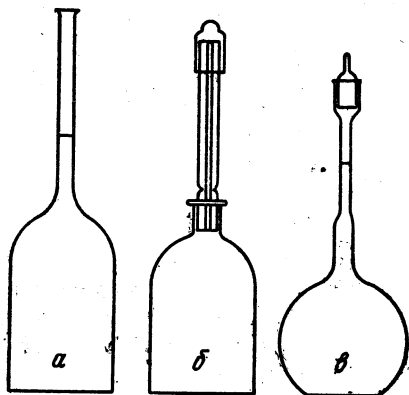


Рис. 4. Пикнометры:  
*a* — с длинной шейкой; *б* — с капиллярами;  
*в* — с шлифованной пробкой.

Установление массы воды в пикнометре, или так называемого водного числа пикнометра (калибрование), должно быть проведено на основе не менее двух параллельных определений, между которыми расхождение в массе должно быть не более 0,001 г; в противном случае производят новое определение и берут среднее арифметическое тех определений, где расхождение не превышает 0,001 г.

3. Опорожняют пикнометр, 2—3 раза споласкивают его исследуемой жидкостью, затем наполняют, темперируют так же, как указано выше, и после обтирания пикнометра внутри шейки и снаружи взвешивают ( $P_2$ ).

4. Вычисляют относительную плотность испытуемой жидкости по формуле

$$d_{20}^{20} = \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0}.$$

При определении относительной плотности патоки либо других вязких жидкостей удобно пользоваться пикнометром с капилляром (см. рис. 4, б). Этот пикнометр наполняют доверху, сняв капиллярную трубочку, и затем вставляют ее обратно. При этом жидкость войдет в капилляр и даже выйдет из капилляра наружу. Температура испытуемой жидкости должна быть несколько ниже 20°C или такой же, при которой проводят определение. Излишек жидкости, выходящей наружу, удаляют с пробки тряпочкой. Прекращение выделения жидкости из капилляра пробки при темпировании укажет на установление нужной температуры. Тогда надевают колпачок на капилляр пробки и, вытерев насухо пикнометр, взвешивают.

При отсутствии пикнометра можно заменить его мерной колбой на 100 мл; полученные результаты будут менее точными. Мерная колба должна быть прокальбрована, как пикнометр, при 20°C не менее 3 раз. Взвешивания в этом случае производят на технических весах с точностью до 0,01 г.

### **Техника определения относительной плотности пикнометром**

При определении сухих веществ плотностным методом пользуются водными растворами, которые готовят путем растворения точно 20 г исследуемого продукта и доведения объема раствора до 100 мл. В практике такие растворы принято называть двадцатипроцентными, что неправильно (20%-ный раствор содержит 20 г вещества и 80 г воды, а в нашем случае 20 г вещества после растворения доведены водой до объема 100 мл).

При приготовлении вышеуказанного раствора из 20 г вещества можно поступить двояко:

а) определяют точный объем (вместимость) пикнометра, после чего берут навеску в количестве, равном  $\frac{1}{5}$  объема пикно-

метра, растворяют ее в небольшом количестве воды, переносят количественно в пикнометр, добавляя водой до метки, темперируют и взвешивают;

б) в прокальброванную мерную колбу на 200 мл после определения ее точного объема вносят навеску испытуемого вещества в количестве, равном  $\frac{1}{5}$  объема колбы, предварительно растворив вещество в небольшом количестве воды; затем добавляют воду до метки, темперируют в течение 30 мин, после чего устанавливают мениск раствора точно по метке приемами, описанными при установлении водного числа пикнометра.

Полученным раствором наполняют пикнометр, предварительно 2—3 раза ополоснув его изнутри этим раствором. Точный объем вместимости пикнометра или мерной колбы определяют по формуле

$$V = \frac{P}{0,99717},$$

где  $P$  — водное число пикнометра или мерной колбы;  
 $0,99717 \text{ г/см}^3$  — видимая плотность воды при 20 °С.

Если определение точного объема вместимости пикнометра или мерной колбы ведут при температуре, отличающейся от 20 °С, то в формулу соответственно подставляют значение видимой плотности воды при температуре определения (см. Приложение, табл. XII).

В практике удобнее готовить раствор исследуемого вещества не в пикнометре, а в мерной колбе на 200 мл, так как это позволяет одним пикнометром, имеющим обычно объем около 50 мл, произвести не менее трех определений из одной навески.

Пикнометры после использования необходимо хорошо промыть, время от времени их следует промывать хромовой смесью; хранить пикнометры рекомендуется наполненными дистиллированной водой; водное число пикнометра следует проверять время от времени, но не реже 1 раза в месяц.

### Гидростатические весы

Принцип устройства гидростатических весов Мора-Вестфалья (рис. 5) основан на законе Архимеда, который говорит, что на всякое тело, погруженное в жидкость, действует выталкивающая сила, равная весу жидкости, вытесненной погруженным в нее телом. Этим телом в весах является стеклянный поплавок с термометром, подвешенный к крючку  $h$  на конце коромысла, опирающегося на ребро призмы  $H$ .

Правое плечо коромысла разделено на 10 делений; десятое деление совпадает с крючком для подвешивания поплавка, нулевое находится на ребре призмы. В подставке весов имеются

два винта: верхний винт  $a$  служит для установки выдвинутого штатива на определенной высоте, нижний  $b$  — для установки

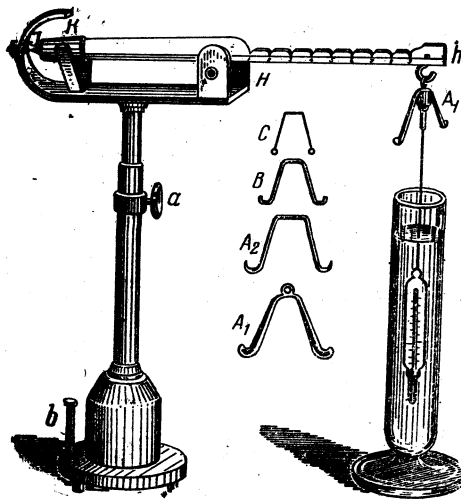


Рис. 5. Гидростатические весы.

что указывается в прилагаемом к ним паспорте.

Стеклянный цилиндр наполняют дистиллированной водой температурой  $20^{\circ}\text{C}$ , на крючок  $h$  подвешивают поплавок и помещают рейтер  $A_1$  на крючок  $h$  и винтом  $b$  устанавливают коромысло в горизонтальное положение. После этого, вылив воду из цилиндра, наполняют его исследуемым раствором. Если плотность раствора больше плотности воды, то для достижения равновесия придется добавить еще рейтеры; если же плотность раствора меньше плотности воды, то общая сумма массы рейтеров, расположенных на делениях коромысла, будет меньше единицы.

На рис. 6 показаны примерные расположения рейтеров на коромысле и соответствующая этому относительная плотность.

Чувствительность гидростатических весов Мора-Вестфала бывает различная; она зависит прежде всего от качества самого прибора.

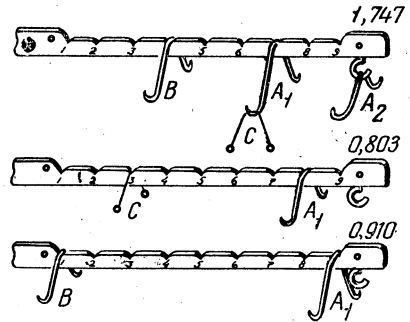


Рис. 6. Расположение рейтеров на плече гидростатических весов.

Результаты определения плотности этими весами менее точны, чем пикнометром, однако эта точность достаточна для правильной оценки содержания сухих веществ или влажности в исследуемом продукте.

Достоинством прибора является экономия времени при определении.

Для определения количества сухих веществ этими весами, например в сахарной помаде, берут прокаленную мерную колбу емкостью 200 мл и готовят раствор, содержащий 20 г помады в 100 мл раствора (навеску берут на технических весах, по количеству равную  $\frac{1}{5}$  истинного объема вместимости мерной колбы).

После temperирования при 20 °С и установления мениска раствора на метке жидкость в колбе взбалтывают, наполняют ею цилиндр весов, погружают поплавки и уравнивают коромысло рейтерами. Записывают величину относительной плотности раствора, после чего по табл. I (Приложение) находят процент сухих веществ.

### Таблицы для вычисления содержания сухих веществ

Чтобы по определенному с помощью пикнометра или гидростатических весов значению относительной плотности найти процентное содержание сухих веществ или влаги в исследуемом продукте, пользуются соответствующими таблицами. В Приложении даны две таблицы.

Табл. I пользуются при определении сухих веществ в карамельной массе, содержащей патоку, в сахаро-паточных сиропах и сахарной помаде на патоке. В графе 1 этой таблицы помещена относительная плотность раствора, определенная пикнометром или гидростатическими весами, а в графах 2, 3, 4, 5 и 6 — соответствующий процент сухих веществ продукта в зависимости от содержания в нем сухих веществ патоки. Таблица составлена из расчета содержания в крахмальной патоке 78% сухих веществ.

Табл. II пользуются при определении сухих веществ в продуктах, не содержащих патоки, а также в продуктах, содержащих патоку и не указанных в табл. I; в последнем случае применяется поправка, равная 0,026а, указанная на стр. 34.

#### Примеры

1. Определить влажность карамельной массы, взятой из вакуум-аппарата, если эта масса была изготовлена при соотношении сахара и патоки 2 : 1 и если относительная плотность раствора навески 20 г в 100 мл равна 1,0751.

По табл. I находим в графе 6 содержание сухих веществ, равное 97,10%. Влажность карамельной массы будет  $100 - 97,1 = 2,9\%$ .

2. Определить влажность яблочного мармелада, изготовленного по рецептуре без патоки, относительная плотность раствора (20 г в 100 мл) равна 1,0603.



По табл. II в графе 4 влажность, соответствующая относительной плотности 1,0603, не указана. Берем соседние влажности и находим среднеарифметическую величину, которая и будет влажностью мармелада:

$$\frac{21,55 + 21,25}{2} = 21,40\%$$

3. Определить влажность желеиногo формовогo мармелада, если относительная плотность раствора (20 г в 100 мл) равна 1,0622.

По табл. II находим влажность, соответствующую найденной относительной плотности раствора, равную 18,95%.

Но известно, что по рецептуре мармелад содержит 205 кг сухих веществ патоки в 837,1 кг сухих веществ загруженного сырья, что соответствует 24,5% сухих веществ патоки.

Величина поправки на сухие вещества патоки равняется

$$0,026 \cdot 24,5 = 0,64\%$$

эту поправку прибавляем к найденному проценту влажности, т. е.

$$18,95 + 0,64 = 19,59\%$$

## 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУХИХ ВЕЩЕСТВ РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

### Общие сведения

Если луч света переходит из одной среды в другую, причем оптическая плотность этих сред неодинаковая, то он изменяет свое направление — преломляется.

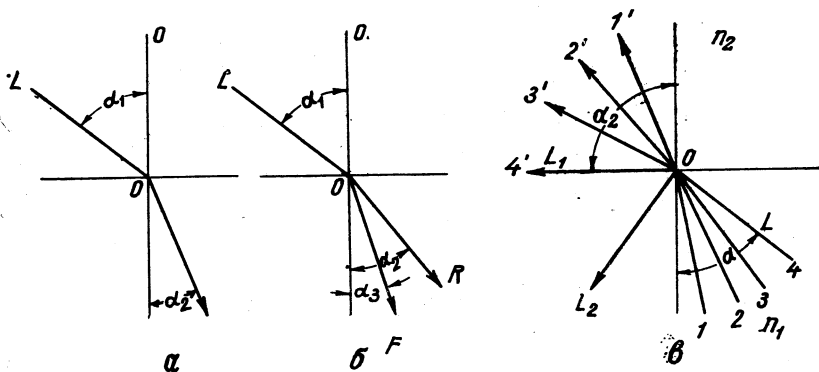


Рис. 7. Преломление и отражение света.

Предположим, что луч света  $L$  из пустоты падает на поверхность какого-либо прозрачного тела (рис. 7, а) под некоторым углом  $\alpha_1$  и, преломившись, т. е. изменив свое направление в теле, идет уже под некоторым меньшим углом  $\alpha_2$  по отношению к перпендикуляру  $O-O$ , восстановленному к поверхности тела в точке падения луча.

Показателем преломления называют отношение синуса угла падения к синусу угла преломления и обозначают это отношение символом  $n$ , называемым коэффициентом или показателем преломления, т. е.  $\frac{\sin \alpha_1}{\sin \alpha_2} = n$ . Показатель преломления не зависит от величины угла падения луча света и является характерной константой, зависящей при прочих равных условиях от длины волны светового луча.

Но световой луч, как известно, состоит из лучей разной длины волны (красные — более длинные, синие — более короткие), поэтому белый сложный луч при входе в среду (рис. 7, б) разложится на несколько простых лучей (монохроматических), образуя цветную радужную полосу, в которой наибольшее отклонение от перпендикуляра  $O-O$  будет иметь красный луч  $R$ , а наименьшее — фиолетовый  $F$ .

При рефрактометрических исследованиях для устранения светорассеяния (дисперсии) применяют монохроматический источник света — натриевое пламя, длина волны которого равна  $589,3 \text{ нм}^*$ .

Коэффициент преломления  $n_D$  показывает, что определение сделано при свете натриевого пламени (в желтом свете), обозначаемого символом  $D$ .

Если луч света переходит из среды с большим показателем преломления в среду с меньшим показателем преломления, то будем иметь соотношение

$$\frac{\sin \alpha_1}{\sin \alpha_2} = \frac{n_2}{n_1},$$

откуда

$$n_1 \sin \alpha_1 = n_2 \sin \alpha_2 = \text{const.}$$

Допустим, что луч  $L$  переходит из среды с коэффициентом преломления  $n_1$  в среду с коэффициентом преломления  $n_2$ , причем  $n_1 > n_2$  (рис. 7, в). Будем изменять угол падения  $\alpha$  луча  $L$ , удаляя его от нормали в точке падения  $O$  (направления 1, 2, 3 и 4); лучи будут выходить соответственно под большими углами к нормали (направления 1<sup>I</sup>, 2<sup>I</sup>, 3<sup>I</sup> и 4<sup>I</sup>). При большем отклонении падающий луч 4 после преломления составит прямой угол с нормалью (направление  $L_1$ ) и пойдет вдоль поверхности раздела сред. Не имея возможности войти во вторую среду, он претерпевает полное внутреннее отражение и, отразившись, пойдет по направлению  $L_2$  под углом, равным углу падения луча  $L$ , причем будет наиболее ярким.

При пропускании луча света в обратном направлении — из

\* Нанометр (нм) — рекомендуемое обозначение миллимикрона в соответствии с Международной системой единиц СИ.

среды с  $n_2$  в среду с  $n_1$  — скользящий вдоль поверхности раздела луч  $L_1$  займет положение  $L$ .

Вправо от линии  $OL$  будет темнота, левее — свет. Угол, при котором свет испытывает полное внутреннее отражение, называется предельным ( $\alpha_2$ ).

Предельному углу соответствует угол падения, равный  $90^\circ$ ,  $\sin 90^\circ = 1$ .

Подставляя в указанное выше уравнение это значение, имеем

$$\frac{n_2}{n_1} = \frac{1}{\sin \alpha_2}.$$

Таким образом, если мы определим наблюдением предельный угол полного внутреннего отражения  $\alpha_2$  при известном показателе преломления другой среды, то мы сможем вычислить показатель преломления испытуемой среды.

На этом принципе основано устройство рефрактометров для жидкостей. В рефрактометрах известным коэффициентом преломления обладают призмы, на которые наносят испытуемый раствор или какую-либо жидкость.

Коэффициент преломления растворов веществ зависит от концентрации и температуры; по показателю преломления раствора возможно определять количество вещества в растворе.

### Рефрактометры и работа с ними

**Рефрактометр лабораторный (РЛ)** служит для контроля содержания сухих веществ сахарных растворов. Все хрупкие оптические части этого прибора помещены в закрытую металлическую коробку. Общий вид этого рефрактометра показан на рис. 8.

Снаружи находятся только поверхности призм, окошко, внутри которого расположена шкала  $Sk$  и окуляр  $O$ . Призмы заключены в металлическую оправу, причем верхняя из них укреплена на оси и может откидываться вверх при помощи ручки.

Свет направляется на призмы при помощи зеркальца  $I$ , чаще всего в верхнее отверстие  $F$ , и только в случае исследования темных растворов верхнее отверстие закрывается крышечкой и лучи направляются в нижнее отверстие.

Окуляр можно поднимать и опускать, так как он укреплен на рычаге, поворачивающемся вокруг своей оси; на одной оси с этим рычагом имеется маленький рычажок  $a$ , с помощью которого вращательное движение передается компенсатору.

Окуляр вращением головки устанавливается на фокус, причем наблюдателю представляется следующая картина: с правой

стороны поля зрения расположена шкала с делениями от 0 до 95% (цена деления шкалы в интервале от 0 до 50% равна 0,2%, а от 50 до 95% — 0,1%), с левой стороны расположена шкала показателей преломления от 1,30 до 1,54.

Показания рефрактометра снимаются при помощи пунктирной линии (визир), нанесенной в виде трех штрихов, концы которых пересекают указанные шкалы.

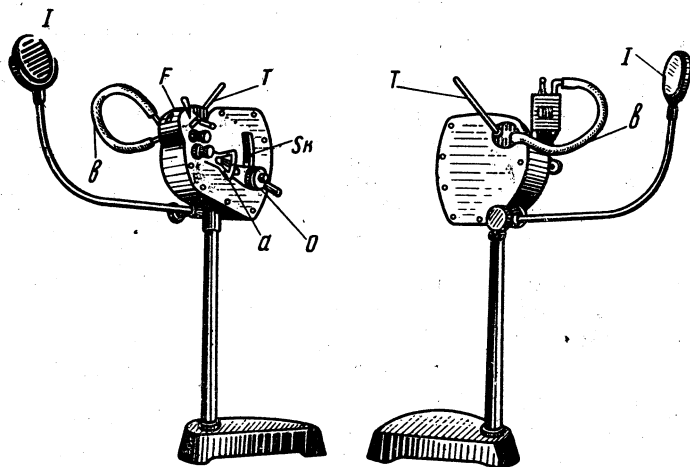


Рис. 8. Рефрактометр РЛ.

Поднимая или опуская рычаг окуляра, наводят эту линию на границу раздела темного и светлого полей и отмечают для себя соответствующие показания на шкалах.

Рефрактометр рассчитан для обычных моделей на постоянную температуру 20 °С.

Призмы, на которые наносится исследуемое вещество, заключены в оправы, полые внутри и имеющие позади по две отводные трубки; оправы верхней и нижней призм сообщаются между собой при помощи подковообразной резиновой трубки *b*, надетой на отводные отростки.

Через оправы пропускается вода с целью поддержания определенной температуры призм.

Поступающая в верхнюю оправу вода обтекает стенки призмы, переходит по резиновой трубке в нижнюю оправу и выходит наружу, омывая термометр *T*, по которому наблюдают за температурой.

Темперирование поступающей воды можно производить с помощью термостата типа ТС-15М или другой конструкции. При отсутствии специального термостата пользуются следующим приспособлением (рис. 9). В большую бутылку емкостью 5—6 л

наливается вода требуемой температуры; нижний тубус бутылки (или сифон) соединяется резиновой трубкой с оправами призм рефрактометра; на трубку надевается винтовой зажим. На нижний отросток оправы надевается другая резиновая трубка с зажимом; конец этой трубки опущен в водосток или в какой-либо сосуд.

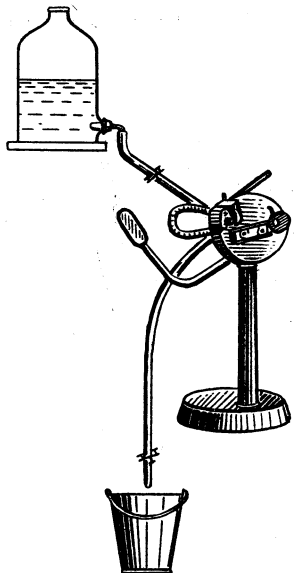


Рис. 9. Приспособление для темперирования призм рефрактометра.

Для установления требуемой температуры призм температура воды в бутылки должна быть на несколько градусов выше или ниже, смотря по температуре помещения. Винтовой зажим на резиновой трубке от верхней бутылки открывают, а нижним зажимом регулируют скорость вытекания воды, наблюдая за температурой по термометру рефрактометра.

Отсчет показаний рефрактометра можно делать и без темперирования призм при температуре в пределах 15—30°C, но в этом случае необходимо пользоваться табл. III температурных поправок (Приложение), так как величина показателя преломления меняется с изменением температуры. Величина поправки вычитается из найденного количества сухих веществ, если температура, при которой производилось определение, была ниже 20°C, и прибавляется, если температура была выше.

Определение производят следующим образом:

а) откидывают вверх оправу с призмой и при помощи оплавленной стеклянной палочки наносят на поверхность нижней призмы (не касаясь ее палочкой, чтобы не поцарапать) одну-две капли исследуемого вещества и накрывают нижнюю призму верхней;

б) наблюдают в окуляр освещенность поля зрения, направив пучок лучей света от зеркальца в верхнее или нижнее окошечко призм, смотря по окраске исследуемого вещества. Быстро отсчитывают показание рефрактометра, так как оно может измениться вследствие возможной потери влаги от испарения;

в) если в поле зрения имеется радужная граница между освещенной и неосвещенной частью поля, вращением рукоятки компенсатора стараются устранить радуго;

г) сдвинув окуляр, вновь устанавливают его на визир и снова отсчитывают показание, беря за окончательное среднее арифметическое из двух показаний;

д) по окончании определения поверхность призм тщательно вытирают ватой, слегка смоченной водой или спиртом.

Чтобы проверить правильность показаний, на призму рефрактометра при  $20^{\circ}\text{C}$  наносят каплю дистиллированной воды; если граница светлого и темного полей по визиру будет находиться против показателя преломления  $n=1,333$ , что на шкале процентов соответствует нулю, то рефрактометр считается установленным. В случае отклонения визира от нулевого деления прибор устанавливают на нуль при помощи специального торцового ключика, прилагаемого к рефрактометру.

**Универсальный рефрактометр** (рис. 10). Рефрактометр имеет две призмы, помещенные в нижнем конце зрительной трубы; одна из призм откидывается на шарнире. Между призмами помещают слой испытуемой жидкости.

Зазор между сложенными призмами около  $0,15\text{ мм}$ . Чтобы нанести на призму слой испытуемой жидкости, рефрактометр поворачивают вокруг оси так, чтобы откидывающаяся призма приняла верхнее положение, после чего эту призму откидывают, наносят одну-две капли жидкости на непод-

вижную призму, затем совмещают обе призмы, прижав откидывающуюся призму имеющимся рычажком, и поворачивают рефрактометр в рабочее положение, показанное на рисунке. Луч света направляют на зеркальце; отразившись, он пройдет через нижнюю призму, затем через слой жидкости, преломится и войдет в верхнюю призму, изменив направление. Через окуляр зрительной трубы будет видна граница темного и светлого полей, устанавливаемая на точке пересечения нитей, в поле зрения трубы. Отсчет величины коэффициента преломления производится с точностью до  $0,0001$ .

Радуга на границе темного и светлого полей устраняется посредством винта. Обе призмы заключены в металлическую рубашку, в которой может циркулировать вода требуемой температуры.

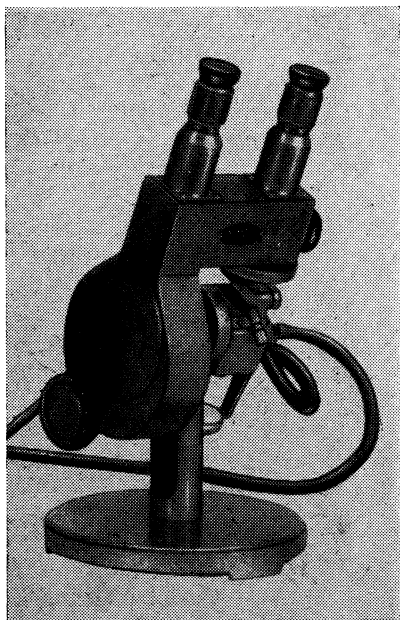


Рис. 10. Универсальный рефрактометр.

При отсутствии возможности темперировать призмы, а также когда не требуется высокая степень точности определения, показание прибора приводят к нормальной температуре по следующей приближенной формуле:

$$n^{20} = n' + (t - 20) K,$$

где  $n^{20}$  — показатель преломления при 20 °С;

$n'$  — показатель преломления при температуре опыта;

$t$  — температура опыта;

$K$  — средний температурный коэффициент; для воды  $K = 0,0001$ , для жиров  $K = 0,0004$ .

При темноокрашенной жидкости свет направляют не на зеркальце, а в отверстие сбоку призмы (на рисунке не видно).

Правильность показаний рефрактометра определяют по дистиллированной воде, для которой  $n^{20} = 1,3330$ .

Предел измерения этой шкалы — 1,3—1,7; цена деления 0,001.

### **Определение содержания сухих веществ в продуктах кондитерского производства**

Определение сухих веществ в кондитерских полуфабрикатах и готовых изделиях, а также в некоторых видах сырья производится обычно при помощи рефрактометра РЛ, называемого сахарным рефрактометром, так как кроме шкалы, показывающей коэффициенты преломления, он имеет шкалу в процентах, градуированную по чистой сахарозе.

Рефрактометр может быть довольно широко использован для быстрого контроля сухих веществ в продуктах, растворимых в воде (сахар, патока, сахарные и сахаро-паточные сиропы, помада сахарная, карамельная масса, карамель леденцовая и т. п.), а также в ряде продуктов, содержащих такие примеси, как растительное волокно (яблочное пюре, начинки фруктовые, мармелад яблочный), и такие желирующие вещества, как агар и пектины (желейный мармелад, агаровый клей и т. п.).

Кондитерские изделия и полуфабрикаты состоят в основном из сахара, однако примесь составных частей, обладающих другими коэффициентами преломления, искажает видимый процент сухих веществ, и если это не учитывать, то конечный результат будет неправильный.

Если исследуемые продукты содержат спирт, как, например, сахарные ликеры, или специальные начинки со спиртом, то рефрактометрировать такие продукты до удаления спирта нельзя, так как спирт имеет резко отличающийся коэффициент преломления. Очень плохие результаты получаются, когда исследуемый продукт содержит жир, молоко; неясная граница

между темным и светлым полями препятствует в этом случае точному отсчету.

Многие продукты имеют густую или твердую консистенцию, поэтому приходится прибегать к приготовлению растворов, которые должны быть, по возможности, концентрированными; чем слабее концентрация, тем больше ошибка при вычислении процента сухих веществ; практика показывает, что очень удобно пользоваться примерно 50%-ными растворами.

Приготовление точного 50%-ного раствора испытуемого материала сопряжено с некоторыми неудобствами, приводящими в результате к ошибочным выводам. Чтобы приготовить точный 50%-ный раствор карамельной массы, надо взять навеску, например, в количестве 10 г и прибавить к ней 10 г воды (на весах); при растворении навески в воде часть ее испарится, поэтому тару с раствором снова помещают на весы и прибавляют по каплям воду до тех пор, пока раствор не будет весить точно 20 г.

Гораздо удобнее и практичнее готовить приблизительно 50%-ный раствор, поступая следующим образом.

На технических весах взвешивают тару (бюксу со стеклянной палочкой и крышкой), помещают в нее навеску и взвешивают, затем прибавляют мерным цилиндром или градуированной пипеткой воду в количестве (*мл*), соответствующем примерно взятой навеске (*в г*). Растворяют навеску, не закрывая бюксу крышкой, при подогревании на водяной бане при температуре не выше 70 °С, затем охлаждают, закрывают бюксу, взвешивают раствор и сейчас же определяют содержание сухих веществ раствора при помощи рефрактометра. Содержание сухих веществ *X* определяют по формуле:

$$X = \frac{nb}{g},$$

где *n* — отсчет по шкале рефрактометра при 20 °С;

*b* — масса раствора навески, г;

*g* — навеска продукта, г.

Сухие вещества патоки завывают рефрактометрический показатель сухих веществ в исследуемом продукте. Экспериментально установлено, что в зависимости от содержания в крахмальной патоке редуцирующих веществ необходимо от рефрактометрического показателя, выраженного в процентах, отнимать 2,2—3,2%, чтобы получить истинное содержание сухих веществ в исследуемой патоке, определенное методом высушивания до постоянной массы.

В среднем для стандартной карамельной патоки рефрактометрический показатель сухих веществ на 2,6% выше истинного содержания сухих веществ, определяемых по ГОСТу. Следовательно, для определения количества сухих веществ в



карамельной патоке может быть использован рефрактометрический метод. В этом случае исследуемая патока без всякого разведения наносится на призмы рефрактометра РЛ и при 20°C отсчитывают по процентной шкале величину содержания сухих веществ, которую затем уменьшают на 2,6%. При контроле сухих веществ рефрактометром в изделиях, содержащих патоку, рефрактометрический показатель также будет завышен.

Величина вычитаемой в этом случае поправки  $y$  вычисляется по формуле

$$y = 0,033a,$$

где  $a$  — количество сухих веществ патоки в сухом веществе исследуемого продукта, % (рассчитывается по рецептуре или по фактической закладке);

0,033 — коэффициент, являющийся величиной поправки на 1% сухих веществ патоки.

При производстве карамели и других кондитерских изделий в случае недостатка патоки ее полностью или частично заменяют инвертным сиропом.

Инвертный сироп готовят инверсией сахарного раствора. Готовый инвертный сироп содержит от 70 до 80% редуцирующих веществ. При определении в таком сиропе содержания сухих веществ пикнометром и рефрактометром получаются разные результаты: рефрактометр покажет меньше сухих веществ, чем пикнометр. Разница в содержании сухих веществ в инвертном сиропе, определенных пикнометром и рефрактометром, в среднем составляет 2%.

Таким образом, чтобы найти истинное содержание сухих веществ в инвертном сиропе при контроле рефрактометрическим методом, необходимо найденное их количество увеличить на 2%.

Соответственно прибавляемая величина поправки  $y$  к рефрактометрическому показателю сухих веществ карамели на инверте (и для других продуктов, куда идет инвертный сироп) или для продуктов, в которых происходит образование инвертного сахара за счет инверсии сахарозы, может быть вычислена по формуле

$$y = 0,026b,$$

где  $b$  — процент инвертного сахара в сухом веществе продукта (добавленного и образовавшегося);

0,026 — коэффициент, являющийся величиной поправки на 1% добавленного и образовавшегося инверта.

Если изготавливается карамель с уменьшенным количеством патоки, недостающую часть которой заменяют инвертным сиропом, то на рефрактометрический показатель сухих веществ влияют два фактора:

а) сухие вещества патоки (завышают количество видимых сухих веществ);

б) инвертный сахар, добавленный в карамель и образовавшийся в процессе приготовления (занижает количество видимых сухих веществ).

Таким образом, общая поправка к количеству видимых сухих веществ, определяемых рефрактометром, является алгебраической суммой двух поправок, которая прибавляется к найденному рефрактометром проценту сухих веществ. В одних случаях эта поправка отрицательная (много патоки и мало инверта), в других — положительная (много инверта и мало патоки).

На величину поправки к видимым сухим веществам, определяемым рефрактометром, при всех прочих равных условиях незначительное влияние оказывает количество сухих веществ в самой патоке, которое может быть несколько ниже 78%, но чаще всего бывает выше 78%, достигая даже 82%. Концентрация инвертного сиропа, изготовляемого самими фабриками путем инверсии сахарозы, также несколько влияет на величину поправки. Наконец, нарастание инверта в процессе приготовления карамельной массы, достигающее иногда 5%, изменяет в очень незначительной степени величину общей поправки к рефрактометрическому показателю.

В табл. IV (Приложение) даны величины поправок к рефрактометрическому показателю сухих веществ для продуктов, изготовляемых из сахара и патоки.

Этой таблицей следует пользоваться при контроле сухих веществ рефрактометром в сахаро-паточных сиропах, сахарной помаде на патоке и карамельной массе на патоке.

Для карамели с уменьшенным количеством патоки, когда недостающая патока заменена инвертным сиропом из расчета, чтобы в готовой карамельной массе общее содержание редуцирующих веществ вместе с наросшим инвертом было около 20%, величину поправки к рефрактометру находят пользуясь графиком, изображенным на рис. 11.

Чтобы определить величину поправки, на горизонтальной оси графика отмечают точку, соответствующую количеству патоки, заложенной на 100 кг сахара; в этой точке восстанавли-

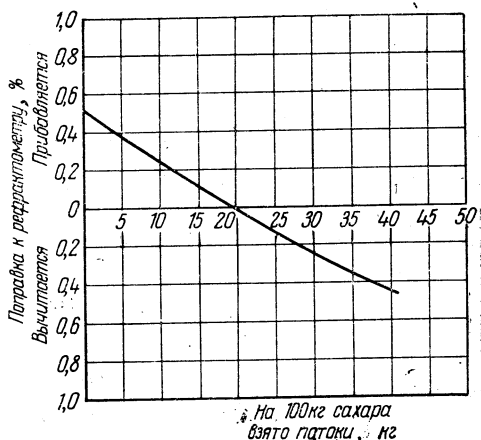


Рис. 11. Изменение величины поправок к рефрактометрическому показателю сухих веществ для карамельной массы на инверте.

вают перпендикуляр до пересечения с кривой; через точку пересечения проводят линию параллельно горизонтальной оси; эта линия пересечет вертикальную ось в точке, соответствующей искомой величине поправки.

В табл. V (Приложение) также даны поправки к рефрактометрическому показателю сухих веществ для карамели на инверте с уменьшенным количеством патоки; вместо графика можно пользоваться этой таблицей.

Влияние изменений содержания сухих веществ в самой патоке и инвертном сиропе, редуцирующих веществ в патоке и инверте на поправку незначительно и указанными поправками можно пользоваться в любых случаях. (Знак «минус» показывает, что поправка вычитается, «плюс» — прибавляется).

Для примера даем расчет величин поправок для карамели на инверте с различным содержанием патоки. Задание для расчета и все данные самого расчета приводятся в табл. 3.

Таблица 3

Расчет поправок на количество сухих веществ, определенных рефрактометром, для карамели на инверте

Содержание сухих веществ:  
в патоке 78%  
в инверте 85%

Содержание редуцирующих веществ:  
в сухих веществах патоки 40%, инверта 70%  
Нарастание редуцирующих веществ 5%

На 100 кг сахара взято, кг		Количество сухих веществ, кг, в заложенном по рецептуре сырье за счет				Содержание редуцирующих веществ, %, в сухом веществе карамели за счет				Содержание сухих веществ патоки в сухих веществах карамели, %	Поправка за счет		Сумма поправок
патоки	инверта	сахара	патоки	инверта	итого	патоки	инверта	нарастания	итого		сухих веществ патоки	редуцирующих веществ	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
40	12,7	100	31,2	10,80	142,0	8,79	6,32	5,0	20,02	21,97	-0,73	+0,29	-0,44
30	16,1	100	23,4	13,69	137,09	6,83	8,23	5,0	20,06	17,08	-0,56	+0,33	-0,23
20	19,5	100	15,6	15,68	131,28	4,75	10,40	5,0	20,05	11,88	-0,40	+0,40	0,00
10	22,9	100	7,8	19,47	127,27	2,45	12,62	5,0	20,07	6,12	-0,20	+0,45	+0,25
0	26,3	100	0,00	22,36	122,36	0,00	15,04	5,0	20,04	0,00	—	+0,53	+0,53

В этой таблице поправки за счет сухих веществ патоки, указанные в графе 12, вычислены умножением данных графы 11 на 0,033, а поправки за счет редуцирующих веществ, указанные в графе 13, вычислены умножением на 0,026 суммы данных граф 8 и 9.

В графе 14 дана алгебраическая сумма поправок граф 12 и 13.

## Определение содержания сухих веществ в мармеладе

Точное определение количества сухих веществ в фруктово-ягодном и желейном мармеладах методом высушивания с песком до стабильной массы представляет собой довольно сложную задачу. Если сравнить результаты, полученные методом высушивания, с результатами, полученными плотностным или рефрактометрическим методом, то метод высушивания дает более низкие результаты, чем плотностной, рефрактометрические данные меньше плотностных, но больше, чем данные, полученные высушиванием.

**Яблочный мармелад** состоит из сахара и яблочного пюре; в сухих веществах яблочного мармелада содержится не менее 92% общего сахара, остальное же относится к другим частям яблочного пюре (пектиновые вещества, клетчатка, кислота и т. п.) и декстринам патоки, если она применялась по рецептуре. Небольшое количество патоки, вводимое в яблочный мармелад (3,2%), не может оказать заметного влияния на рефрактометрический показатель сухих веществ. Зато существенное влияние оказывает инвертный сахар, который, как мы уже видели, снижает процент видимых сухих веществ, определяемых рефрактометром. Инверсия сахарозы происходит в процессе приготовления мармелада. Пластовый яблочный мармелад содержит до 40% редуцирующих веществ, а формовой яблочный — до 32%. В это количество редуцирующих веществ входят и те редуцирующие вещества, которые вносятся с сырьем в рецептурную смесь. Чтобы выявить величину поправки, необходимо из общего количества редуцирующих веществ вычесть количество редуцирующих веществ, внесенных с сырьем.

**Желейный мармелад** изготавливают с патокой, количество сухих веществ которой в сухом веществе сырья по рецептуре составляет 24,5%. Содержание общего сахара в желейном мармеладе в пересчете на сухое вещество не менее 85%. Количество редуцирующих веществ без нарастания инверта (за счет редуцирующих веществ патоки) в сухом веществе мармелада 9,8%. Таким образом, поправка к рефрактометрическому показателю сухих веществ будет алгебраической суммой двух поправок: отрицательной (за счет сухих веществ патоки) и положительной (за счет инвертного сахара, образовавшегося при изготовлении желейного мармелада).

После введения поправок рефрактометрический показатель сухих веществ как в яблочном, так и в желейном мармеладе значительно приближается к показателям сухих веществ, определенным плотностным методом.

Общая формула для вычисления величины поправки к реф-

рефрактометрическому показателю сухих веществ в яблочном и железном мармеладах будет следующая:

$$K = (I - i) 0,026 - S \cdot 0,033,$$

где  $K$  — поправка, %;

$I$  — общий процент редуцирующих веществ в сухом веществе мармелада, выраженный в инвертном сахаре;

$i$  — процент редуцирующих веществ в сухом веществе мармелада, внесенный с сырьем и выраженный в инвертном сахаре;

$S$  — процент сухих веществ патоки в сухом веществе мармелада;

0,026 и 0,033 — коэффициенты.

Поправка  $K$  имеет либо положительное, либо отрицательное значение в зависимости от величины  $S$ .

При замене патоки в мармеладе инвертным сиропом редуцирующие вещества этого сиропа не следует относить к редуцирующим веществам, внесенным с сырьем.

Если мармелад всех видов изготовляют по утвержденным рецептурам, то при определении рефрактометром сухих веществ в указанных мармеладах к найденному проценту сухих веществ необходимо прибавлять следующую поправку (в учетом знака ей) в %:

мармелад яблочный	
формовой . . . . .	+0,7
пластовой . . . . .	+0,9
мармелад железный	
формовой . . . . .	-0,3
дольки «Апельсиновые» и «Лимонные» . . . . .	-0,3
трехслойный . . . . .	-0,1
зефир и пастила . . . . .	0,0

#### Примеры

1. При определении количества сухих веществ в сахарном сиропе рефрактометром при 26 °С отсчет по процентной шкале был равен 75,8%. Сколько сухих веществ в данном сиропе?

По табл. III (Приложение) в графе с 75% находим поправку 0,48, соответствующую 26 °С, и прибавляем ее к отсчету по рефрактометру.

Количество сухих веществ равно  $75,8 + 0,48 = 76,28\%$ .

2. Определить рефрактометром влажность карамельной массы, изготовленной по рецептуре: 100 кг сахара + 50 кг патоки, при следующих условиях:

навеска карамельной массы, г . . . . .	5,03
масса раствора навески (сиропа), г . . . . .	8,79
отсчет по рефрактометру, % . . . . .	55,9 (сухие вещества в 100 г сиропа)
температура, °С . . . . .	22

По табл. III (Приложение) температурных поправок в графе с 60% против 22°C находим поправку, равную 0,16, и вычисляем количество сухих веществ по показаниям рефрактометра

$$X = \frac{ab}{g} = \frac{(55,9 + 0,16) 8,79}{5,03} = 98,16\%.$$

Поправку на сухие вещества патоки находим по табл. IV (Приложение); при нарастании инверта 5% поправка равна 0,80; эту поправку, не отбрасывая знака «—», прибавляем к количеству сухих веществ, определенных рефрактометром:

$$98,16 + (-0,80) = 97,36\%.$$

Влажность карамельной массы будет

$$100 - 97,36 = 2,64\% \approx 2,6\%.$$

3. Определить влажность карамельной массы, изготовленной с уменьшенным количеством патоки по рецептуре: 100 кг сахара + 15 кг патоки + инвертный сироп, взятый в таком количестве, чтобы готовая карамель вместе с нарощим инвертом содержала около 20% редуцирующих веществ.

Данные для расчета:

навеска карамельной массы, г . . . . .	5,23
масса раствора навески (сироп), г . . . . .	10,77
температура, °C . . . . .	27
отсчет по рефрактометру, % . . . . .	47,1 (сухие вещества в 100 г сиропа)
поправка на температуру (табл. III) . . . . .	+0,56

Содержание сухих веществ в карамельной массе без поправок на сухие вещества патоки и инверт равно

$$X = \frac{(47,1 + 0,56) 10,77}{5,23} = 97,4\%.$$

Поправку на сухие вещества патоки и инверт найдем по табл. V (Приложение), она равна 0,12; тогда количество сухих веществ в карамельной массе будет

$$97,4 + 0,12 = 97,52\%.$$

Влажность карамельной массы

$$100 - 97,52 = 2,48\% \approx 2,5\%.$$

4. Определить рефрактометром влажность формового яблочного мармелада, изготовленного по утвержденной рецептуре при следующих данных:

навеска мармелада, г . . . . .	5,00
масса раствора навески, г . . . . .	9,80
отсчет по рефрактометру при 20°C, % . . . . .	38,20

Количество сухих веществ без поправки

$$X = \frac{38,2 \cdot 9,8}{5} = 74,9\%.$$

а с поправкой

$$74,9 + 0,7 = 75,6\%.$$

Влажность мармелада

$$100 - 75,6 = 24,4\%.$$

## 6. ЭКСПРЕССНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАЖНОСТИ КАРАМЕЛЬНОЙ МАССЫ ПО МЕТОДУ И. С. ЛУРЬЕ

Метод основан на зависимости влажности карамельной массы от ее плотности; стало быть, измерив плотность карамельной массы, можно судить о ее влажности.

Для измерения плотности карамельной массы используется способность тел погружаться в жидкость (тонуть) или оставаться на поверхности жидкости (плавать) — в зависимости от соотношения плотностей тела и жидкости.

Погружаются ли тела в жидкость или плавают в ней — зависит только от соотношения их плотностей. Если плотность тела больше плотности жидкости, то тело тонет, если меньше — плавает, а если плотности их равны, то тело и жидкость находятся в состоянии так называемого флотационного равновесия.

Независимость способности тел тонуть или плавать в жидкости от величины их массы дало возможность исключить из метода операцию взятия навески и проводить анализ с образцом произвольной массы.

Кроме того, в методе используется значительное отличие температурных коэффициентов расширения твердых тел и жидкостей. В данном случае твердое тело — карамельная масса и жидкость — четыреххлористый углерод.

Плотность карамельной массы при нагревании почти не меняется, а плотность четыреххлористого углерода при нагревании значительно уменьшается. При обычной температуре (18—25°C) плотность  $CCl_4$  больше плотности карамельной массы и кусочки карамельной массы, помещенные в четыреххлористый углерод, плавают на его поверхности. При нагревании плотность  $CCl_4$  быстро уменьшается и становится при некоторой температуре равной плотности карамельной массы, а при дальнейшем нагревании становится меньше плотности карамельной массы. Карамельная масса при этом начнет погружаться. Температура при погружении карамельной массы в четыреххлористый углерод у различных образцов карамельной массы неодинакова и зависит от влажности. Например, карамельная масса, приготовленная по нормальной рецептуре (50% патоки к массе сахара), влажностью 1,5% начинает погружаться в  $CCl_4$ , при 52°C, карамельная масса влажностью 2,5% тонет при 58°C, а влажностью 3,0% — при 61°C и т.д.

Таким образом, измеряя температуру при погружении кара-

мельной массы в  $\text{CCl}_4$ , можно с большой точностью определить ее влажность. На графике (рис. 12) изображена зависимость температуры погружения карамельной массы в  $\text{CCl}_4$  от влажности.

В связи с тем, что плотность (как следствие — температура при погружении) зависит не только от влажности, но и от рецептуры приготовления карамельной массы (соотношение сахара и патоки), график имеет самостоятельные линии для различного соотношения патоки и сахара в рецептуре карамельной массы.

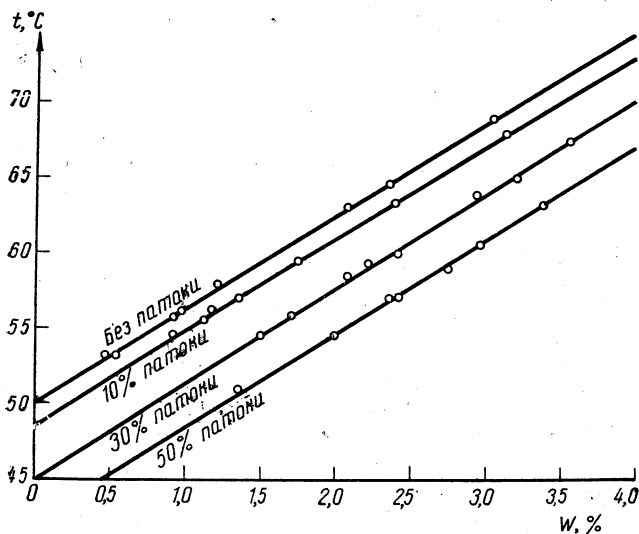


Рис. 12. Зависимость температуры погружения карамельной массы в четыреххлористый углерод от влажности.

К жидкости, используемой в качестве среды для погружения, в данном методе предъявляется целый ряд требований:

- 1) плотность ее должна быть при обычной температуре ( $18\text{--}25^\circ\text{C}$ ) несколько выше плотности карамельной массы;
- 2) величина температурного коэффициента расширения жидкости должна быть достаточно велика, чтобы при нагревании до температуры не выше  $60\text{--}70^\circ\text{C}$  (пока карамельная масса не приобретает липкости) плотность ее уменьшалась так, чтобы стала меньше плотности карамельной массы при этой температуре;

- 3) жидкость не должна растворять или химически реагировать с веществами, входящими в состав карамельной массы (декстрины, сахара, вода);



4) жидкость должна быть прозрачной и иметь небольшую вязкость, чтобы карамельная масса могла легко погружаться даже при незначительной разнице плотностей и это погружение можно было бы легко заметить.

Четыреххлористый углерод обладает всеми этими необходи-

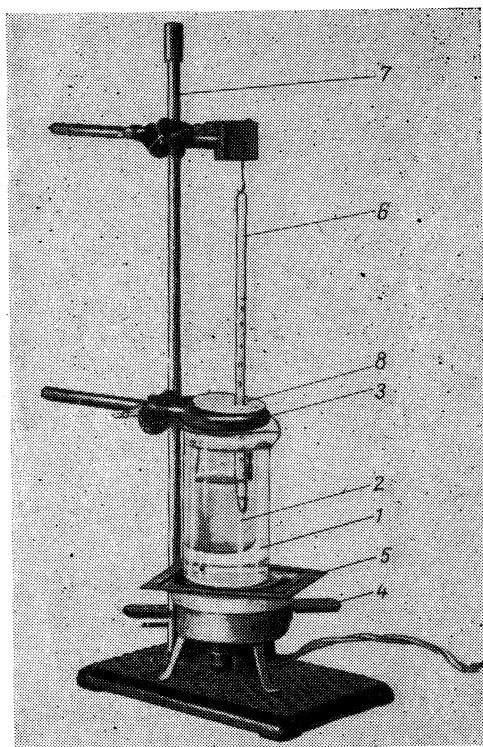


Рис. 13. Лабораторная установка для определения влажности карамельной массы по методу Лурье.

мыми качествами. Кроме того, он не горит; в лабораториях кондитерских фабрик употребляется и для других целей, что также является положительным свойством. Однако недостатком его является значительная летучесть, поэтому определения должны производиться таким образом, чтобы пары  $CCl_4$  не попадали на оператора.

Для определения влажности требуются следующие материалы и оборудование:

1) стаканы химические без носика на 300 и 150 мл;

2) термометр с ценой деления не более  $0,2^\circ C$ ;

3) ступка с пестиком;

4) пинцет;

5) штатив с кольцами и зажимами;

6) четыреххлористый углерод по ГОСТу 5827—51;

7) электроплитка или газовая горелка.

Определение проводят в простейшем приборе (рис. 13), который состоит из двух стаканов — внешнего 1 емкостью 300 мл и внутреннего 2 емкостью 150 мл.

Внутренний стакан укреплен (висит) во внешнем при помощи металлического кольца 3. Внешний стакан устанавливается на электроплитке 4, покрытой асбестовой сеткой 5.

Во внутренний стакан опущен термометр 6, подвешенный на штативе 7 так, чтобы шарик его находился на 5—7 см ниже верхнего края внутреннего стакана. Внутренний стакан покрыт крышкой 8.

Таблица 4

Определение влажности карамельной массы в зависимости от температуры ее погружения в четыреххлористый углерод

Температура погружения, °С	Влажность, %, при содержании на 100 вес. ч. сахара вес. ч. патоки					
	50	40	30	20	10	0
50,0	1,20	0,94	0,68	—	—	—
50,5	1,29	1,02	0,75	—	—	—
51,0	1,37	1,10	0,84	—	—	—
51,5	1,45	1,18	0,92	0,69	—	—
52,0	1,53	1,27	1,00	0,77	—	—
52,5	1,62	1,35	1,09	0,85	—	—
53,0	1,70	1,43	1,17	0,93	0,67	—
53,5	1,70	1,52	1,26	1,02	0,75	—
54,0	1,86	1,60	1,35	1,10	0,83	0,63
54,5	1,94	1,68	1,42	1,19	0,92	0,71
55,0	2,02	1,76	1,49	1,27	1,00	0,79
55,5	2,11	1,85	1,58	1,35	1,09	0,87
56,0	2,19	1,93	1,66	1,43	1,17	0,95
56,5	3,28	2,01	1,74	1,52	1,25	1,04
57,0	2,36	2,09	1,82	1,60	1,38	1,12
57,5	2,44	2,18	1,91	1,68	1,42	1,20
58,0	2,52	2,26	1,99	1,76	1,50	1,28
58,5	2,60	2,34	2,07	1,85	1,59	1,37
59,0	2,68	2,42	2,15	1,93	1,68	1,45
59,5	2,76	2,51	2,24	2,01	1,75	1,53
60,0	2,84	2,60	2,32	2,09	1,83	1,61
60,5	2,93	2,69	2,40	2,18	1,92	1,70
61,0	3,01	2,77	2,48	2,26	2,00	1,78
61,5	3,09	2,85	2,57	2,34	2,09	1,87
62,0	3,17	2,93	2,65	2,42	2,17	1,95
62,5	3,26	3,02	2,73	2,51	2,25	2,03
63,0	3,34	3,10	2,81	2,58	2,33	2,11
63,5	3,42	3,18	2,90	2,68	2,42	2,20
64,0	3,50	3,26	2,98	2,76	2,50	2,28
64,5	3,59	3,36	3,07	2,86	2,59	2,35
65,0	3,67	3,45	3,15	2,92	2,67	2,45
65,5	3,75	3,52	3,22	3,01	2,75	2,53
66,0	3,83	3,59	3,30	3,09	2,83	2,61
66,5	3,94	3,68	3,39	3,17	2,92	2,70
67,0	4,05	3,76	3,47	3,26	3,00	2,78
67,5	4,14	3,84	3,55	3,34	3,09	2,86
68,0	4,22	3,92	3,63	3,42	3,17	2,94
68,5	4,30	3,99	3,72	3,50	3,25	3,02
69,0	4,38	4,07	3,80	3,58	3,33	3,11
69,5	4,47	4,15	3,88	3,67	3,42	3,19
70,0	4,56	4,23	3,96	3,75	3,50	3,27

В сухой внутренний стакан прибора наливают четыреххлористый углерод так, чтобы уровень его был на 3—5 см ниже верхнего края и на 2 см выше шарика термометра. Внутренний стакан вставляют во внешний стакан, который заполняется водой так, чтобы уровень воды в нем был на 1,5—2 см выше уровня  $CCl_4$  во внутреннем стакане. Оба стакана ставят на асбестовую сетку, опускают в них термометр и включают обогрев. Нагревают до 40—45°C, а затем регулируют нагревание таким образом, чтобы температура повышалась не более чем на 2—2,5°C в минуту.

При достижении температуры 50°C прибор готов к проведению анализа, который делают следующим образом: исследуемый образец карамельной массы грубо измельчают в ступке и несколько кусочков с линейными размерами 3—4 мм пинцетом опускают на поверхность четыреххлористого углерода. Кусочки плавают на поверхности. При некоторой температуре кусочки карамельной массы погружаются в четыреххлористый углерод. Отмечают температуру, когда хотя бы один кусочек начал погружаться, и по табл. 4 находят соответствующую отмеченной температуре влажность карамельной массы. При этом используется колонка таблицы, соответствующая составу карамельной массы.

При необходимости вполне допустимо линейное интерполирование.

## 7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАЖНОСТИ КАРАМЕЛЬНОЙ МАССЫ ПРИБОРОМ ИВКМ-Ф

С целью увеличения точности, сокращения времени, удобства и автоматизации проведения определения влажности карамельной массы по методу И. С. Лурье разработана конструкция специального прибора ИВКМ-Ф (рис. 14).

### Техническая характеристика прибора

Содержание патоки в карамельной массе, %	Пределы измерения влажности, %
50	1,5—4,5
30	1,0—4,0
10	0,5—3,5
0	0,3—3,3
Цена деления шкалы, %	0,05
Абсолютная погрешность, %	±0,15
Время одного измерения, мин	3—4
Питание прибора — от сети переменного тока	
напряжение, в	220
частота, гц	50
Потребляемая мощность, вт	200

Момент погружения кусочка карамельной массы фиксируется в приборе специальной оптической системой, основанной на фотосопротивлении.

Четыреххлористый углерод подогревается в специальном сосуде призматической формы. Его температура измеряется термосопротивлением, включенным в мостовую схему с измерительным прибором. Шкала прибора отградуирована не в градусах температуры, а в процентах влажности карамельной массы. Шкала имеет четыре графы показателей влажности. Каждая графа соответствует одной из четырех наиболее часто встречающихся в практике рецептур карамельной массы (50, 30, 10% патоки к массе сахара и без патоки).

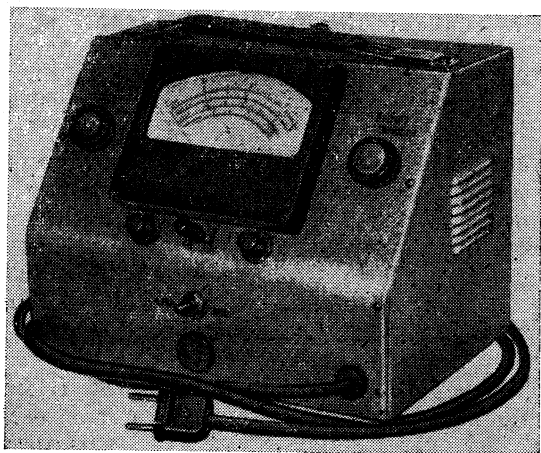


Рис. 14. Прибор ИВКМ-Ф для определения влажности карамельной массы.

Прибор оборудован системой фиксации стрелки на шкале. Стрелка останавливается в момент погружения кусочка карамельной массы на делении шкалы, соответствующем ее влажности, и оператор может снять показания в любой последующий момент.

Влажность определяется на приборе следующим образом: кусочек карамельной массы опускают в ванночку прибора, наполненную четыреххлористым углеродом, и включают подогрев. Через 3—4 мин стрелка прибора останавливается на делении шкалы, соответствующем влажности образца, и загорается красная лампочка «отсчет влажности». Основная часть схемы прибора при этом автоматически выключается.

После снятия показаний прибор выключают и кусочек карамельной массы вынимают из ванночки. Определение может быть повторено с тем же или с другим кусочком карамельной массы.

Для определения пригодны кусочки карамельной массы любой формы, произвольной массы, с линейными размерами

2—5 мм; кусочки не должны иметь включений в виде пузырьков воздуха. Влажность тянутой карамельной массы на приборе не определяют. Предпочтительнее проводить определение влажности карамельной массы, взятой сразу после выхода из вакуум-аппарата. Прибор должен быть установлен так, чтобы пары  $CCl_4$  не попадали на оператора.

## 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГИ ОТГОНКОЙ ПО КУЛЬМАНУ

Метод основан на нагревании навески исследуемого продукта с обезвоженным растительным маслом при 160—170 °С в течение нескольких минут. Происходящая при этом потеря массы принимается за влажность.

Для определения влажности требуются следующие материалы и оборудование:

- 1) подсолнечное или хлопковое масло, предварительно обезвоженное нагреванием при 190—200 °С в течение 1—2 ч;
- 2) металлический тигель (железный, алюминиевый, никелевый) или жестяной стаканчик (штампованный) емкостью около 100 мл;
- 3) короткий термометр-палочка длиной 8—9 см со шкалой от 130 до 200 °С с ценой деления в 5 °С;
- 4) песчаная электробаня.

Определение ведется следующим образом. В металлический тигель, совершенно чистый и сухой, вносят 20—22 мл растительного масла, вкладывают в тигель термометр-палочку и взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г (тара). После этого в тигель вносят около 5 г исследуемого вещества, предварительно подготовленного для анализа, и снова взвешивают. По разности между первым и вторым взвешиваниями находят точную величину взятой навески.

Перемешивают содержимое тигля термометром, помещают тигель на разогретую песчаную баню и нагревают с таким расчетом, чтобы содержимое тигля нагрелось до 165 °С в течение 4—5 мин, после чего при этой температуре выдерживают тигель в течение 3—5 мин, смотря по исследуемому объекту. Во время нагревания колебания температуры массы, находящейся в тигле, допускаются в пределах  $\pm 5$  °С.

Затем снимают тигель с бани, дают ему немного остыть, после чего дно тигля погружают в холодную воду и охлаждают до комнатной температуры (18—20 °С). Обтерев насухо тигель, его взвешивают.

Количество влаги ( $W$ ) в исследуемом веществе находят по формуле

$$W = \frac{(a - b) 100}{g},$$

где  $a$  — масса тигля с маслом, термометром и навеской до нагревания, г;

$b$  — масса тигля с маслом, термометром и навеской после нагревания, г;

$g$  — взятая навеска, г.

При отсутствии короткого термометра-палочки можно пользоваться обычным термометром. В этом случае вес термометра в вес тары не входит, но при взвешивании тигля с маслом до взятия навески к его массе добавляется масса куска обезвоженной фильтровальной бумаги, которой обтирают конец термометра сейчас же после окончания нагревания и бросают в тигель.

Описанный метод определения влаги может применяться во многих случаях, заменяя ускоренную сушку при 130°C и сушку до постоянной массы.

Рекомендуется применять этот метод при определении влаги в объектах, перечисляемых в табл. 5.

Таблица 5

Время и температура нагревания продуктов при определении влаги по способу Кульмана

Объект исследования	Продолжительность нагревания, мин	Предельная температура нагревания, °C	Объект исследования	Продолжительность нагревания, мин	Предельная температура нагревания, °C
Порошок какао . . . . .	3	165	Тянушка сливочная . . . . .	6	170
Бобы какао и ядра орехов . . . . .	3	165	Помада сливочная . . . . .	6	170
Меланж . . . . .	3	170	Ирис . . . . .	6	175
Лимонная кислота . . . . .	4	165	Мармелад желейный . . . . .	3	170
Краска-паста . . . . .	3	165	Пирожное песочное . . . . .	3	165
Марципан . . . . .	3	165	Пирожное бисквитное . . . . .	3	165
Халва . . . . .	3	165	Крем . . . . .	3	165
Пастила . . . . .	3	165	Кекс . . . . .	3	165
Пряники . . . . .	3	165	Пралине . . . . .	3	165
Мармелад фруктовый . . . . .	3	170			

Способ Кульмана особенно удобен при массовом контроле влажности, например при учете потерь по сухому веществу.

Вместо песчаной электробани можно применять песчаную баню, обогреваемую огнем (газовой или спиртовой горелкой).

Подсолнечное или хлопковое масло можно заменить другими растительными маслами (арахидным, кунжутным), саломасом, парафином.

После каждого определения содержимое тигля сливают в сухую склянку с притертой пробкой; когда остатков соберется достаточное количество, содержимое склянки подогревают до 80—100°C (на водяной бане) и отфильтровывают масло. Это обезвоженное масло можно использовать для дальнейших определений.

## 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАГИ НАГРЕВАНИЕМ В ИНФРАКРАСНЫХ ЛУЧАХ

Инфракрасные лучи являются частью спектра светового излучения, которая простирается от красного конца видимого спектра. Они обладают тепловыми свойствами, поэтому их часто называют тепловыми лучами. Видимая часть светового спектра находится в пределах длин волн 400—700  $\mu\text{m}$ ; длина волны инфракрасных лучей больше 700  $\mu\text{m}$ , и они невидимы.

Радиация тепла всякого нагретого тела сосредоточена преимущественно в инфракрасной части спектра; источником инфракрасного излучения служат лампы накаливания.

### Высушивание в лучах инфракрасной лампы (способ ВКНИИ)

На рис. 15 показана установка ВКНИИ для определения влажности высушиванием в инфракрасных лучах электролампы мощностью 500 *вт*. Внутренняя поверхность баллона лампы для

отражения лучей, испускаемых нитью, покрыта зеркальным серебряным слоем. Лампа вместе с патроном укрепляется в лабораторном металлическом штативе. Под электролампой на листе асбестового картона или на керамической плитке помещается алюминиевая тарелка диаметром 80 *мм* с бортиком высотой 10 *мм*. Электролампу устанавливают на определенном расстоянии от дна алюминиевой тарелки. Навеску материала берут в количестве 5 *г* на технических весах, помещают под лампой и включают ток. Во время облучения навеску непрерывно перемешивают стеклянной палочкой. Длительность облучения определяется минутами и зависит от количества воды в исследуемом материале и от расстояния между лампой и та-

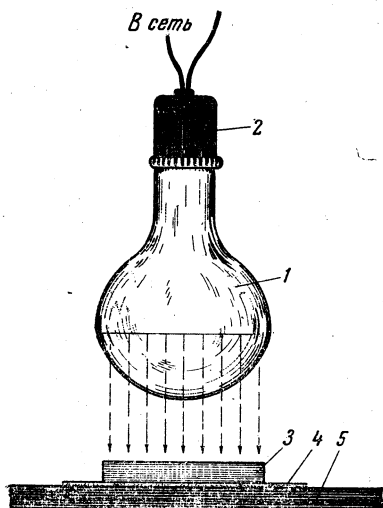


Рис. 15. Установка ВКНИИ для определения влажности печенья (схема):

- 1 — инфракрасная лампа; 2 — патрон;
- 3 — алюминиевая тарелка; 4 — асбест;
- 5 — стол.

редкой. Для сахарного затяжного печенья при расстоянии навески от лампы 20 см сушка длится 7—8 мин.

После облучения тарелку с навеской помещают в эксикатор для остывания и спустя 15—20 мин взвешивают.

При расстоянии навески от лампы 15 см время облучения сокращается до 4—5 мин.

Инфракрасная лампа дает много световых лучей, поэтому работающий должен защищать глаза цветными очками.

Расход электроэнергии при пользовании инфракрасной лампой в 2 раза меньше, чем при высушивании в электросушильном шкафу.

### Высушивание на приборе К. Н. Чижовой

В основу конструкции прибора положен принцип прогрева испытуемого материала инфракрасными (тепловыми) лучами, излучаемыми нагретым телом.

Обезвоживание осуществляется путем выпаривания влаги из тонкого слоя исследуемого материала, прогреваемого прилегающими к нему массивными металлическими плитами, обладающими высокой теплопроводностью. Плиты прогреваются электрическими нагревателями. Прибор изготавливается прямоугольной (рис. 16, а) и круглой (рис. 16, б) формы. Он состоит из двух массивных металлических плит (из сплавов алюминия и чугуна), скрепленных шарнирами с приспособлением для изменения расстояния между плитами.

На рис. 17 изображена схема прибора и его размеры. Металлические плиты 1 закрыты наружным кожухом 2 из железа; к верхней и нижней поверхностям массивных плит прижаты посредством болтов электронагреватели 3 (слюдяные пластины с намотанной лентой из нихрома или фехраля); в теле плиты высверлен до ее середины цилиндрический канал, в который ввинчена гильза 4 для термометра; термометр вкладывается в гильзу так, что конец его доходит почти до конца канала; на конец гильзы надеты ручки 5 из теплоизолирующего материала.

Электронагреватели имеют два диапазона нагрева:

а) сильный нагрев — оба нагревателя включены параллельно; мощность 800—1000 вт;

б) слабый нагрев — оба нагревателя включены последовательно; мощность около 200 вт.

Переключение с сильного нагрева на слабый осуществляется переключателем.

Сильный нагрев включают при первоначальном разогреве прибора; слабый нагрев служит для поддержания требуемой температуры на приборе во время работы.



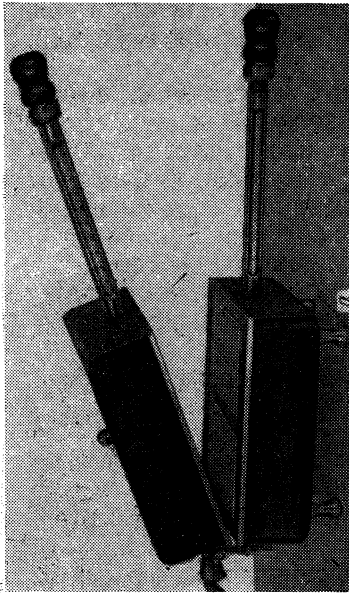
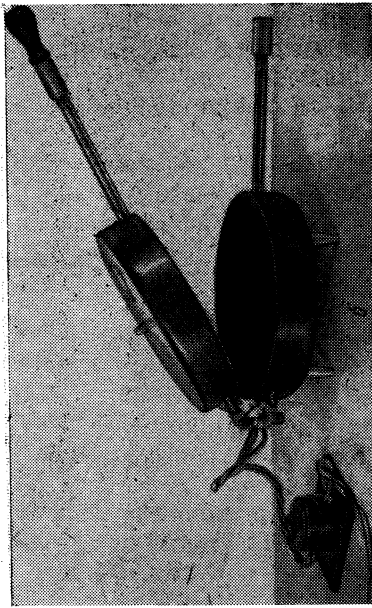


Рис. 16. Прибор К. Н. Чижовой для быстрого определения влажности:  
*а* — прямоугольной; *б* — круглой формы.

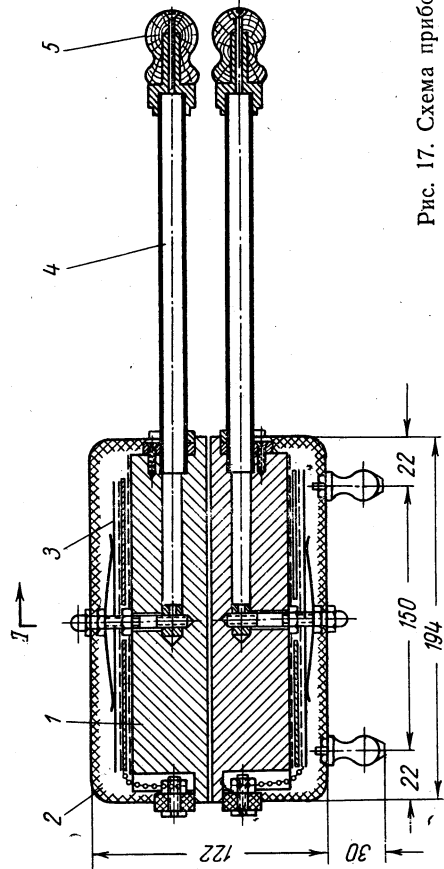
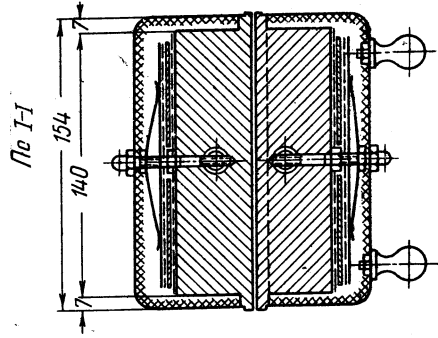


Рис. 17. Схема прибора К. Н. Чижовой.

Когда прибор включен на сильный нагрев, он должен находиться под наблюдением, так как работа на нем ведется при 160—165 °С, а перегрев прибора прежде всего может вывести из строя термометры, для которых предельная температура не превышает 250 °С.

Благодаря значительной массе плит прибора в них аккумулируется достаточное количество тепла, что обеспечивает стабильность температуры в период определений. Колебание температуры плит до и после высушивания испытуемого материала в зависимости от его влажности составляет от 2 до 5 °С.

Более точная регулировка температуры плит достигается подключением к прибору реостата или лабораторного автотрансформатора ЛАТР-1.

Прибор питается током напряжением 127 или 220 в.

При подготовке прибора к работе прежде всего следует так отрегулировать расстояние между плитами, чтобы при помещении между ними высушиваемого материала верхняя плита оставалась параллельной нижней (это можно проверить по величине зазора между плитами, который должен быть везде одинаковым).

Включают прибор в сеть и ставят переключатель в положение «сильный нагрев».

Когда температура обеих плит поднимется примерно до 135—140 °С, переключатель ставят в положение «слабый нагрев». Так как прибор обладает значительной тепловой инерцией, то его температура довольно быстро дойдет до 160 °С. В этот момент рекомендуется отключить прибор и проследить за температурой. Если она не будет повышаться, можно снова включать прибор на слабый нагрев.

### **Определение влаги прибором К. Н. Чижовой по способу Б. В. Кафка**

Для определения влаги в продуктах кондитерского производства прибором Чижовой требуется следующее оборудование:

а) технические весы с точностью взвешивания до 0,01 г и разновес к ним;

б) не менее шести пар пластин из нержавеющей стали размером 145×85 мм и толщиной около 0,5—0,7 мм. При отсутствии нержавеющей стали пластины могут быть сделаны из белой жести;

в) приспособление для взвешивания в горячем состоянии (рис. 18). Приспособление состоит из плоского металлического кольца, внутренний диаметр которого 40—50 мм, наружный

60—70 мм; на кольце укреплены три шпильки высотой около 80 мм;

г) тигельные щипцы;

д) фильтровальная или обычная слабопроклеенная бумага, например газетная.

Из бумаги готовят пакеты, вырезая ножницами листы размером 200×140 мм; листы складывают пополам и загибают края таким образом, чтобы они не доходили до края металлических пластин на 5—10 мм.

Испытуемая проба должна быть хорошо измельчена согласно общеизвестным правилам.

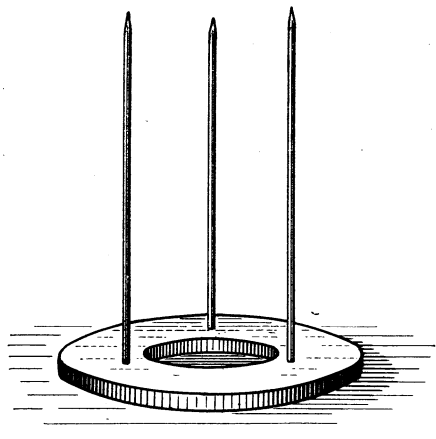


Рис. 18. Приспособление для взвешивания в горячем состоянии.

Плиты прибора Чижовой разогревают до требуемой температуры (160 °С).

Бумажный пакетик помещают между металлическими пластинками (тара), приподнимают верхнюю плиту прибора, помещают пластинки с пакетиком, опускают плиту и сейчас же засекают время. По прошествии 3 мин пластинки с пакетиком захватывают щипцами и немедленно взвешивают, поместив пластинки на шпильки подставки, заранее тарированной на весах.

После этого снимают пластинки со шпилек подставки, разворачивают пакетик и помещают в него навеску испытуемого продукта в количестве 4—5 г (по разности двух взвешиваний бюксы с подготовленной грубой испытуемого материала), следя за равномерным распределением навески по внутренней поверхности пакетика.

Закрывают пакетик, помещают его между пластинками и кладут пластинки с пакетиком и навеской в прибор Чижовой, имеющий температуру около 160 °С, сейчас же отмечают время. Подогревание ведут в течение определенного времени, установленного опытным путем, обычно 3—5 мин, в зависимости от материала и его влажности. Затем пластинки захватывают щипцами и взвешивают на шпильках в горячем состоянии.

Количество влаги  $W$  (в %) вычисляют по формуле

$$W = \frac{a-b}{g} 100,$$

где  $a$  — вес пластинок с навеской и пакетиком до высушивания,  $g$ ;

*b* — то же после высушивания, *г*;

*g* — навеска продукта, *г*.

При взятии навески следует поступать так:

а) если испытуемый продукт порошкообразный и внешне сухой (бисквит, мука, крахмал, порошок какао и т. п.), то взятую навеску распределяют внутри пакетика легким встряхиванием, чтобы получился равномерный слой, после чего высушивают;

б) если испытуемая проба имеет мажущую консистенцию (мармелад, начинки и т. п.), то навеску быстро размазывают палочкой по пакету, закрывают его, помещают между пластинками и сильно прижимают пластинки одну к другой, благодаря чему навеска распределится внутри пакетика тонким ровным слоем; после этого навеску высушивают;

в) если испытуемая проба не может быть хорошо измельчена, имеет очень густую консистенцию и при измельчении остается комками (ирис, тянучка, халва), то берут около 5 *г* этой пробы, грубо распределяют ее внутри пакетика, помещают его между пластинками, и пластинки с пакетиком и навеской на несколько секунд помещают между нагретыми плитами

Таблица 6

Оптимальные время и температура, рекомендуемые для определения влаги прибором Чижовой

Высушиваемый продукт	Продолжительность прогрева, мин	Температура, °C
Начинка фруктовая . . . . .	5	170—175
Начинка сбивная . . . . .	6	165—170
Начинка марципановая . . . . .	5	170—175
Помада-полуфабрикат . . . . .	4	170±5
Сбивная конфетная масса «Суфле» . . . . .	6	175±2
Корпуса конфет		
фруктово-желейные («Лето») . . . . .	5	170±5
молочно-помадные («Буревестник») . . . . .	6	175±2
Конфеты молочные типа «Старт» и «Коровка»	6	175±2
Конфеты с корпусом из молочной помады («Игрушки») . . . . .	5	175±2
Конфеты с фруктово-желейными корпусами («Лето», «Южная ночь») . . . . .	5	175±2
Ирис («Золотой ключик») . . . . .	5	165—170
Халва . . . . .	3	165—170
Сухое молоко . . . . .	2	160±5
Сгущенное молоко с сахаром . . . . .	5	170±5
Бобы какао . . . . .	5	160±5
Порошок какао (производственный) . . . . .	5	165±5
Печенье сахарное и затяжное . . . . .	3	160—165
Мармелад яблочный . . . . .	3	160—165

прибора Чижовой, чтобы навеска расплавилась; затем сразу же вынимают пластинки из прибора и сильно прижимают их одну к другой.

После этого производят высушивание навески.

Для отсчета времени удобно пользоваться песочными часами.

При прогревании в приборе Чижовой некоторых продуктов (карамельной массы, частично — конфет, начинок) обильно выделяются пары, или масса сильно вспучивается, разрывает пакетик и растекается за пределы пластинок. В этом случае рекомендуется пользоваться двойным пакетиком из фильтровальной бумаги.

В табл. 6 приводятся оптимальные параметры, которых следует придерживаться при определении влажности прибором Чижовой.

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ САХАРА

### 1. ОСНОВНЫЕ СВОЙСТВА САХАРОВ, ОБОСНОВЫВАЮЩИЕ МЕТОДЫ ИХ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

#### Общие сведения

В состав кондитерских полуфабрикатов и готовых изделий входят различные виды сахаров в зависимости от сырья, прошедшего на изготовление указанных продуктов.

Обычно встречаются следующие виды сахаров: сахароза (свекловичный, тростниковый сахар), глюкоза (декстроза, виноградный сахар), фруктоза (левулеза), мальтоза, лактоза (молочный сахар). Из этих сахаров сахароза, мальтоза и лактоза являются дисахаридами, а глюкоза и фруктоза — моносахаридами.

Указанные сахара обладают различными свойствами, но мы остановимся только на тех свойствах, которые послужили обоснованием различных методов определения сахара в продуктах кондитерского производства. Эти свойства кратко изложены в табл. 7.

В лабораторной практике при контроле кондитерского производства отдельные виды сахаров не определяют, а определяют общий сахар, т. е. всю сумму сахаров, входящих в состав исследуемого продукта, и так называемые редуцирующие сахара, которые восстанавливают щелочной раствор меди (жидкость Фелинга) и которые часто неправильно называют инвертом. Инверт, или инвертный сахар, как известно, есть результат инверсии сахарозы. Он состоит из равного количества глюкозы и фруктозы, а в продуктах кондитерского производства, кроме инвертного сахара, часто присутствуют и другие сахара, восстанавливающие щелочной раствор меди или феррицианида.

#### Щелочной раствор меди (жидкость Фелинга)

Как видно из табл. 7, щелочной раствор меди является окислителем; он окисляет глюкозу, фруктозу, мальтозу и лактозу, но не окисляет сахарозу; чтобы определить сахарозу, приходится прибегать к обработке сахарозы кислотами (инвер-

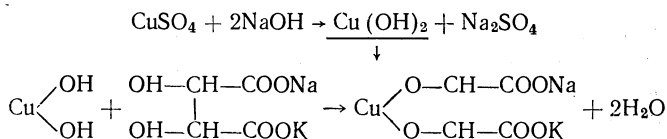
Таблица 7

## Химические свойства сахаров, используемые для их количественного определения

Реактивы и способ обработки раствора сахара	Сахароза	Глюкоза	Фруктоза	Мальтоза	Лактоза
Нагревание со щелочным раствором меди	Не восстанавливает меднощелочной раствор	Восстанавливают меднощелочной раствор с выделением осадка закиси меди			
Щелочной раствор йода (на холоду)	Не окисляется	Окисляется	Не окисляется	Окисляется	Окисляется
Действие при нагревании	—	Разрушается	Разрушается	—	—
щелочей	—	Не разрушается	»	Разрушается на две молекулы глюкозы	Распадается на молекулу глюкозы и молекулу галактозы
сильных кислот	Распадается на глюкозу и фруктозу, последняя разрушается	Не разрушается	»	Разрушается на две молекулы глюкозы	Распадается на молекулу глюкозы и молекулу галактозы
слабых кислот	Распадается на глюкозу и фруктозу (инвертный сахар)	Не разрушается	Не разрушается	Медленно распадается на две молекулы глюкозы	Медленно распадается на молекулу глюкозы и молекулу галактозы

сия), в результате чего получается инвертный сахар (глюкоза + фруктоза), который восстанавливает Фелингову жидкость.

Щелочной раствор меди получается при взаимодействии щелочного раствора сегнетовой соли ( $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) с раствором серноокислой меди. При смешивании щелочного раствора сегнетовой соли с раствором медного купороса сначала выпадает голубой осадок гидрата окиси меди, который затем реагирует с сегнетовой солью и растворяется, образуя раствор интенсивного синего цвета:



Предполагается, что образовавшийся медный комплекс содержит медь в нестойком состоянии. При действии на указанный медный комплекс сахаров, содержащих альдегидную или кетонную группу, происходит реакция окисления за счет окиси меди, превращающейся соответственно в нерастворимую закись меди  $\text{Cu}_2\text{O}$ .

Реакция окисления протекает сложно, в несколько фаз, так что стехиометрическое выражение ее было бы неправильным; под влиянием щелочи Фелинговой жидкости исследуемые сахара в небольшой степени подвергаются разрушению, да и сама Фелингова жидкость при нагревании частично разлагается также с выделением закиси меди.

Поэтому при окончательном определении сахаров при помощи жидкости Фелинга пользуются специальными таблицами, составленными опытным путем, и только в определенных условиях опыта. Отступление от приемов определения (разбавление водой жидкости Фелинга, изменение времени нагревания, степени щелочности и другое) приводит к неверным результатам.

В зависимости от выбранного метода определения сахара со щелочным раствором меди состав последнего бывает различным. Обычно готовят два отдельных раствора: раствор медного купороса и раствор виннокислого калия — натрия (сегнетовой соли) с едкой щелочью; первый раствор принято называть жидкостью Фелинга I, второй раствор — жидкостью Фелинга II.

Наиболее широко используемый в настоящее время реактив требует, чтобы жидкость Фелинга I содержала 69,28 г  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  в 1 л, а жидкость Фелинга II — 346 г сегнетовой соли и 100 г  $\text{NaOH}$  в 1 л.

При применении щелочного раствора сегнетовой соли ее смешивают с раствором медного купороса в момент определения сахара. Держать оба раствора смешанными нельзя, так



как при этом происходит медленное разрушение медного комплекса с выделением закиси меди. При использовании вместо едкого натра углекислой соды, а вместо сегнетовой соли — натриевой соли лимонной кислоты можно приготовить щелочной медноцитратный раствор (называемый раствором Лuffфа), который не разлагается и хорошо сохраняется в виде одного реактива. Для приготовления раствора сернокислой меди последняя должна быть очищена путем перекристаллизации даже чистого продажного препарата.

Для этого готовят насыщенный в кипящей воде раствор сернокислой меди из расчета 70 г в 100 мл воды. Раствор быстро, в горячем состоянии, фильтруют, пользуясь складчатым фильтром и воронкой с отрезанным концом, чтобы предотвратить кристаллизацию соли в трубке и закупоривание стока. Фильтрат собирают в фарфоровую чашу или стакан, помещенные в холодную воду. Для лучшего образования кристаллов фильтрат помешивают стеклянной палочкой. Выделившиеся кристаллы  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  отфильтровывают на воронке с отсасыванием и высушивают на воздухе между листами фильтровальной бумаги.

## **2. ОБЩИЕ ПРАВИЛА ПОДГОТОВКИ РАСТВОРА ИССЛЕДУЕМОГО ВЕЩЕСТВА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ САХАРОВ**

### **Приготовление раствора вещества**

Продукты кондитерского производства, в которых определяются сахара, могут быть разбиты на две группы.

Первая группа — продукты, растворяющиеся в воде без остатка и не дающие мутных растворов (сиропы сахарные и сахаро-паточные, карамельная масса, ликеры, драже-горошек, драже ликерное и т. п.). Навеску исследуемого вещества растворяют в дистиллированной воде (температура не выше 70 °С) в небольшом стаканчике или чашке, переносят количественно в мерную колбу на 200—250 мл, охлаждают, доводят водой до метки и хорошо перемешивают.

Полученный раствор используют для исследования.

Вторая группа — продукты, имеющие в своем составе вещества, нерастворимые в воде и содержащие белки, жир, плодую мякоть, пектины и т. п. (карамель с плодовой начинкой, фруктовые изделия и полуфабрикаты, молочные изделия, марципан, пралине, шоколад, печенье, пряники, венские изделия, халва и т. п.). Навеску растворяют в теплой дистиллированной воде (температура не выше 70 °С) и количественно переносят в мерную колбу на 200 или 250 мл; общее количество раствора не должно превышать 150 мл. Затем колбу помещают в водяную баню, нагретую до температуры не выше 70 °С (если изделие

содержит муку, то баню следует нагревать только до  $50^{\circ}\text{C}$ ); эту температуру поддерживают в течение 15 мин, непрерывно взбалтывая раствор. После этого раствор охлаждают и производят осаждение мешающих несахаров.

При осаждении цинковым раствором (см. ниже) к жидкости в колбе приливают 10—15 мл раствора сульфата цинка, затем столько раствора едкого натра, сколько установлено холостым опытом, взбалтывают, доводят водой до метки, дают осадку скоагулировать, на что уходит несколько минут, и фильтруют в сухую плоскодонную колбу через бумажный фильтр; фильтрат используют для определения сахаров.

### Инверсия сахарозы

Для проведения инверсии при определении общего сахара пользуются различными методами. До инверсии необходимо испытуемый раствор освободить от посторонних веществ, мешающих определению сахаров (белки, жиры, крахмал, декстрины, клетчатка и т. п.). Это достигается большей частью применением различных осадителей, вызывающих коагулирование мешающих несахаров, удаляемых последующей фильтрацией.

Полученный фильтрат инвертируют.

В отдельных случаях, когда приготовленный раствор исследуемого вещества прозрачный, обработка раствора осадителями не требуется. Для инвертирования применяют соляную кислоту такой концентрации, чтобы в процессе инверсии, проводимой при строго определенной температуре в течение строго определенного времени, не произошло разрушения сахаров.

Такая инверсия проводится следующим способом. К отмеренному пипеткой в мерную колбу объему фильтрата после осаждения или к прозрачному раствору навески, содержащему сахарозу, приливают концентрированную соляную кислоту (относительная плотность 1,19) в количестве 7—8 мл из расчета на 100 мл раствора. Погрузив термометр в колбу, ставят ее в водяную баню, нагретую приблизительно до  $80^{\circ}\text{C}$ . В течение 2—3 мин температуру жидкости доводят до  $67$ — $70^{\circ}\text{C}$  и при этой температуре выдерживают раствор точно 5 мин, после чего содержимое колбы немедленно охлаждают под струей холодной воды до комнатной температуры и нейтрализуют крепким раствором щелочи (25—30%-ная), прибавив 1—2 капли метилоранжа. Щелочь приливают из пипетки по каплям до перехода розового цвета в оранжевый (если раствор от излишка щелочи делается желтым, то по каплям приливают 0,5 н. соляную кислоту до розовато-оранжевого окрашивания). После этого раствор в колбе разбавляют водой до метки и взбалтывают. В полученном растворе определяют сахар.

## Осадители мешающих несахаров

Цинковый осадитель состоит из двух реактивов: а) 145 г кристаллического сернокислого цинка ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ) растворяют в дистиллированной воде и полученный раствор доводят до объема 1000 мл;

б) 40 г едкого натра или 56 г едкого калия растворяют в воде и полученный раствор доводят до объема 1000 мл.

Для осаждения мешающих несахаров приливают пипетками к испытуемому раствору навески, взятой для определения сахара, равные объемы указанных реактивов (по 10—15 мл). Сначала приливают раствор  $ZnSO_4$ , взбалтывают, затем — раствор щелочи и снова взбалтывают, после этого объем раствора доводят до метки.

Ввиду того что кристаллический сернокислый цинк легко выветривается, теряя кристаллизационную воду, а едкая щелочь поглощает углекислоту и воду из воздуха, некоторую трудность представляет изготовление этих реактивов в эквивалентных объемных соотношениях. Поэтому прежде чем пользоваться данными растворами для коагулирования мешающих несахаров, следует установить холостым опытом, сколько миллилитров едкой щелочи необходимо взять на отмеренный объем сульфата цинка.

Для этого в колбу для титрования пипеткой точно отмеривают 10—15 мл раствора сульфата цинка, прибавляют 50 мл дистиллированной воды и две капли фенолфталеина; пипеткой с делениями берут определенный объем раствора едкого натра и осторожно приливают его к отмеренному объему цинковой соли, все время взбалтывая и не обращая внимания на выпавший осадок гидрата окиси цинка. Как только жидкость в колбе окрасится в слабо-розовый цвет, приливание щелочи прекращают и отсчитывают, какой объем ее был затрачен. Этим соотношением и пользуются в дальнейшем при осаждении мешающих несахаров.

Свинцовый осадитель. Готовят два раствора: 340 г нитрата свинца ( $Pb(NO_3)_2$ ) в 1 л и 32 г NaOH в 1 л. Для осаждения мешающих несахаров берут по 10—15 мл каждого раствора. Как и при цинковом осадителе, рекомендуется проверить соотношение объемов обоих растворов.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ САХАРОВ ЩЕЛОЧНЫМ РАСТВОРОМ МЕДИ

Методов определения редуцирующих веществ и общего сахара с применением щелочных растворов меди довольно много.

Одни методы основаны на определении количества сахара по количеству выделившейся закиси меди, другие — по количе-

ству израсходованного инвертного сахара на восстановление точно отмеренного объема щелочного раствора меди.

Все эти методы условны, используемые для них таблицы вычисления количества сахара составлены экспериментальным путем, поэтому точность получаемых результатов будет всецело зависеть от того, насколько соблюдаются все условия определения, предъявляемые к тому или иному методу.

Мы рассмотрим те методы, которые проверены в условиях кондитерского производства и используются в лабораторной практике.

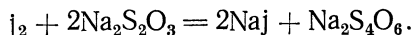
### ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на восстановлении щелочного раствора меди некоторым количеством раствора редуцирующего сахара и определении количества образовавшейся закиси меди или невосстановившейся меди йодометрическим способом. Количество невосстановившейся меди определяется на основе следующей реакции:



В результате взаимодействия йодистого калия с солью окиси меди образуется одновалентная йодистая медь и свободный йод.

Этот свободный йод титруют раствором гипосульфита по реакции



Йодометрический метод определения сахара существует в нескольких видоизменениях. В одних случаях используют щелочной раствор меди (жидкость Фелинга), в другом случае применяют щелочной медноцитратный раствор (раствор Луффа). Последний метод довольно широко используется в кондитерской промышленности для контроля сахара в официальных случаях, поэтому мы даем его описание.

Требуются следующие реактивы.

1. Щелочной медноцитратный раствор (раствор Луффа). 25 г перекристаллизованной сернокислой меди и 50 г кристаллической лимонной кислоты растворяют в воде, переносят в мерную колбу емкостью 1000 мл, добавляют небольшими порциями 388 г кристаллического или 143,7 г безводного углекислого натрия (осторожно!) и, когда прекратится выделение углекислого газа, разбавляют водой до метки, перемешивают и, если надо, фильтруют.

2. Йодистый калий кристаллический.

3. Йодат-йодидный раствор. 3,6 г йодноватокислого калия и 40 г йодистого калия растворяют в дистиллированной воде

в мерной колбе на 1000 *мл*, прибавляют 3 *мл* 2 н. раствора едкого натра, разбавляют водой до метки. Раствор следует хранить в темном месте.

4. Оксалат калия. 165 г щавелевокислого калия растворяют в 500 *мл* горячей дистиллированной воды и охлаждают до комнатной температуры.

5. Приблизительно 4 н. раствор серной кислоты. 111 *мл* серной кислоты (уд. вес 1,84) растворяют в воде и доводят до объема 1000 *мл*.

6. 0,1 н. раствор гипосульфита готовят следующим образом: 25 г гипосульфита (по ГОСТу 4215—48) растворяют в кипяченной и охлажденной дистиллированной воде, переносят в мерную колбу на 1000 *мл* и разбавляют этой же водой до метки. Титр устанавливают через 8—10 суток. Для этого в коническую колбу емкостью 500 *мл* вносят около 2 г йодистого калия, растворяют его в 2—3 *мл* воды, прибавляют 5 *мл* соляной кислоты (1:5) и 25 *мл* 0,1 н. раствора хромпика, осторожно перемешивают жидкость, прикрыв колбу стеклом; через 2 *мин* приливают 200—250 *мл* воды и титруют раствором гипосульфита. Как только жидкость делается зеленовато-желтой, прибавляют около 3 *мл* раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синего окрашивания. Поправочный коэффициент *K* вычисляют по формуле

$$K = \frac{25}{V},$$

где *V* — количество гипосульфита, затраченное при титровании, *мл*.

Титр гипосульфита, если раствор хорошо защищен от воздействия углекислоты воздуха, сохраняется без изменения продолжительное время. Проверку титра производят при этом 1 раз в 2—3 месяца.

7. Кислота соляная по ГОСТу 3118—46 (водный раствор 1:5 по объему).

8. Калий двуххромовокислый по ГОСТу 4220—48 ч. д. а. перекристаллизованный. Используют 0,1 н. раствор — 4,9033 г растворяют в мерной колбе емкостью 1000 *мл*.

9. Крахмальный клейстер 1%-ный. 1 г крахмала растирают в фарфоровой чашке с 2—3 *мл* воды, полученное крахмальное молоко вносят в 100 *мл* кипящей воды, кипятят около 1 *мин*, затем охлаждают. Для консервирования клейстера прибавляют 1—2 капли металлической ртути.

Посуда требуется следующая: колбы конические емкостью 250—300 *мл*; колбы мерные на 250, 200 и 100 *мл*; пипетки на 100, 25, 10 и 3 *мл*; цилиндры мерные на 100 и 25 *мл*; шариковый холодильник длиной 250—300 *мл*.

## Определение редуцирующих веществ (сахара до инверсии)

Навеску исследуемого продукта берут на аналитических весах с точностью до 0,001 г из такого расчета, чтобы в 100 мл конечного раствора содержалось около 0,5 г редуцирующего сахара.

Величину навески в граммах  $g$  можно рассчитать по следующей формуле:

$$g = \frac{aV}{p},$$

где  $a$  — допустимое содержание определяемого сахара в 100 мл приготовленного раствора, г (в данном случае 0,5 г);  
 $V$  — объем мерной колбы, взятой для приготовления раствора навески, мл;  
 $p$  — предполагаемый процент содержания редуцирующих веществ в исследуемом продукте.

Величину навески для данного метода можно также определить из табл. 8, задавшись определенным содержанием редуцирующих веществ.

Таблица 8  
 Величина навески в зависимости от предполагаемого содержания редуцирующих веществ

Предполагаемое содержание редуцирующих веществ, %	Навеска продукта, г, в мерной колбе емкостью		Предполагаемое содержание редуцирующих веществ, %	Навеска продукта, г, в мерной колбе емкостью	
	200 мл	250 мл		200 мл	250 мл
5	20,0	25	30	3,4	4,3
10	10,0	12,5	35	2,8	3,5
15	7,0	8,8	40	2,6	3,3
20	5,0	7,3	45	2,2	2,8
25	4,0	5,0	50	2,0	2,5

Навеску растворяют в дистиллированной воде (температура не выше 70°C). Если продукт растворяется в воде без остатка, то полученный раствор переносят в мерную колбу на 200 или 250 мл и после охлаждения разбавляют водой до метки.

Если раствор мутный и содержит нерастворимые в воде вещества, то его обрабатывают цинковым осадителем (стр. 72).

В коническую колбу на 250—300 мл вносят пипеткой точно 25 мл медноцитратного раствора, 10 мл подготовленного раствора навески, 15 мл дистиллированной воды, бросают в колбу для равномерного кипения кусочек пемзы или два-три кусочка пористой керамики и присоединяют колбу к обратному шариковому холодильнику.

В течение 3—4 мин жидкость в колбе доводят до кипения,

отмечают время и кипятят ровно 10 мин, затем, отсоединив от холодильника, быстро охлаждают колбу погружением в холодную воду.

В остывшую жидкость прибавляют последовательно точно 25 мл йодат-йодидного раствора (пипеткой), по 25 мл (мерным цилиндром) оксалатного раствора и 4 н. раствора серной кислоты (серную кислоту приливают осторожно, иначе бурное выделение  $\text{CO}_2$  поведет к выбрасыванию жидкости из колбы) и сейчас же титруют выделившийся йод 0,1 н. раствором гипосульфита. К концу титрования (жидкость делается зеленоватоголубой) приливают 2—3 мл раствора крахмала и заканчивают титрование, когда жидкость примет ярко-голубую окраску.

При отсутствии йодат-йодидного раствора и оксалата калия поступают следующим образом. В колбу с раствором после охлаждения прибавляют 3 г йодистого калия, растворенного в 10 мл воды, 25 мл 4 н. серной кислоты и выделившийся йод сейчас же титруют 0,1 н. раствором гипосульфита до слабо-желтого окрашивания, после чего прибавляют 2—3 мл раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей, а затем и фиолетовой окраски, приливая гипосульфит в самом конце титрования по капле.

Проводят холостой опыт в тех же условиях, взяв 25 мл медноцитратного раствора и 25 мл воды.

Разность между количеством гипосульфита (в миллилитрах), затраченным при холостом опыте и при определении, умноженная на поправочный коэффициент, дает соответствующее количество меди, восстановленной редуцирующими сахарами, выраженное в миллилитрах 0,1 н. гипосульфита.

По табл. VI (Приложение) находят соответствующее количество инвертного сахара в миллиграммах во взятых 10 мл раствора навески.

Количество инвертного сахара  $I_2$  в процентах вычисляют по формуле

$$I_2 = \frac{aV \cdot 100}{10 \cdot 1000g} = \frac{aV}{100g},$$

где  $a$  — количество инвертного сахара, найденное по табл. VI, мг;

$V$  — объем мерной колбы, в которой растворена навеска, мл;

$g$  — навеска продукта, г.

### Определение общего сахара (сахара после инверсии)

Навеску исследуемого продукта берут с точностью до 0,001 г из такого расчета, чтобы в 100 мл полученного раствора было 0,8—1 г общего сахара. Величину навески  $g$  в граммах рассчитывают по формуле (см. стр. 77).

В зависимости от характера продукта навеску растворяют без осаждения или с осаждением мешающих несахаров цинковым осадителем в мерной колбе емкостью 200 или 250 мл. После осаждения несахаров раствор фильтруют.

Из полученного раствора берут 100 мл (пипеткой), вносят в мерную колбу на 200 мл, проводят инверсию. Предварительно проверяют реакцию раствора, прибавив 1—2 капли метилоранжа. Если раствор дает желтую окраску, то приливают по каплям 0,5 н. соляной кислоты до розового окрашивания, после чего прибавляют концентрированную соляную кислоту для инверсии (см. стр. 73).

После нейтрализации раствора щелочью, охлаждения и разбавления водой до метки определяют сахар по способу, описанному на стр. 77.

Количество общего сахара в процентах  $I_1$ , выраженное в инвертном сахаре, вычисляют по формуле

$$I_1 = \frac{aV \cdot 200 \cdot 100}{10 \cdot 100 \cdot 1000g} = \frac{aV}{50g},$$

где  $a$  — количество инверта, найденное по табл. VI (Приложение), мг;

$V$  — объем мерной колбы, взятой для растворения навески;  
 $g$  — навеска продукта, г.

Количество сахарозы  $S$  в процентах можно определить по формуле

$$S = 0,95(I_1 - I_2).$$

#### *Общие замечания к йодометрическому методу*

Йодометрический метод является одним из наиболее точных. Параллельные определения дают расхождения, не превышающие 0,3%.

На точность получаемых результатов влияет не только строгое соблюдение всех правил определения, но и свежесть раствора крахмала, применяемого при титровании йода гипосульфитом; клейстер без ртути не следует применять, если он стоит более 3 дней.

#### **МЕТОД ТИТРОВАНИЯ ЩЕЛОЧНОГО РАСТВОРА МЕДИ РАСТВОРОМ ИНВЕРТНОГО САХАРА**

Метод основан на обесцвечивании темно-синего раствора фелинговой жидкости раствором редуцирующего сахара. Этот метод был предложен Сокслетом.

Позднее другие исследователи в целях более точного установления конца реакции предложили применять раствор мети-



леновой сини в качестве индикатора. По Лэйну и Эйнону раствор метиленовой сини прибавляют к титруемому раствору фелинговой жидкости в самом конце. Инвертный сахар при нагревании, вступая в реакцию с фелинговой жидкостью, постепенно обесцвечивает ее с выделением закиси меди, ярко-красный цвет которой сильно маскирует момент полного обесцвечивания.

Но если в растворе присутствует метиленовая синь, то как только вся фелингова жидкость будет израсходована, следующая капля редуцирующего сахара (инверта) восстановит метиленовую синь, превратив ее в бесцветное лейкооснование, и титруемая жидкость делается бесцветной.

Здесь мы приводим быстрый метод определения сахара с метиленовой синью в том виде, как он был разработан в ВКНИИ для продуктов кондитерского производства.

Требуемые реактивы:

растворы Фелинга I (69,28 г  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  в 1 л) и II (346 г сегнетовой соли и 100 г  $\text{NaOH}$  в 1 л);

кислота соляная (относительная плотность 1,19);

едкий натр — 25—30%-ный раствор;

цинковый осадитель (см. стр. 74);

метиленовая синь (1 г метиленовой сини растворяют в 100 мл дистиллированной воды и фильтруют);

стандартный раствор инвертного сахара или глюкозы;

метилоранж (0,02 г метилоранжа растворяют в 100 мл горячей воды и по охлаждению профильтровывают).

Требуемая посуда:

конические колбочки емкостью около 100 мл;

бюретки емкостью 25 или 50 мл;

пипетки емкостью 10 мл;

мерные колбы емкостью 100 и 200 мл;

бюксы с крышками для взвешивания;

химические стаканы на 100 мл.

### *Приготовление стандартного раствора инвертного сахара*

Химически чистую сахарозу или сахар-рафинад помещают в эксикатор, где выдерживают в течение 3 суток, после чего берут в стаканчике навеску в количестве 1,9 г на аналитических весах и растворяют в воде; растворенную навеску переносят в мерную колбу на 200 мл с таким расчетом, чтобы количество воды, затраченное на растворение и перенесение навески, было около 100 мл; прибавляют 7—8 мл концентрированной соляной кислоты и инвертируют по способу, описанному на стр. 73.

Приготовленный стандартный раствор содержит 0,1 г инвертного сахара в 1 мл.

### Установка титра фелинговой жидкости

В коническую колбу на 100 мл отмеривают пипетками по 10 мл жидкости Фелинга I и II, прибавляют пипеткой 10 мл воды и из бюретки, снабженной Z-образным наконечником длиной около 100 мл (рис. 19), приливают из бюретки 8,5—9 мл стандартного раствора инверта, нагревают до кипения, кипятят ровно 1 мин и, не прерывая кипячения, вносят три капли метиленовой сини и титруют тем же раствором инверта до исчезновения синей окраски.

Суммарное число миллилитров раствора инверта, прилитого в колбу, умноженное на 0,01 г, покажет, скольким граммам инверта (редуцирующего сахара) соответствует 20 мл меднощелочного раствора.

#### Определение редуцирующих веществ без приготовления раствора навески

Навеску подготовленного изделия или полуфабриката берут из такого расчета, чтобы в ней содержалось не более 0,1 г редуцирующего сахара.

Величину навески  $g$  в граммах можно рассчитать по следующей формуле:

$$g = \frac{8}{p},$$

где  $p$  — предполагаемый процент содержания определяемого сахара.

Навеску помещают в коническую колбу на 100—150 мл, прибавляют пипетками по 10 мл жидкости Фелинга I и II, 10 мл воды, нагревают при взбалтывании до кипения, кипятят 1 мин и, не прерывая кипячения, прибавляют три капли метиленовой сини и дотитровывают из бюретки стандартным раствором инверта до исчезновения синего окрашивания.

Количество редуцирующих веществ  $I_2$  в процентах вычисляют по формуле

$$I_2 = \frac{0,01(n - m) 100}{g} = \frac{n - m}{g},$$

где  $n$  — объем стандартного раствора инверта, затраченный на 20 мл щелочного раствора меди, мл;

$m$  — объем стандартного раствора инверта, затраченный при дотитровывании, мл;

$g$  — навеска продукта, г.

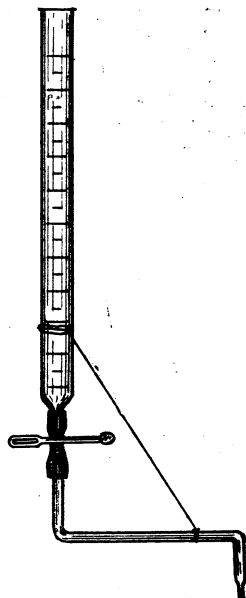


Рис. 19. Бюретка с Z-образным наконечником.

Описанный метод применяется для определения редуцирующих веществ в сахарных и сахаро-паточных сиропах, в карамельной массе, леденцовой карамели, карамели с фруктовыми начинками, помаде сахарной, в фруктовом и желейном мармеладе, фруктовых начинках, фруктовых и помадных корпусах конфет, в фруктовом, помадном и бескорпусном драже.

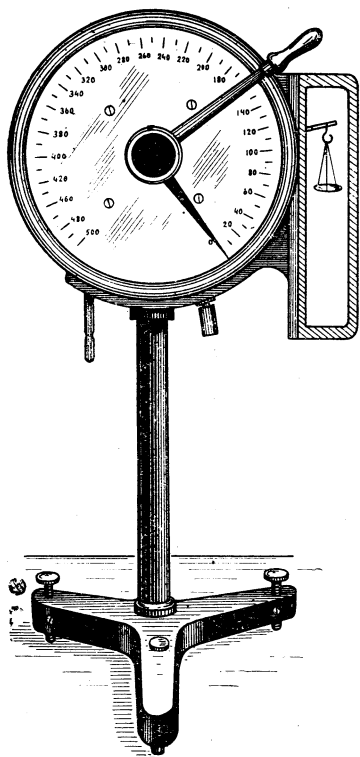


Рис. 20. Торзионные весы.

Для того чтобы не ошибиться в величине навески, в результате чего содержание редуцирующих веществ в ней окажется больше предполагаемого, рекомендуется при расчете задавать максимально возможным процентом их в исследуемом продукте, например в карамели леденцовой — 23%.

Величина навески уменьшается при большом содержании в продукте редуцирующих веществ, поэтому для некоторых продуктов необходимы маленькие навески. Для удобства работы с такими навесками следует пользоваться торзионными весами типа ВТ до 500 мг (рис. 20).

Чашечка этих весов имеет массу 100 мг; на чашечку помещают листок бумаги, на который кладут навеску. Чашечка с бумажкой весит примерно 120—130 мг, так что навеска может быть до 350—370 мг.

Навеску переносят в колбу вместе с бумажкой. Как показывает практика, присутствие бумажки в щелочном растворе меди не влияет на результаты определения сахара.

### Определение редуцирующих веществ с приготовлением раствора навески

Навеску изделия берут с точностью до 0,01 г из такого расчета, чтобы в 100 мл полученного раствора содержалось не более 0,8 г редуцирующих веществ. Величину навески  $g$  в граммах можно определить по формуле (см. стр. 77).

Навеску, взятую в химическом стакане, растворяют в небольшом количестве воды (температура которой должна быть не выше 70 °С), переносят в мерную колбу на 100 мл, осажд-

дают мешающие несакара цинковым осадителем (стр. 72), доводят содержимое колбы водой до метки, взбалтывают и через несколько минут фильтруют. В фильтрате определяют редуцирующие вещества по предыдущему методу, отмерив пипетками по 10 мл жидкости Фелинга I, II и фильтрата.

Количество редуцирующих веществ в процентах ( $I_2$ ) определяют по формуле

$$I_2 = \frac{0,01 (n - m) 100 \cdot 100}{10g} = \frac{10 (n - m)}{g}$$

Значения символов здесь те же, что и в предыдущем случае.

Этот метод применяется для определения редуцирующих веществ во всех продуктах, отмеченных в предыдущем способе, в том числе и в халве, тянучке, ирисе и др.

### Определение общего сахара

Метод применяется для определения общего сахара во всех кондитерских изделиях.

Навеску подготовленного продукта берут с точностью до 0,01 г из расчета, чтобы раствор содержал не более 1,6—1,8 г редуцирующих веществ в 100 мл. Для расчета пользуются формулой, стр. 77. Растворение навески с обработкой цинковым осадителем или без обработки производят по способу, указанному на стр. 72.

Из полученного раствора отмеривают пипеткой 50 мл, вносят в мерную колбу на 100 мл и производят инверсию, прибавив 3,5—4 мл концентрированной соляной кислоты относительной плотностью 1,19 (стр. 73).

После охлаждения и разбавления раствора водой до метки определяют содержание общего сахара  $I_1$ , вычисляя процент его по формуле

$$I_1 = \frac{0,01 (n - m) 100 \cdot 100 \cdot 100}{10 \cdot 50g} = \frac{20 (n - m)}{g}$$

Значения символов те же, что и в предыдущих случаях. Процент сахарозы  $S$  находят по формуле

$$S = 0,95 (I_1 - I_2).$$

### Применение стандартного раствора глюкозы

Вместо стандартного раствора инверта можно пользоваться таким же раствором глюкозы, предварительно установив величину поправочного коэффициента  $K$  для раствора глюкозы по соответствующему стандартному раствору инверта.

Стандартный раствор глюкозы должен содержать 1 г глюкозы ( $C_6H_{12}O_6$ ) в 100 мл.

Для приготовления раствора берут химически чистую безводную или водную (кристаллическую) глюкозу; в последнем случае навеску берут в пересчете на безводную.

Поправочный коэффициент  $K$  вычисляют по формуле

$$K = \frac{a}{b},$$

где  $a$  — количество стандартного раствора инверта, *мл*, идущее на восстановление 20 *мл* щелочного раствора меди;  
 $b$  — количество раствора глюкозы, *мл*, идущее на восстановление 20 *мл* меднощелочного раствора.

При титровании раствором глюкозы полученный при вычислении процент инверта в исследуемом продукте умножают на указанный выше поправочный коэффициент.

#### *Общие замечания по методу титрования щелочного раствора меди раствором редуцирующего сахара*

Этот метод является наиболее быстрым. Однако точность результатов уступает йодометрическому. Для повышения точности при определении содержания редуцирующих веществ в объектах, содержащих много сахарозы, рекомендуется в стандартный раствор инвертного сахара или глюкозы ввести перед доведением объема до метки химически чистую сахарозу в количестве, приблизительно соответствующем соотношению редуцирующих сахаров и общего сахара в исследуемом объекте. Например, при определении количества редуцирующих веществ в карамельной массе на 200 *мл* раствора нужно ввести около 10 *г* сахарозы.

#### *Примеры*

1. Определить количество редуцирующих веществ в желейном мармеладе йодометрическим методом при следующих данных.

Навеска мармелада 4,00 *г* растворена в мерной колбе на 200 *мл*.

При титровании взято 10 *мл* раствора навески.

При титровании пошло 5,5 *мл* 0,1 н. раствора гипосульфита.

При холостом опыте на 25 *мл* медноцитратного раствора пошло 25,3 *мл* 0,1 н. гипосульфита.

Коэффициент нормальности гипосульфита равен 1,00.

Находим количество гипосульфита в миллилитрах, соответствующее восстановленной меди:  $(25,3 - 5,5) \cdot 1,00 = 19,8$  *мл*.

По табл. VI (Приложение) находим, что 19,8 *мл* 0,1 н. раствора гипосульфита соответствует 52,4 *мг* инверта.

Процент редуцирующих веществ

$$I_2 = \frac{52,4 \cdot 200 \cdot 100}{10 \cdot 1000 \cdot 4,00} = \frac{52,4 \cdot 2}{4,00} = 26,2\%$$

2. Определить количество общего сахара в бисквите йодометрическим методом при следующих данных.

Навеска бисквита 8,00 *г* растворена в мерной колбе на 250 *мл*.

Для инверсии взято 100 *мл* в мерную колбу на 200 *мл*.

Для титрования взято 10 мл раствора и затрачено 9,8 мл 0,1 н. раствора гипосульфита.

Холостой опыт: 25 мл медноцитратного раствора соответствуют 25,3 мл 0,1 н. гипосульфита.

Коэффициент нормальности гипосульфита равен 0,9890.

Находим количество гипосульфита в миллилитрах, соответствующее востановленной меди (25,3—9,8)0,9890=15,3 мл.

По табл. VI (Приложение) находим, что 15,3 мл 0,1 н. раствора гипосульфита соответствуют 39,34 мг инверта.

Процент общего сахара

$$I_1 = \frac{39,34 \cdot 250 \cdot 200 \cdot 100}{10 \cdot 100 \cdot 1000 \cdot 8,00} = \frac{39,34 \cdot 25}{40} = 24,6\%.$$

Здесь общее количество сахара выражено в инвертном сахаре.

3. При определении сахара методом титрования фелинговой жидкости с метиленовой синью приготовили раствор глюкозы; на 20 мл фелинговой жидкости идет 10,2 мл этого раствора.

На то же количество фелинговой жидкости идет 9,85 мл стандартного раствора инверта.

Вычислить поправочный коэффициент  $K$ :

$$K = \frac{9,85}{10,2} = 0,966.$$

4. Рассчитать, какое количество химически чистой сахарозы следует взять, чтобы получить раствор, содержащий 5 г инвертного сахара в 500 мл.

Так как для получения 1 г инвертного сахара необходимо  $1 \cdot 0,95 = 0,95$  г сахарозы, то для получения 5 г следует взять  $5 \cdot 0,95 = 4,75$  г сахарозы, произвести инверсию и разбавить водой в мерной колбе на 500 мл.

5. Взята навеска карамельного сиропа 0,650 г; при титровании меднощелочного раствора с метиленовой синью на дотитрование пошло 0,95 мл стандартного раствора инверта; на 20 мл фелинговой жидкости идет 9,85 мл того же стандартного инверта. Вычислить процент редуцирующих веществ в указанном сиропе:

$$I_2 = \frac{9,85 - 0,95}{0,650} = 13,7\%.$$

6. Навеска карамельной массы 0,499 г была протитрована с метиленовой синью раствором глюкозы, имеющим поправочный коэффициент 0,966. На 20 мл фелинговой жидкости идет 10,2 мл этого раствора. На дотитрование затрачен 1,0 мл раствора глюкозы. Сколько редуцирующих веществ в карамели?

$$I_2 = \frac{10,2 - 1,0}{0,499} \cdot 0,966 = 17,8\%.$$

7. Определить процент редуцирующих веществ в ирисе «Золотой ключик» методом титрования щелочного раствора меди с метиленовой синью и с приготвлением раствора навески.

Определим величину навески для раствора ее, приготовленного в мерной колбе на 100 мл.

По формуле на стр. 77, исходя из допускаемого содержания редуцирующих веществ в 100 мл раствора 0,8 г ( $a$ ) и предполагаемого содержания редуцирующих веществ в ирисе 15% ( $p$ ), находим величину навески — 5,33 г.

На 20 мл жидкости Фелинга идет 9,9 мл стандартного раствора инверта. ~~На~~ дотитрование фелинговой жидкости с 10 мл раствора навески пошло 1,2 мл стандартного раствора инверта.

Процент редуцирующих веществ

$$I_2 = \frac{0,01(9,9 - 1,2) 100 \cdot 100}{10 \cdot 5,33} = \frac{10 \cdot 8 \cdot 7}{5,33} = 16,3\%$$

8. Определить процент общего сахара в арахисовой халве титрованием щелочного раствора меди с метиленовой синью.

Данные для определения.

Навеска халвы 4,50 г растворена (с осаждением мешающих несугаров сульфатом цинка) в мерной колбе на 100 мл.

Для инверсии взято 50 мл в мерную колбу на 100 мл.

При дотитровании на 10 мл раствора навески после инверсии, прилитого к 20 мл фелинговой жидкости, пошло 0,8 мл стандартного раствора инверта.

На 20 мл жидкости Фелинга идет 9,9 мл стандартного раствора инверта.

Процент общего сахара

$$I_1 = \frac{0,01(9,9 - 0,8) 100 \cdot 100 \cdot 100}{10 \cdot 50 \cdot 4 \cdot 50} = \frac{20 \cdot 9,1}{4,5} = 40,5\%$$

Общий сахар здесь выражен в инвертном сахаре.

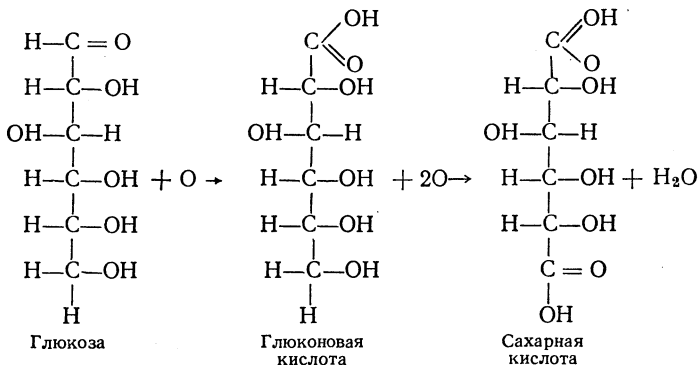
#### 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ САХАРА ЩЕЛОЧНЫМ РАСТВОРОМ ФЕРРИЦИАНИДА (КРАСНОЙ КРОВЯНОЙ СОЛИ)

В основе этого метода лежит способность редуцирующих сахаров — глюкозы, фруктозы, мальтозы, лактозы — при нагревании их со щелочным раствором феррицианида восстанавливать последний в ферроцианид (желтую кровяную соль) по уравнению



Как видно из уравнения, феррицианид является окислителем; глюкоза при действии феррицианида окисляется до конечного продукта — сахарной кислоты.

Окисление глюкозы, содержащей свободную альдегидную группу, в сахарную кислоту протекает не сразу; промежуточным продуктом окисления является глюконовая кислота



Окисление фруктозы, содержащей кетонную группу, идет сложнее; последовательность окисления такая: фруктоза  $\rightarrow$  арабановая кислота  $\rightarrow$  триоксиглутаровая кислота при одновременном образовании формальдегида и муравьиной кислоты.

Мальтоза и лактоза окисляются еще сложнее; сахара, крахмал, декстрины практически феррицианидом не окисляются. Таким образом, реакция окисления сахаров феррицианидом, как и реакция окисления щелочным раствором меди, не может быть выражена стехиометрически; на окисляющее действие феррицианида влияют концентрация щелочи, время нагревания, свойства самого сахара и других, сопутствующих сахару составных частей.

Феррицианидный метод имеет значительные преимущества перед меднощелочным методом: не образуется осадок закиси меди, конец реакции окисления отличается высокой степенью четкости, не нужна дефицитная сегнетова соль.

Феррицианидный метод имеет ряд модификаций; мы остановимся только на методе определения сахара феррицианидом с метиленовой синью, для которой требуются следующие реактивы:

а) красная кровяная соль (10 г химически чистой красной кровяной соли растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе на 1000 мл и разбавляют водой до метки);

б) 1,25 н. раствора едкого натра или едкого кали (50 г NaOH или 70 г KOH растворяют в воде и объем доводят до 1000 мл);

в) раствор метиленовой сини (1 г сини растворяют в 100 мл воды и фильтруют);

г) чистая сахароза или сахар-рафинад;

д) глюкоза химически чистая;

е) метилоранж (0,02 г метилоранжа растворяют в 100 мл горячей воды и фильтруют);

ж) поваренная соль чистая;

з) цинковый осадитель (см. стр. 74).

Из посуды требуются конические колбы емкостью около 100 мл, колбы мерные на 100; 200 и 250 мл, пипетки на 20, 10 и 5 мл, бюретки на 25 и 50 мл.

### *Приготовление стандартного раствора инвертного сахара*

Стандартный раствор инвертного сахара готовят так, как указано на стр. 80. Навеску чистой сахарозы берут в количестве 3,040 г и инвертируют в мерной колбе на 200 мл.

После инверсии, охлаждения и нейтрализации в колбу вносят около 30 г поваренной соли, приливают воду, растворяют соль и доводят объем жидкости в колбе до метки, хорошо



взбалтывая. Полученный раствор содержит 1,6 г инвертного сахара в 100 мл (раствор А). Благодаря присутствию поваренной соли раствор сохраняется длительное время.

Из раствора А по мере надобности готовят рабочий раствор стандартного инверта, для чего в мерную колбу на 100 мл вносят пипеткой 10 мл раствора А. Рабочий раствор содержит 0,16 г инверта в 100 мл (раствор Б). Этим раствором пользуются при определении сахара в исследуемом продукте.

#### *Установление соотношения между раствором феррицианида и стандартным раствором инвертного сахара*

В коническую колбу на 100 мл вносят пипеткой 20 мл раствора феррицианида, 10 мл 1,25 н. раствора едкой щелочи и 10 мл из бюретки с Z-образным наконечником (см. рис. 19) раствора Б инверта. Колбу со смесью ставят на асбестированную сетку с круглым отверстием, размер которого несколько меньше дна колбы. Сетку помещают на электроплитку или на газовую горелку. Жидкость в колбе доводят в течение 3—3,5 мин до кипения, кипятят ровно 1 мин, немедленно прибавляют 2—3 капли метиленовой сини и, не прерывая кипячения, из бюретки по каплям приливают раствор Б до полного исчезновения синей окраски (жидкость становится бесцветной).

Вычисляют, какому количеству граммов инверта соответствуют 20 мл феррицианида по формуле

$$I_2 = 0,0016n,$$

где  $n$  — общее количество (10 мл + на дотитрование) рабочего раствора Б, затраченного на восстановление 20 мл феррицианида, мл.

#### **Определение редуцирующего сахара с внесением навески в раствор феррицианида**

Навеску подготовленного продукта берут с точностью до 1 мг в таком количестве, чтобы редуцирующих веществ в ней было 0,016 г.

Величину навески  $g$  в граммах вычисляют по формуле

$$g = \frac{0,016 \cdot 100}{p},$$

где  $p$  — предполагаемый максимальный процент редуцирующих веществ в продукте.

Для приблизительного определения величины навески в различных продуктах удобно пользоваться табл. 9 (для данного метода определения).

Таблица 9

Величина навески в зависимости от предполагаемого содержания редуцирующих веществ

Продукт	Предполагаемое содержание редуцирующих веществ, %	Навеска продукта, г
Карамельный сироп . . . . .	15	0,107
Карамельная масса . . . . .	23	0,070
Помадная масса . . . . .	12	0,133
Желейно-мармеладные корпуса конфет . . . . .	50	0,032
Мармелад		
яблочный формовой . . . . .	32	0,050
пластовой . . . . .	40	0,040
пат . . . . .	45	0,035
желейный . . . . .	25	0,064
Пастила, зефир . . . . .	14	0,114

Для взятия навесок удобно пользоваться торзионными весами.

Навеску помещают на кусочек тарированной пергаментной или писчей бумаги, вносят в коническую колбу емкостью 100 мл, приливают пипетками 20 мл феррицианида, 10 мл 1,25 н. раствора щелочи, 10 мл воды, нагревают до кипения в течение 3—3,5 мин, ускоряя растворение навески легким взбалтыванием, и далее поступают так, как указано при установлении соотношения между феррицианидом и рабочим раствором Б.

Процент редуцирующих веществ вычисляют по формуле

$$I_2 = \frac{0,0016(n - m)}{g} 100K,$$

где  $n$  — количество стандартного раствора Б инверта, идущего на 20 мл феррицианида, мл;

$m$  — количество этого же раствора на дотитрование, мл;

$g$  — навеска продукта, г;

$K$  — поправочный коэффициент, величина которого зависит от процентного содержания редуцирующих веществ в испытуемом продукте по отношению к общему сахару.

Редуцирующие вещества по отношению к общему сахару, %

Поправочный коэффициент  $K$

5—10	0,91
10—15	0,93
15—20	0,94
20—30	0,95
30—40	0,97
40—60	0,98

Описанный метод применяется для быстрого определения редуцирующих веществ, перечисленных в приведенной выше таблице.

### Определение редуцирующих веществ с приготовлением раствора навески

Метод применяется для тех продуктов, в которых определить редуцирующие вещества описанным выше методом нельзя, например в халве, ирисе, тянучке и т. п.

Навеску подготовленного изделия или полуфабриката берут в таком количестве, чтобы в 100 мл раствора навески содержалось не более 0,16 г редуцирующих веществ.

Величину навески в граммах находят по формуле на стр. 77.

Навеску берут в стаканчике на аналитических весах с точностью до 1 мг (при содержании инверта более 40% навеску можно брать на торзионных весах), растворяют в воде (при температуре не более 70 °С), переносят в мерную колбу на 100 мл, охлаждают, прибавляют, если нужно, цинковый осадитель, перемешивают жидкость взбалтыванием, добавляют воды до метки, снова взбалтывают и через 3—5 мин фильтруют.

В коническую колбу на 100 мл последовательно вносят 20 мл феррицианидного раствора, 10 мл 1,25 н. раствора едкой щелочи, 10 мл подготовленного раствора навески и далее поступают так, как указано при установлении соотношения растворов феррицианида и рабочего раствора Б (стр. 88).

Количество редуцирующего сахара в процентах вычисляют по формуле

$$I_2 = \frac{0,0016 (n - m) 100 \cdot 100}{10g} K = \frac{1,6 (n - m)}{g} K,$$

где  $n$  — количество стандартного раствора Б инверта, идущего на титрование 20 мл раствора феррицианида, мл;

$m$  — количество стандартного раствора Б инверта, затраченного на дотитрование при определении редуцирующего сахара, мл;

$g$  — навеска продукта, г;

$K$  — поправочный коэффициент, величина которого зависит от процентного содержания редуцирующих веществ в испытуемом продукте по отношению к общему сахару (стр. 89).

### Определение общего сахара и сахарозы

Метод применим для определения общего сахара во всех видах кондитерских изделий и полуфабрикатов.

Навеску берут из такого расчета, чтобы в 100 мл раствора содержалось не более 0,32 г общего сахара.

Для определения величины навески пользуются формулой на стр. 77.

Навеску растворяют в теплой воде температурой не выше 70 °С, переносят в мерную колбу на 100 мл, охлаждают, если требуется, осаждают мешающие несакхара цинковым осадителем (стр. 72), доводят раствор водой до метки и фильтруют.

Из фильтрата берут пипеткой 50 мл, вносят их в мерную колбу на 100 мл, проверяют реакцию по метилоранжу и инвертируют, прибавив 3,5—4 мл концентрированной соляной кислоты (стр. 73). После инверсии раствор нейтрализуют, разбавляют водой до метки и определяют сахар, как указано выше.

Процент общего сахара  $I_1$  вычисляют по формуле

$$I_1 = \frac{0,0016 (n - m) 100 \cdot 100 \cdot 100}{10 \cdot 50g} = \frac{3,2 (n - m)}{g}$$

Чтобы вычислить содержание сахарозы, надо знать процент сахара до инверсии  $I_2$  в исследуемом продукте, тогда количество сахарозы в процентах  $S$  будет вычислено по формуле

$$S = 0,95 (I_1 - I_2).$$

#### *Общие замечания к феррицианидному методу*

Феррицианидный метод дает удовлетворительные результаты, весьма близкие к йодометрическому методу, что обеспечивается строгим соблюдением правил техники выполнения.

Особенно следует обращать внимание на нагревание, кипячение и дотитрование стандартным раствором инверта.

Медленное нагревание, удлинение времени кипячения, длительное дотитрование — все это приводит к искажению получаемых результатов.

Прежде чем приступить к определению, следует при помощи предварительного опыта убедиться, хватает ли 20 мл феррицианида на окисление отмеренного раствора навески, и проверить, сколько стандартного раствора инверта идет на дотитрование. Как правило, невозстановленной красной кровяной соли должно оставаться столько, чтобы на дотитрование шло не более 3 мл стандартного раствора  $B$  инверта.

При строгом соблюдении всех правил расхождение между получаемыми результатами при параллельных определениях не превышает для редуцирующего сахара  $\pm 0,3\%$ , для общего сахара  $\pm 0,5\%$ .

#### *Примеры*

1. Определить содержание редуцирующих веществ в карамельном сиропе феррицианидным методом.

Величина навески вычисляется по формуле

$$g = \frac{0,16V}{p} z;$$

при  $p=14\%$  и объеме колбы 100 мл навеска сиропа должна равняться

$$g = \frac{0,16 \cdot 100}{14} = 1,14 \text{ г.}$$

Фактически навеска была взята в количестве 1,161 г и раствор ее доведен до объема 100 мл. На 20 мл феррицианида идет 13,8 мл раствора *Б* инверта.

При титровании 10 мл раствора навески пошло на дотитровывание 3,5 мл раствора *Б* инверта.

Процент редуцирующих веществ в сиропе

$$I_2 = \frac{1,6(13,8 - 3,5)}{1,161} \cdot 0,95 = 13,5\%.$$

При общем содержании сахара в карамельной массе около 80% редуцирующие вещества составят около 20%; поправочный коэффициент  $K=0,95$ .

2. Определить содержание редуцирующих веществ, общего сахара и сахаразы в арахисовой халве феррицианидным методом.

Величина навески для определения редуцирующих веществ 1,070 г на 100 мл.

Величина навески для определения общего сахара 0,800 г на 100 мл.

На 20 мл феррицианида идет 13,8 мл раствора инверта.

На дотитровывание при определении редуцирующих веществ израсходовано 3,4 мл раствора *Б*, а при определении общего сахара — 3,8 мл того же раствора инверта.

Содержание редуцирующих веществ в %:

$$I_2 = \frac{1,6(13,8 - 3,4)}{1,070} K = 15,6K;$$

при  $K=0,97$   $I_2=15,6 \cdot 0,97=15,1\%$ .

Содержание общих сахаров в %:

$$I_1 = \frac{3,2(13,8 - 3,8)}{0,800} = 40,0\%.$$

Содержание сахарозы:

$$S=0,95(40,0-15,6)=32,7\%.$$

## 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ САХАРОВ КОЛОРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Основой колориметрических определений является зависимость интенсивности окраски раствора вещества от концентрации. Следовательно, о концентрации окрашенного вещества можно судить измерив каким-либо способом степень окраски раствора.

Определения можно проводить визуально — при помощи глаза наблюдателя (визуальная колориметрия) и при помощи фотоэлемента (фотоэлектрическая колориметрия).

Принцип колориметрии заключается в следующем: если два раствора какого-либо окрашенного вещества одинаковой высоты имеют одинаковую степень окраски при рассматривании их в вертикальном направлении, то концентрация этого вещества в растворах одинакова; если же при разных высотах степень окраски растворов одинакова, то концентрация вещества в этих растворах обратно пропорциональна их высотам:

$$\frac{C_1}{C_2} = \frac{h_1}{h_2},$$

где  $C_1$  и  $C_2$  — соответственно концентрация красящего вещества в растворах;

$h_1$  и  $h_2$  — соответственно высота столба раствора.

### Колориметры, фотоколориметры и работа с ними

**Концентрационный колориметр КОЛ-1М.** Назначение прибора — определение концентраций окрашенных веществ.

Колориметр (рис. 21) состоит из штатива 1, на котором крепятся: осветитель 2, столик со стеклянными подвижными столбиками-плунжерами 3, фотометрическая головка 4 с диском 5, в котором находятся светофильтры.

Световой поток от лампы проходит последовательно через слой жидкости, стеклянный плунжер и попадает в фотометрическую головку, где проходит светофильтр и попадает в окуляр. Световое поле окуляра разделено на две половинки, интенсивность окраски которых зависит от концентрации раствора и высоты его слоя.

Высота слоя раствора, через который проходит световой пучок, регулируется положением погружаемых стеклянных столбиков-плунжеров.

Положение плунжеров фиксируется по шкале с нониусом с точностью до 0,1 мм.

Измерение проводят следующим образом: в кюветы нали-

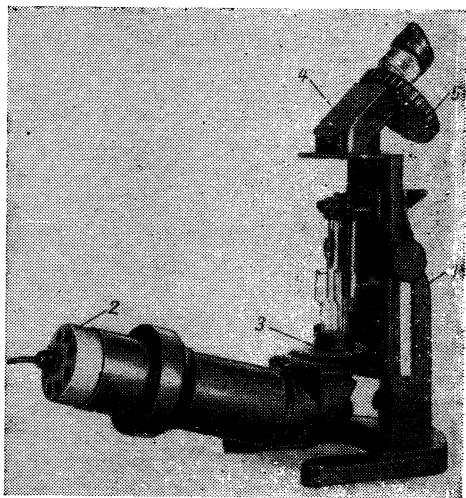


Рис. 21. Концентрационный колориметр КОЛ-1М.

вается исследуемый и стандартный раствор. Кюветы устанавливаются в колориметр, опусканием в них стеклянных плунжеров добиваются уравнивания интенсивности окраски обеих половинок поля окуляра.

В зависимости от цвета исследуемого раствора устанавливают светофильтр, предварительно выбрав его следующим образом. В кюветы наливают подлежащие исследованию растворы с концентрациями, отличающимися на 10% одна от другой. Высоты слоев растворов устанавливают одинаковыми. Затем, вращая диск со светофильтрами, отмечают тот светофильтр, для которого разница в яркости наиболее заметна. Для выбора светофильтра можно воспользоваться также следующими данными.

Цвет раствора	Цвет светофильтра (дополнительный)
Фиолетовый	Желто-зеленый
Синий	Желтый
Зелено-синий	Оранжевый
Сине-зеленый	Красный
Зеленый	Пурпурный
Желто-зеленый	Фиолетовый
Желтый	Синий
Оранжевый	Зелено-синий
Красный	Сине-зеленый

**Фотоэлектрический колориметр ФЭК-56.** Визуальный колориметр, каким бы он ни был совершенным, не лишен недостатка, связанного с тем, что результаты отсчета зависят от свойств человеческого глаза. С целью исключения в колориметрических определениях этого недостатка созданы колориметры, где человеческий глаз заменен фотоэлементом. Такие колориметры называются фотоэлектродолориметрами и существуют в различных вариантах конструктивного оформления.

Прибор ФЭК-56 (рис. 22) является фотоэлектродолориметром общелабораторного применения и предназначен для определения концентраций различных растворов с предварительной калибровкой по растворам известной концентрации. ФЭК-56 может быть применен также для определения светорассеяния взвесей, эмульсий и коллоидных растворов в проходящем свете.

Оптическая схема прибора представлена на рис. 23.

Световой пучок источника света 1 проходит через светофильтр 2 и падает на трехгранную призму 3. Здесь световой пучок разделяется на две части, каждая из которых падает на зеркала 4, пройдя через линзу 5 и через кюветы 6. Далее световой пучок проходит последовательно через раздвижные диафрагмы 7, через линзы 8 и, отразившись от зеркал 9, падает на фотоэлемент 10, проходя через матовое стекло 11.

Электрическая схема прибора состоит из двух частей. Первая часть служит для питания источников света, лампы накаливания и ртутно-кварцевой лампы, которая используется при

работе в ультрафиолетовой части спектра. Прибор питается через специальное трансформирующее и стабилизирующее устройство.

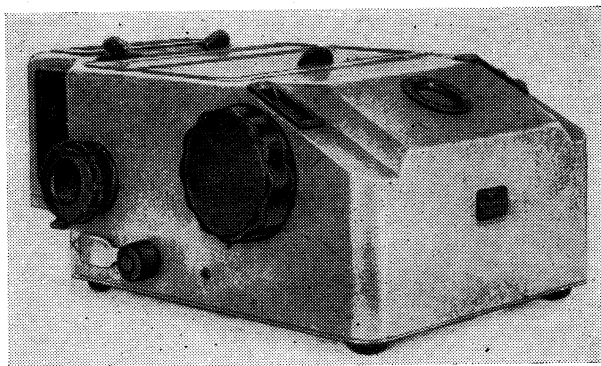


Рис. 22. Фотоэлектроколориметр ФЭК-56.

Вторая часть электрической схемы включает фотоэлементы, усилитель, ряд сопротивлений и индикаторную лампу. В эту

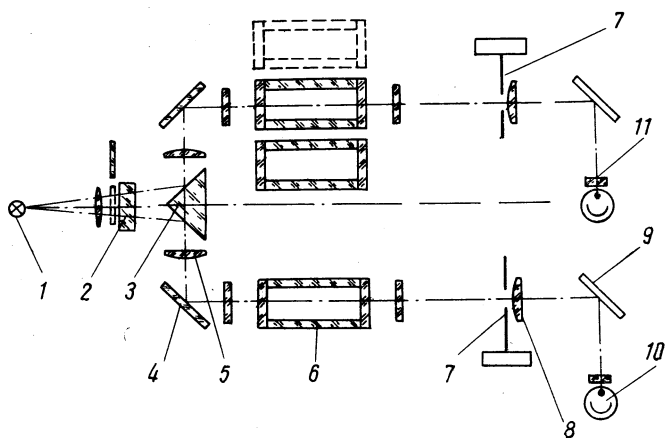


Рис. 23. Оптическая схема фотоэлектроколориметра ФЭК-56.

же часть схемы может быть включен специальными клеммами гальванометр для фиксации нулевой точки вместо индикаторной лампы.

#### *Работа на приборе ФЭК-56*

**Измерение светопропускания и оптической плотности.** Измерению предшествует проверка правильности установки ос-



ветителя. Затем устанавливается «электрический нуль». Для этого перекрывают шторками световой пучок и потенциометром устанавливают на гальванометре или индикаторной лампе положение нуля (сектор индикаторной лампы приводят в сомкнутое положение).

В левый и правый световой пучок ставят кюветы с растворителем (водой). Правый и левый измерительные барабаны устанавливают на отметку «100% пропускания» (черная цифра), что соответствует нулю оптической плотности (красная цифра).

В правый световой пучок помещают кювету с исследуемым раствором (ее помещают на передвижную подставку рядом с кюветой, наполненной растворителем). При этом положение нуля нарушается. Вращая ручку левого барабана, достигают положения нуля. Затем, перемещая подставку, заменяют в правом световом пучке кювету с исследуемым раствором на кювету с растворителем и, вращая ручку правого барабана, достигают снова положения нуля; снимают с правого барабана показания в единицах оптической плотности по шкале с красными цифрами или в процентах пропускания по шкале с черными цифрами. В целях исключения случайных ошибок определение повторяют еще 2 раза и берут среднее арифметическое.

Наиболее точные результаты получаются при значениях оптической плотности порядка 0,4 (40% пропускания). Поэтому если при измерении величина оптической плотности оказывается больше 0,5—0,6, то кювету берут с меньшей рабочей длиной, если же порядка 0,1—0,2, то с большей рабочей длиной. Если измерения проводят с рядом растворов различной концентрации, то выбор кюветы производят по раствору средней концентрации.

**Выбор светофильтра.** Для правильного выбора светофильтра определяют оптическую плотность исследуемого раствора на всех светофильтрах прибора и выбирают тот светофильтр, при котором наблюдалась максимальная величина оптической плотности. Светофильтр может быть также выбран по приведенной выше таблице (стр. 94).

### **Определение содержания редуцирующих веществ, общего сахара и сахарозы<sup>1</sup>**

Для определения используется фотоэлектроколориметр ФЭК-56. Принцип метода заключается в том, что к раствору редуцирующего сахара прибавляют точно отмеренный избыток раствора реагента окислителя, в данном случае феррициа-

<sup>1</sup> Метод разработан во ВНИИКПе И. С. Лурье.

нида, а затем после проведения реакции на фотоэлектрocolориметре определяют оптическую плотность.

Величина оптической плотности находится в зависимости от количества вступившего в реакцию редуцирующего сахара. Для выяснения этой зависимости определению предшествует построение калибровочной кривой.

### Построение калибровочной кривой

Предварительно готовится стандартный раствор химически чистой безводной глюкозы или инвертного сахара с концентрацией точно 2 мг в 1 мл.

Приготовление раствора инвертного сахара ведут так, как указано на стр. 80, уменьшив навеску в 5 раз (0,380 г). В шесть конических колб вливают пипетками по 20 мл раствора феррицианида (10 г в литре), по 10 мл едкой щелочи 1,25 н. и затем в каждую колбу соответственно 7,0; 7,5; 8,0; 8,5; 9,0 и 9,5 мл стандартного раствора глюкозы или инвертного сахара. Объем смеси доводят до 40 мл, добавляя соответственно 3,0; 2,5; 2,0 мл и т. д. дистиллированной воды.

Колбы (поочередно) помещают на электроплитку, нагревают до кипения и кипятят ровно 1 мин (по песочным часам). Жидкостям дают несколько остыть и определяют оптическую плотность на ФЭКе со светофильтром, имеющим максимум светопропускания 400—440 нм (светофильтр № 4 на ФЭК-56).

По полученным данным на график наносятся точки, по которым строится калибровочная кривая. Для этого по оси абсцисс откладывают введенное количество глюкозы или инвертного сахара в мг, которое вычисляют путем умножения количества введенного стандартного раствора (в мл) на 2. Например, раствор, в который было введено 8,5 мл стандартного раствора глюкозы или инвертного сахара, соответствует 17 мг глюкозы ( $8,5 \times 2 = 17$ ). На оси ординат откладывают среднее арифметическое значение оптической плотности, полученное при фотоэлектрocolориметрировании соответствующих рас-

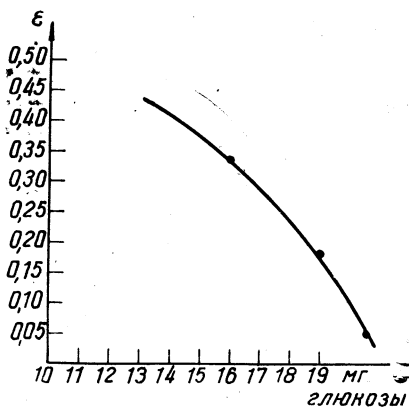


Рис. 24. Фотоколориметрическая кривая для определения результатов анализа.

творов. Полученная калибровочная кривая используется для определения результатов анализа.

На рис. 24 изображен образец калибровочной кривой для определения результата анализа.

### Проведение определения

Подготовка образцов к анализу. Навеску измельченного изделия берут из такого расчета, чтобы в 100 мл раствора было около 0,2 г редуцирующего сахара.

Расчет величины навески ведут по формуле на стр. 77.

Навеску растворяют в воде при температуре около 60 °С и переносят в мерную колбу. Если изделие растворяется без осадка (сиропы, карамельная масса и т. п.), то после охлаждения объем доводят до метки.

Если изделие имеет в своем составе вещества, нерастворимые в воде (несахара — белки, жиры, пектин, крахмал и т. п.), применяют цинковый осадитель, как указано на стр. 72.

Проведение анализа. В коническую колбу вводят пипеткой 20 мл раствора феррицианида, 10 мл раствора едкой щелочи, 8 мл испытуемого раствора и 2 мл воды. Ставят колбу на плитку и после того, как жидкость закипает, кипятят 1 мин (по песочным часам).

После охлаждения заполняют кювету и определяют оптическую плотность так же, как и при подготовке шкалы. Проводят определение на ФЭКе еще 2 раза, рассчитывают среднее арифметическое значение оптической плотности и по графику определяют соответствующее количество редуцирующих веществ.

Наиболее точные результаты получаются при величине оптической плотности в интервале 0,15—0,60, поэтому если при определении получаются другие значения оптической плотности, определение повторяют, соответственно изменив количество введенного испытуемого раствора и добавляемой (для получения общего объема 40 мл) дистиллированной воды.

Например, если при определении величина оптической плотности равна 0,75, то нужно для получения более точных данных взять вместо 8 мл раствора испытуемого вещества 9 мл и соответственно добавить воды не 2 мл, а только 1 мл.

Содержание редуцирующих веществ  $I_2$  в процентах вычисляется по формуле

$$I_2 = \frac{aV}{10gV'} K,$$

где  $a$  — количество редуцирующих веществ, найденное по графику, мг;

$V$  — объем мерной колбы, *мл*;

$g$  — навеска, *г*;

$V'$  — объем раствора испытуемого вещества, *мл*;

$K$  — поправочный коэффициент, учитывающий окисление содержащейся в объекте сахарозы (см. стр. 89).

Навеску исследуемого изделия берут из расчета, чтобы в 100 *мл* раствора содержалось около 0,4 *г* всех сахаров.

Расчет величины навески  $g$  ведут по формуле на стр. 77.

Приготовление раствора для инверсии ведут совершенно так же, как при приготовлении раствора испытуемого вещества при определении содержания редуцирующих веществ.

Затем в мерную колбу на 100 *мл* вливают пипеткой 50 *мл* раствора навески (из мерной колбы, если не проводилось осаждение мешающих нес сахаров, и после фильтрации, если осаждение проводилось), 3 *мл* концентрированной соляной кислоты, вставляют в колбу термометр и ставят ее на водяную баню, нагретую до 80 °С. Доводят температуру раствора в течение 2—3 *мин* до 67—70 °С и при этой температуре выдерживают 5 *мин*. После этого раствор быстро охлаждают до комнатной температуры, удаляют термометр и нейтрализуют концентрированным раствором едкого калия, прибавив одну каплю метилоранжа, и доводят до метки.

Определение общего сахара ведут точно так же, как и редуцирующих веществ.

Содержание общего сахара  $I_1$ , выраженное в инвертном сахаре (в процентах), вычисляют по формуле

$$I_1 = \frac{aV}{5gV'}$$

Количество сахарозы в процентах вычисляют по формуле

$$S = 0,95(I_1 - I_2).$$

### **Ускоренное определение общего сахара в изделиях, не содержащих патоки<sup>1</sup>**

В качестве окислителя используется серноокислый раствор двуххромовокислого калия.

К исследуемому раствору, содержащему сахар, приливают избыток окислителя.

По окончании реакции непрореагировавший избыток окислителя определяют фотометрически.

Ввиду того что серноокислый раствор двуххромовокислого калия может окислить и другие вещества, находящиеся вместе с

<sup>1</sup> Метод разработан во ВНИИКПе И. С. Лурье.

сахаром в растворе, необходимо от них освободиться обычным осаждением (стр. 72). Однако так как декстрины патоки не удаляются, этим методом в присутствии патоки окисляются все растворимые углеводы, что искажает результат при определении общего сахара.

Основной реактив — серноокислый раствор двуххромовокислого калия — готовят следующим образом: 3,92 г перекристаллизованного  $K_2Cr_2O_7$  растворяют в небольшом количестве воды и приливают к раствору 300 мл серной кислоты, предварительно разбавленной в 2 раза дистиллированной водой (осторожно, при охлаждении). Объем раствора доводят дистиллированной водой до 1000 мл.

**Построение калибровочной кривой.** Навеску чистой сахарозы или сахара-рафинада, предварительно высушенную в эксикаторе в течение 3 суток, берут в количестве 0,5 г с точностью до 0,001 г, переносят в мерную колбу на 250 мл и после растворения объем доводят до метки.

В семь конических колб на 250 мл пипеткой с предохранительным шариком осторожно отмеривают по 25 мл раствора двуххромовокислого калия и пипеткой по 6,0; 6,5; 7,0; 7,5; 8,0; 8,5 и 9,0 мл раствора сахарозы. Затем в каждую колбу соответственно отмеривают: 4,0; 3,5; 3,0; 2,5; 2,0; 1,5; 1,0 мл дистиллированной воды (так, чтобы объем жидкости в каждой колбе стал 35 мл). Затем в колбу для равномерного кипения бросают кусочек пемзы или 2—3 кусочка пористой керамики.

Каждую колбу с раствором нагревают до кипения и кипятят ровно 5 мин, сразу охлаждают и определяют оптическую плотность на ФЭКе в кювете с толщиной слоя 5 мм при синем светофильтре (на ФЭК-56 — № 3).

Определение повторяют 3 раза и высчитывают среднее арифметическое значение результатов.

По полученным данным оптической плотности строят график, откладывая по вертикальной оси оптическую плотность, а по горизонтальной — соответствующее количество миллиграммов сахарозы (количество миллилитров введенной в раствор сахарозы, умноженное на 2). График служит для определения результатов анализа.

**Подготовка образца.** Навеску измельченного изделия берут из такого расчета, чтобы количество сахара в 100 мл раствора было около 0,2 г (2 мг в 1 мл). Для нахождения величины навески пользуются формулой на стр. 77. Навеску в стакане растворяют в воде, имеющей температуру 60—70 °С.

Если изделие растворяется без остатка, то полученный раствор количественно переносят в мерную колбу, охлаждают, доводят объем до метки и хорошо перемешивают. Если изделия имеют в своем составе нерастворимые в воде вещества, то на-

веску из стакана переносят в мерную колбу, смывая нерастворимые частицы водой в колбу примерно до половины объема колбы, и далее проводят осаждение так, как указано на стр. 72

**Проведение испытания.** В коническую колбу на 250 мл пипеткой с предохранительным шариком осторожно отмеривают 25 мл раствора двуххромовокислового калия. Туда же вводят пипеткой точно 8 мл фильтрата раствора навески и также пипеткой 2 мл воды, бросают кусочек пемзы или 2—3 кусочка пористой керамики.

Нагревают на плитке до кипения и кипятят ровно 5 мин, охлаждают и определяют величину оптической плотности на ФЭКе так же, как указано в разделе построения калибровочной кривой.

Если величина оптической плотности получена больше 1,0 или меньше 0,2, то определение повторяют, изменяя количество раствора фильтрата с добавлением до объема 35 мл дистиллированной воды.

Например, получен результат, при котором оптическая плотность оказалась 1,1, тогда вместо 8 мл берут 9 мл раствора фильтрата и соответственно не 2, а 1 мл воды.

По величине оптической плотности и калибровочной кривой находят соответствующее количество сахара во взятом для определения объеме раствора навески.

Содержание общего сахара, выраженное в сахарозе в процентах, вычисляют по формуле

$$S = \frac{aV}{V'g} 100,$$

где  $a$  — количество сахара, найденное по калибровочной кривой, мг;

$V$  и  $V'$  — соответственно объем мерной колбы и объем фильтрата раствора навески, мл;

$g$  — навеска изделия, мг.

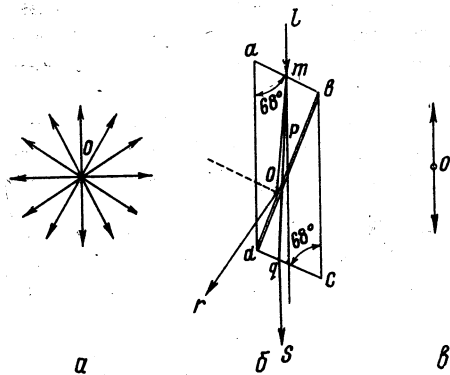
## 6. ПОЛЯРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ САХАРА

### Общие сведения

Свет представляет собой электромагнитные колебания, распространяющиеся от источника света во все стороны по прямым линиям. Колебания совершаются перпендикулярно к линии направления луча и происходят во всех плоскостях, проходящих через луч.

Схематически, если смотреть навстречу лучу, то он представится в виде точки  $O$ , а направления колебаний имеют вид пучка прямых, радиально исходящих из этой точки (рис. 25, а).

Кристаллы исландского шпата (и некоторые другие) обладают способностью двойного лучепреломления. На рис. 25, б схематически изображена призма Николя, состоящая из двух кристаллов исландского шпата, склеенных канадским бальзамом. Луч света  $lm$ , войдя в такую призму, разделится на два



луча, или, как говорят, поляризуется в двух взаимно перпендикулярных плоскостях: луч  $to$  — обыкновенный, луч  $tr$  — необыкновенный.

Луч  $to$  испытывает полное внутреннее отражение и выходит из кристалла по направлению  $Or$ ; луч  $tr$  пройдет по направлению  $pq$  и выйдет из кристалла в виде луча  $qS$ . Колебания в этом необыкновенном поляризованном луче совершаются только в одной плоскости (рис. 25, в).

Рис. 25. Световое колебание в обыкновенном и поляризованном луче света:

а — световые колебания в обыкновенном луче;  
 б — поляризация луча света в призме Николя;  
 в — колебания в поляризованном луче.

При пропускании поляризованного луча через вторую призму Николя он

пройдет через нее полностью только в том случае, если главные сечения обеих призм совпадают (находятся в одной плоскости). Если главные сечения призм взаимно перпендикулярны, из второй призмы световой луч не выйдет, получится полное затухание.

Если же вторая призма Николя будет занимать при повороте промежуточные положения (острый или тупой угол с плоскостью главного сечения первой призмы), то поляризованный луч будет проходить через вторую призму с тем большей яркостью, чем ближе угол поворота этой призмы к 0 или 180°. На этом свойстве поляризованного светового луча основано устройство приборов, называемых поляриметрами.

Многие вещества (твердые, жидкие, растворы) обладают оптической активностью, т. е. способностью вращать вправо или влево плоскость поляризации проходящего через них поляризованного светового луча.

Сахароза оптически деятельна, оптически активны глюкоза, фруктоза и другие вещества, например кварц.

На рис. 26 схематически показано устройство поляриметра. Призма  $P$  (поляризатор) принимает луч  $S$  от источника света, поляризованный луч света попадает в трубку  $T$ , наполненную каким-нибудь оптически активным веществом, напри-

мер раствором сахарозы, и затем входит в призму  $A$  — анализатор (вторая призма Николя).

Для оптически деятельных веществ характерным постоянным показателем (константой) является удельное вращение — так называется угол вращения, который имеет раствор, содержащий в 100 мл 100 г вещества при длине трубки в 1 дм. Удельное вращение обозначают символом  $[\alpha]$ .

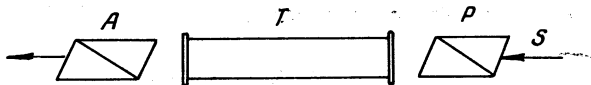


Рис. 26: Схема поляриметра.

Если длина трубки равна  $l$  дм, а концентрация раствора  $C$  г в 100 мл, то угол поворота  $\alpha$  плоскости поляризации выразится формулой

$$\alpha = [\alpha] \frac{lC}{100}.$$

Эта формула показывает, что угол поворота  $\alpha$  пропорционален длине слоя просвечиваемой поляризованным светом жидкости и концентрации исследуемого раствора.

По углу вращения  $\alpha$  определяют концентрацию вещества в растворе, если известна его удельная вращательная способность.

Так как удельное вращение зависит от длины волны света  $\lambda$  и от температуры, то символ  $[\alpha]$  сопровождают значком  $[\alpha]_D^{20}$ , что указывает на удельное вращение при 20 °С для желтого натриевого пламени ( $\lambda = 589,3$  нм).

### Сахариметр

Так называется поляриметр, применяемый в сахарной промышленности.

В сахариметре анализатор не вращается; он установлен по отношению к поляризатору неподвижно. При помещении сахарного раствора между поляризатором и анализатором для уравнивания освещенности полей применяют клиновидный кварцевый компенсатор. При точных же работах ввиду того, что вращательные дисперсии сахарозы и кварца очень близки, но не совпадают полностью, рекомендуется применять желтый светофильтр. Обычно в качестве светофильтра применяют 6%-ный раствор хромпика, толщина слоя которого 1,5 см; этот раствор наливают в специальную трубку, помещаемую перед поляризатором.

Клиновидная кварцевая компенсация бывает простая и двойная.



Кварцевые клинья в горизонтальном положении обычно помещают перед анализатором, после трубки с раствором сахаразы; клин перемещают вправо и влево при помощи шестеренки и зубчатой рейки на рамке, в которую он вделан. С рамкой клина соединена шкала с делениями, перемещаемая мимо неподвижного нониуса с нулевым штрихом.

На рис. 27 показаны шкалы сахариметра с простой клиновой компенсацией (а) и с двойной клиновой компенсацией (б), по которым производится отсчет.

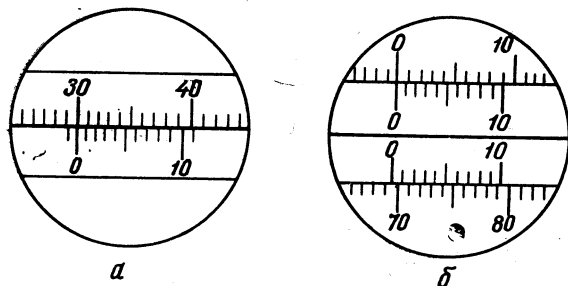


Рис. 27. Отсчет в сахариметре с простой (а) и двойной (б) клиновой компенсацией.

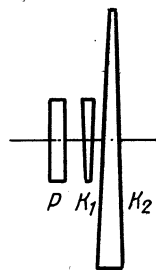


Рис. 28. Схема простого клинового кварцевого компенсатора.

Принцип действия кварцевого компенсатора основан на изменении толщины слоя кварца, компенсирующего правое вращение сахаразы.

Простой клиновой компенсатор (рис. 28) состоит из правовращающей кварцевой пластинки  $P$  и двух левовращающих клиньев  $K_1$  и  $K_2$ , из которых более длинный может перемещаться параллельно клину  $K_1$ . Оба клина как бы составляют одну пластинку с параллельными сторонами, толщина которой может изменяться в зависимости от передвижения клина  $K_2$ .

Таким образом, вся система клиньев может оказывать либо левовращающей, либо правовращающей, либо невращающей.

В сахариметре с двойной клиновой компенсацией вместо пластинки  $P$  имеется вторая пара клиньев из правовращающего кварца; один из этих клиньев подвижной.

На рис. 29 показан общий вид сахариметра с двойной клиновой компенсацией, где  $P$  — поляризатор,  $A$  — анализатор,  $S$  — коробка с двойным клиновым компенсатором. Под коробкой видны две головки винтов: длинный винт — рабочий, короткий ( $B$ ) — контрольный; этими винтами передвигают рабочий и контрольный клинья;  $F$  — зрительная труба для установки на полутень;  $M$  — трубка для отсчета делений шкалы;  $G$  — линза, направляющая лучи источника света в окошко для освещения шкалы;  $C$  — светофильтр (6%-ный раствор хромпика в трубке).

Под зрительной трубкой находится окно *D* с винтом, которым устанавливают шкалу точно на нуль. Это делается в том случае, если при установке контрольной шкалы на нуль и рабочего клина — длинным винтом на совершенную полутень по рабочей шкале не получается отсчета, равного нулю.

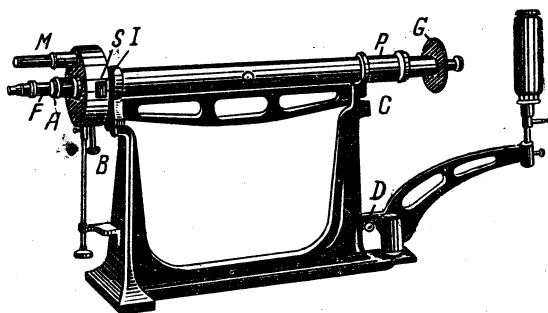


Рис. 29. Сахариметр с двойной клиновой компенсацией.

Сахариметры имеют условную шкалу, которая указывает на цифру 100, если в 100 мл воды содержится 26 г чистой сахарозы при длине трубки 200 мм и при температуре 20 °С. Отсюда следует, что одно деление шкалы сахариметра соответствует 0,26 г сахарозы в 100 мл.

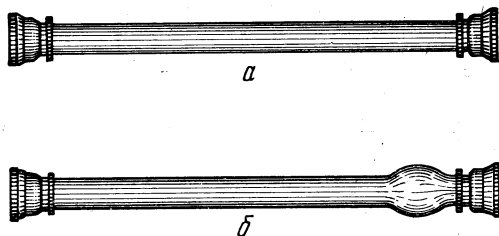


Рис. 30. Поляриметрические трубки:  
а — обычная; б — с расширением.

Навеска 26 г называется нормальной навеской, а трубка длиной 200 мм — нормальной трубкой; применяются поляриметрические трубки длиной 100 и 400 мм, которые соответственно называются полунормальными и двунормальными.

Старые сахариметры имеют шкалу, градуированную на 100 делений при нормальной навеске 26,026 г сахарозы. Поэтому прежде чем приступить к работе с сахариметром, необходимо убедиться, для какой нормальной навески они градуированы.

Поляриметрические трубки большей частью делаются из стекла с навинчивающимися головками (рис. 30).

При завинчивании головки к концам трубки прижимаются закрывающие их круглые стеклышки. Стеклышко пришлифовано к концу трубки, а между головкой и стеклышком находится уплотняющее резиновое кольцо.

Трубка с расширением служит для помещения остающегося иногда в трубке пузырька воздуха. Внутренний диаметр трубок около 9 мм, длина трубок должна быть точная, иначе могут получаться ошибки. Отклонение длины трубки 200 мм на 0,2 мм дает ошибку в отчете при контроле чистого сахара на 0,1%.

### **Определение содержания сахарозы при помощи сахариметра**

Навеску сахара-рафинада или белого сахарного песка в количестве 26 г, взятую на технических весах с точностью до 0,01 г, переносят в мерную колбу (прокалированную при 20 °С) на 100 мл и доводят раствор дистиллированной водой до метки.

При исследовании белого сахарного песка обычно осветления раствора не требуется; если полученный раствор несколько мутноват, то его фильтруют в сухую колбу.

При исследовании же полупродуктов сахарного производства (желтые сахара, оттеки и т. п.) требуется осветлять полученный раствор. В качестве осветлителя применяют свинцовый реактив (см. стр. 73). Для осветлителя берут по 5 или по 10 мл каждого раствора, который прибавляют после растворения навески, перед доведением объема в мерной колбе водой до метки; после взбалтывания жидкость фильтруют через 2—3 мин.

Перед наполнением поляриметрической трубки раствор темперируют при 20 °С.

При контроле чистого белого сахара, где речь идет о недо-стаче до 100% порядка 0,4% сахарозы, темпирование должно быть особенно тщательным.

**Работа на сахариметре.** При работе на сахариметре с двойной клиновой компенсацией поступают следующим образом.

Прежде всего устанавливают источник света (электрoлампy) на таком расстоянии от поляриметра, чтобы линза, направляющая пучок света в окно для освещения шкалы, дала изображение источника света на листе бумаги, помещенном перед коробкой с клиновым компенсатором.

Вращением головки короткого винта устанавливают контрольную шкалу на нуль, а вращением головки длинного винта добиваются при наблюдении в окуляр анализатора совершенной полутени; если при этом рабочая шкала не дает нулевого отсчета, то установочным винтом перемещают нониус до нулевого отсчета.

Наполнив поляриметрическую трубку (длиной, например, 200 мм) испытуемым раствором, содержащим 26 г вещества (сахара) в 100 мл воды при температуре 20 °С, помещают трубку в сахариметр и сейчас же вращением головки длинного винта устанавливают анализатор на совершенную полутень, после чего отсчитывают показание рабочей шкалы. После этого поворотом рабочего винта сбивают результат и снова ставят анализатор на полутень, повторяя отсчет.

Если расхождение между двумя отсчетами находится в пределах 0,1—0,2%, берут среднее арифметическое, в противном случае делают третий отсчет.

Этим способом можно быстро определить содержание сахара в шоколаде без добавок и других подобных объектах. При этом поступают следующим образом. Навеску в 26 г, взятую на технических весах с точностью до 0,01 г, растворяют в 50—70 мл теплой воды и количественно переносят в мерную колбу на 200 мл. Производят осветление раствора (стр. 72) и доводят объем его до метки. Затем фильтруют в сухую или сполоснутую фильтратом колбу и полученный прозрачный раствор поляризуют на сахариметре в трубке 200 мм.

Полученный на шкале сахариметра результат, умноженный на два, дает количество сахара в процентах в исследуемом объекте. Результаты, полученные этим методом, могут быть использованы для оперативного внутрицехового контроля производства.

#### *Примеры*

1. Определить содержание сахарозы в сахаре-песке; навеска 26 г растворена в мерной колбе на 100 мл. Отсчет по рабочей шкале равен 99,3%, длина трубки 200 мм. Количество сахарозы в данном сахаре-песке 99,3%.

2. Определить концентрацию сахарного раствора, если при поляризации в трубке длиной 200 мм получился отсчет 42,5%.

Так как одно деление шкалы сахариметра соответствует 0,26 г сахарозы, то в 100 мл раствора содержится  $0,26 \cdot 42,5 = 11,05$  г сахарозы.

## **7. СООТВЕТСТВИЕ РАСЧЕТНОГО И АНАЛИТИЧЕСКОГО СОДЕРЖАНИЯ ОБЩЕГО САХАРА В КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЯХ**

При сопоставлении результатов определения общего сахара с его фактическим содержанием прибегают к расчету количества общего сахара в кондитерском изделии по рецептуре. Как правило, расчетные и аналитические данные не совпадают: расхождение иногда (в зависимости от вида изделия) доходит до 5% и больше.

Определяя содержание общего сахара в кондитерском изделии, мы выражаем его в количестве инвертного сахара, пользуясь таблицами для инвертного сахара; но в кондитерских изделиях, как мы уже видели, содержится не только сахароза,

поэтому при инверсии наряду с инвертным сахаром в растворе будут находиться другие моносахариды, образовавшиеся при гидролизе мальтозы и лактозы, редуцирующая способность которых отличается от редуцирующей способности инвертного сахара.

При определении количества сахара расчетным способом пользуются рецептурами; в этом случае, кроме сахарозы, учитывают другие сахара, входящие в состав того или другого изделия.

Вычислить количество общего сахара, например в карамельной массе на патоке, можно используя данные табл. 10.

Таблица 10

Пример расчета содержания общего сахара в карамельной массе, приготовленной по нормальной рецептуре

Сырье	Количество по рецептуре, кг	Содержание сухих веществ		Содержание общего сахара в сухом веществе	
		%	кг	%	кг
Сахар . . . . .	100	100	100	100	100
Патока . . . . .	50	78	39	40	15,6
Всего . . . . .	150	—	139	—	115,6

Из этой таблицы видно, что карамельная масса содержит  $\frac{115,6 \cdot 100}{139} = 83,2\%$  общего сахара в пересчете на сухое вещество.

Данный расчетный процент общего сахара относится только к карамельной массе на патоке, изготовленной по нормальной рецептуре.

Если карамельная масса приготовлена с уменьшенным количеством патоки и с инвертным сиропом, добавленным в количестве, заменяющем недостающую патоку, то содержание общего сахара в массе возрастает; когда вся патока заменена инвертным сиропом, то практически можно считать, что содержание общего сахара в ней будет равно 100% в пересчете на сухое вещество.

На рис. 31 графически показана динамика изменения содержания общего сахара в карамели с различным количеством патоки и инверта.

График построен по следующим данным.

Содержание сухих веществ в сахаре-песке принято равным 100%, в патоке — 78%, в инвертном сиропе — 80%; содержание

общего сахара в сахаре-песке принято равным 100%, в сухом веществе патоки — 40%, в сухом веществе инверта — 100%.

Количество инвертного сиропа, содержащего 70% редуцирующих веществ, взято из такого расчета, чтобы конечный продукт (карамельная масса) во всех случаях содержал около 20% редуцирующих веществ (вместе с нарастанием инверта от 3 до 5%).

Если на основе этих данных рассчитать содержание общего сахара, то получатся следующие результаты (табл. 11).

Чтобы приблизительно решить вопрос о рецептуре карамельной массы, определяют в ней количество сахара до инверсии (редуцирующие вещества) и после инверсии (общий сахар); затем вычисляют процентное содержание сахарозы, прибавляют процент редуцирующих веществ, после чего по табл. 11 или еще лучше — по графику (см. рис. 31) находят соотношение сахара и патоки.

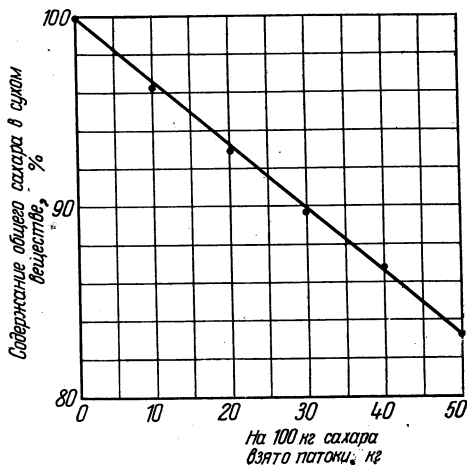


Рис. 31. Зависимость содержания общего сахара в карамели от количества содержащейся в ней патоки.

Таблица 11

Расчет содержания общего сахара в карамельной массе,  
 | приготовленной по различной рецептуре

На 100 кг сахара взято, кг			Содержание сухих веществ, кг	Содержание общего сахара, кг	Содержание общего сахара в сухом веществе, %
патоки	инверта	всего сырья			
50	—	150,0	139,0	115,6	83,2
40	12,4	152,4	142,1	123,4	86,8
30	15,7	145,7	136,0	122,0	89,7
20	19,1	139,1	130,9	121,5	92,8
10	22,5	132,5	125,8	121,1	96,3
0	25,8	125,8	120,7	120,6	100,0

Примеры

1. Определить, по какой рецептуре изготовлена карамельная масса, если содержание сахара до инверсии, определенное йодометрическим методом, равно 21,3%, а после инверсии 91%.

Количество сахарозы:  $0,95 (91,0 - 21,3) = 66,2\%$ .

Количество общего сахара (сахароза + редуцирующие вещества):

$$66,2 + 21,3 = 87,5\%$$

По графику (см. рис. 31) на вертикальной оси находим точку, соответствующую 87,5% общего сахара; проводим через эту точку горизонталь до пересечения с кривой; из этой точки опускаем перпендикуляр на горизонтальную ось, которую он пересечет в точке, соответствующей 36% патоки.

Таким образом, карамель была изготовлена из расчета 35 кг патоки на 100 кг сахара (в производстве обычно изменяют дозировку патоки в зависимости от ее наличия на величину, кратную 5).

2. Требуется определить количество сухих веществ (влажность) в карамели леденцовой, полученной из торговой сети.

Определяем количество сухих веществ рефрактометром. — 98,1%.

Чтобы решить вопрос о поправке на сухие вещества патоки и на редуцирующие вещества, необходимо выяснить, по какой рецептуре была изготовлена данная карамель.

Определяем в ней количество общего сахара как сумму редуцирующих веществ и сахарозы; оно равно 83%. На графике (см. рис. 31) находим, что такому содержанию общего сахара соответствует рецептура: 50 кг патоки на 100 кг сахара. Отсюда делаем вывод, что карамель была приготовлена только из сахара и патоки.

По табл. IV (Приложение) находим величину поправки к показаниям рефрактометра, равную 0,80%.

Количество сухих веществ во взятой карамели будет

$$98,1 - 0,8 = 97,3\%$$

## Глава IV

# МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА ЖИРА

### 1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

Под названием жир при анализах продуктов кондитерского производства следует понимать совокупность веществ, извлекаемых сухим растворителем из сухого измельченного вещества и остающихся после удаления растворителя отгонкой.

В состав кондитерских продуктов, содержащих жир, входят фосфатиды (лецитин), эфирные масла и эфиры, различные пищевые кислоты и т. п., которые, как и жир, могут полностью или частично извлекаться тем или иным растворителем. Поэтому извлеченный жир не будет чистым; его принято называть сырым жиром.

В качестве растворителей чаще всего применяют серный и петролейный эфиры и четыреххлористый углерод, но можно применять и другие растворители: бензол, хлороформ, трихлорэтилен. Приводим температуру кипения растворителей при нормальном давлении.

Растворители	Температура кипения, °C
Серный эфир . . . . .	35
Петролейный эфир . . . . .	30—80
Бензол . . . . .	80,3
Хлороформ . . . . .	61,2
Трихлорэтилен . . . . .	88
Четыреххлористый углерод . . . . .	76,5

Последние три растворителя в условиях опыта не воспламеняются.

Серный эфир должен быть предварительно обезвожен; он растворяет до 2% воды и при извлечении таким эфиром жира из продуктов, содержащих сахар, последний может частично перейти в эфирную вытяжку.

Петролейный эфир не требует высушивания; кроме того, он не растворяет винную, лимонную и другие пищевые кислоты; применяемые в кондитерском производстве.

Хлороформ, четыреххлористый углерод, четыреххлористый этилен практически не растворяют воду, и применение их, как и



а в пересчете на влажный продукт, содержащий известный процент влаги, количество жира  $x_2$  вычисляют по формуле

$$x_2 = \frac{(a - b)(100 - W)}{g_1}.$$

В приведенных формулах буквенные символы означают:

- $a$  — масса приемной колбы с жиром, г;
- $b$  — масса приемной колбы без жира, г;
- $g_1$  — масса высушенной навески, г;
- $g$  — масса сырой навески, г;
- $W$  — влажность исследуемого продукта, %.

При отсутствии готовых патронов для аппарата Сокслета их можно изготовить самим. Для этого из фильтровальной бумаги вырезают полосу и 3—4 раза обертывают ею деревянную цилиндрическую палочку, диаметр которой на 5—6 мм меньше внутреннего диаметра экстрактора. Один конец бумажного цилиндра должен выходить за конец палочки на длину ее диаметра; этот конец аккуратно подгибают на плоском конце деревянной палочки и сильным надавливанием палочки на деревянную дощечку сравнивают и закрепляют загиб; открытый конец патрона обрезают так, чтобы он, когда патрон вложен в экстрактор, не доходил до сифона на 10—15 мм.

На дно патрона помещают плотный слой обезжиренной ваты толщиной 10—15 мм.

При взятии навески патрон вставляют в небольшой химический стакан (тара).

Иногда при очень тонком измельчении (порошок какао, шоколад) частицы продукта проходят через вату и через случайные неплотности свернутого патрона и попадают в приемную колбу при стекании растворителя через сифон. Для предупреждения такого явления рекомендуется прежде, чем вставлять патрон с навеской в экстрактор, поместить в последний комочек ваты и посредством стеклянной палочки тампонировать отверстие сифона.

Метод Сокслета отличается хорошей воспроизводимостью получаемых результатов; расхождения между параллельными определениями не должны быть более  $\pm 0,3\%$ .

Недостаток метода — большая затрата времени, достигающая для отдельных изделий до 10 ч и более.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖИРА ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ НАВЕСКИ КИСЛОТОЙ

Для полного извлечения жира растворителем требуется большое количество времени, которое может быть сокращено, если навеску исследуемого продукта предварительно обработать соляной кислотой. При такой обработке благодаря гидролизу разрушается гелевая фаза (белковые вещества превращаются в ра-

створимые аминокислоты, крахмал осахаривается, разрушаются растительные ткани, гидролизуются пектиновые вещества) и осаживается жир.

Исследования, проведенные во ВНИИКП, показывают, что при кислотной обработке навески печенья или шоколада количество извлекаемого жира получается несколько большим и почти соответствует рецептурному содержанию.

Метод кислотной обработки следует применять при определении жира во всех видах кондитерских изделий, содержащих жир.

Метод сам по себе очень простой и заключается в следующем. Навеску исследуемого продукта берут в химическом стакане с точностью до 0,001 г в количестве от 2 до 5 г в зависимости от содержания жира, приливают 15—20 мл воды и 20 мл соляной кислоты (относительной плотностью 1,19), перемешивают стеклянной палочкой, закрывают часовым стеклом, нагревают до кипения, кипятят 5 мин, затем споласкивают над стаканом часовое стекло, смачивают фильтр водой, переносят содержимое стакана на фильтр, дают жидкости стечь и не менее 4 раз промывают остаток на фильтре горячей водой. Фильтр наполняют водой немедленно, как только стечет предыдущая порция жидкости. Промытый фильтр вынимают из воронки, помещают его в бюкс и высушивают в сушильном шкафу при 105—110 °С.

Высушенный фильтр с осадком вынимают из бюкса и извлекают жир по методу Сокслета или другим способом.

При отсутствии аппарата Сокслета можно поступать по способу, предложенному ВНИИКП: высушенный фильтр после обработки навески соляной кислотой заворачивают в виде небольшого пакетика в кусок обезжиренной фильтровальной бумаги (можно взять беззольный фильтр), обвязывают ниткой и подвешивают внутри приемной колбы под нижним концом шарикового холодильника, вставленного в колбу на корковой или, что лучше, на стеклянной притертой пробке; нитка, пропущенная через трубку холодильника, закрепляется на верхнем конце ее (рис. 33). Растворитель наливают на дно колбы, предварительно сполоснув им несколько раз бюкс, в которой высушивался фильтр с жиром. При кислотной обработке экстрагирование жира длится не более 1,5—2,5 ч. Расхождение параллельных результатов  $\pm 0,3\%$ .

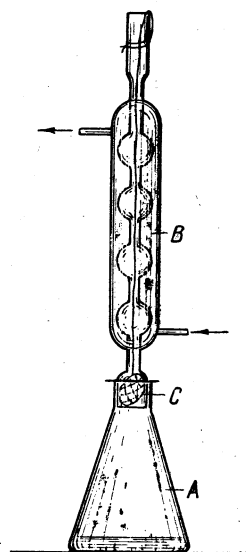


Рис. 33. Извлечение жира по способу ВНИИКП.

#### 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ЖИРА РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Рефрактометр может быть использован не только для определения количества сухих веществ, но и для определения количества жира.

Метод основан на определении коэффициента преломления раствора жира в растворителе, коэффициент преломления которого известен и значительно отличается от коэффициента преломления жира; чем больше будет эта разница, тем точнее будут результаты.

К таким растворителям относятся:

	$n_D^{20}$
бензин определенной фракции . . . . .	1,40
$\alpha$ -хлорнафталин (моноклорнафталин) . . . . .	1,63
$\alpha$ -бромнафталин (монобромнафталин) . . . . .	1,65

Коэффициент преломления жиров находится в пределах 1,46—1,48.

Лучшим является растворитель, который имеет коэффициент преломления, наиболее отличающийся от 1,46—1,48, и который не растворяет воду и малолетуч. Всем этим условиям вполне удовлетворяет  $\alpha$ -бромнафталин.

Так как коэффициент преломления  $\alpha$ -бромнафталина высокий, то применяют универсальный рефрактометр; сахарный рефрактометр, позволяющий определить  $n_D^{20}$  только до 1,54, для этих целей непригоден.

Моноклорнафталин более летуч по сравнению с монобромнафталином и, кроме того, обладает очень резким неприятным запахом.

Для проведения испытаний, кроме универсального рефрактометра и растворителя, требуются: фарфоровая ступка диаметром не более 5 см с пестиком, маленькие химические стаканчики емкостью около 5—7 мл (можно сделать из обыкновенных пробирок), микропипетка с делениями на 0,02 мл емкостью 3 мл, маленькие беззольные обезжиренные фильтры, воронка для фильтрования диаметром 2—3 см, тонкий кварцевый песок.

Необходимо предварительно прокалибровать микропипетку и точно установить коэффициент преломления растворителя.

Микропипетку калибруют по растворителю, например по монобромнафталину, плотность которого определяют пикнометром заранее (стр. 36). Калибрование проводится следующим образом. В сухую, взвешенную на аналитических весах бюксу с крышкой отмеривают микропипеткой точно 3 мл монобромнафталина, закрывают крышкой и взвешивают; затем снова отмеривают 3 мл этого растворителя и снова взвешивают; отмеривание и взвешивание проводят не менее 3 раз. После этого

определяют средний вес отмеренных 3 мл растворителя. Истинный объем  $V$  монобромнафталина для данной микропипетки при 20 °С вычисляют по формуле

$$V = \frac{g}{d_{20}^{20}},$$

где  $g$  — масса монобромнафталина, отмеренного микропипеткой, г;

$d_{20}^{20}$  — плотность монобромнафталина.

Коэффициент преломления монобромнафталина определяют универсальным рефрактометром при 20 °С.

Техника определения содержания жира следующая. Навеску хорошо измельченного продукта (шоколада, какао, печенья, пралине, халвы и т. п.) берут в количестве от 1 до 2 г на аналитических весах с точностью до 0,2 мг. Так как навеску помещают в ступку, то величину навески удобнее всего получить из разности двух взвешиваний пробирочки с испытуемым материалом: до внесения навески в ступку и после внесения.

Затем микропипеткой отмеривают точный объем растворителя из расчета не более 1 мл на 0,5 г взятой навески, вносят в ступку, растирают навеску с растворителем в течение 3 мин и все переносят на маленький фильтр, собирая фильтрат в маленький химический стаканчик.

Перемешивают фильтрат в стаканчике стеклянной палочкой, 2—3 капли его наносят на призму рефрактометра и при 20 °С определяют коэффициент преломления.

Процент жира  $F$  вычисляют по формуле

$$F = \frac{V_p d_{ж}}{g} \frac{n_p - n_{р.ж}}{n_{р.ж} - n_{ж}} 10^2,$$

где  $V_p$  — взятый объем растворителя, скорректированный на истинный объем, мл;

$d_{ж}$  — плотность жира при 20 °С;

$g$  — навеска продукта, г;

$n_p$  — коэффициент преломления растворителя при 20 °С;

$n_{р.ж}$  — то же раствора жира в растворителе;

$n_{ж}$  — то же исследуемого жира.

В приведенной формуле указаны коэффициент преломления и плотность жира, которые должны быть известны.

Вообще для любого жира нельзя дать точного показателя плотности или коэффициента преломления, так как они подвержены некоторым колебаниям; так, например, коэффициент преломления масла какао зависит от происхождения и времени сбора бобов какао (летний или зимний сбор).

Каждый раз определять коэффициент преломления или

плотность жира в исследуемом продукте практически неосуществимо, поэтому приходится пользоваться некоторыми средними данными, которые мы приводим в табл. 12.

Таблица 12

Средние показатели  $d_{20}^{20}$  и  $n_D^{20}$  для жиров и масел, применяемых в кондитерском производстве

Вид жира	$d_2^{20}$	$n_D^{20}$
Масло какао . . . . .	0,913	1,4647
Кунжутное масло . . . . .	0,920	1,4747
Подсолнечное масло . . . . .	0,924	1,4736
Арахидное масло . . . . .	0,914	1,4696
Лещинное масло . . . . .	0,925	1,4750
Соевое масло . . . . .	0,922	1,4754
Коровье масло . . . . .	0,920	1,4605
Маргарин . . . . .	0,928	1,4690

Этими данными можно пользоваться при цеховом контроле содержания жира посредством рефрактометра. Однако мы настоятельно рекомендуем регулярно проверять эти показатели, особенно коэффициент преломления жира, так как его колебания более значительны, чем колебания плотности. Например, показатель преломления жира (сливочного масла, маргарина, гидрированного жира, кокосового масла, растительных масел) нужно проверять в момент поступления его на предприятие.

Нетрудно проверить и показатель преломления жира, содержащегося в ядрах орехов, масличных семенах; в этом случае бывает достаточно измельчить ядра или масличное семя и из полученной массы отжать небольшую порцию жира.

Гораздо сложнее обстоит дело, когда в исследуемом продукте содержится не один, а два или несколько видов жиров либо неизвестный жир.

В этом случае поступают следующим образом. Приблизительно 5—10 г исследуемого, тщательно измельченного продукта смешивают с 15—20 мл какого-либо растворителя (серный или петролейный эфир, хлороформ, тетрахлоруглерод), хорошо взбалтывают и вытяжку фильтруют в колбочку, из которой затем полностью отгоняют растворитель; остаток в колбе, если имеются видимые капельки воды, подсушивают и определяют его коэффициент преломления. Найденную величину используют для расчета результата анализа.

Для смеси жиров или когда название жира неизвестно, плотность принимают равной 0,925.

Рефрактометрический метод определения жира очень быстр, он оставляет в этом отношении все другие методы далеко позади. Его с успехом можно применять при контроле количества жира в шоколаде, порошке какао, печенье, халве, массе пралине, тертом какао, во многих видах пирожных и тортов.

Когда изделие состоит из одного известного жира, то на одно определение в среднем затрачивается не более 20 мин; если жир неизвестен или в продукте находится смесь жиров, исследование несколько затягивается из-за необходимости определить  $n_{ж}$  смеси жиров.

При параллельных определениях расхождение результатов должно быть не более  $\pm 0,5\%$ .

Методика определения должна проводиться весьма аккуратно. Монобромнафталин летуч, поэтому при фильтровании не рекомендуется делать фильтр складчатым и воронку прикрывать часовым стеклом.

*Пример.* Определяется содержание жира в порошке какао.

Навеска какао . . . . .	2,000 г
Объем монобромнафталина . . . . .	2,988 мл
$n_D^{20}$ монобромнафталина . . . . .	1,6570
$n_D^{20}$ раствора жира в монобромнафталине . . . . .	1,6380
$n_D^{20}$ масла какао . . . . .	1,4647

Процент жира

$$F = \frac{2,988 \cdot 0,913}{2,000} \cdot \frac{1,6570 - 1,6380}{1,6380 - 1,4647} \cdot 100 = 15,1\%.$$

## 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ЖИРА РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ В ИЗДЕЛИЯХ, СОДЕРЖАЩИХ МОЛОКО

Метод отличается от обычного тем, что жир извлекают монобромнафталином или монохлорнафталином из навески, предварительно обработанной концентрированной уксусной кислотой.

Навеску предварительно измельченного изделия в количестве 1 г, взятую с точностью до 0,0002 г, помещают в маленькую фарфоровую ступку диаметром не более 6 см (или такого же диаметра фарфоровую чашку), прибавляют 0,5 мл воды и растворяют содержимое при нагревании на водяной бане. После этого прибавляют около 1 г чистого сухого песка, все хорошо растирают, добавляют 1 мл 80%-ной уксусной кислоты и нагревают на песчаной бане в течение 2 мин.

Затем ступку охлаждают, прибавляют точно из калиброванной микропипетки 2 мл монобромнафталина или монохлорнафталина, все тщательно растирают в течение 3 мин, прибавляют 1 г безводной соды (кальцинированная сода), перемешивают и полученную массу переносят на маленький бумажный фильтр; фильтрат собирают в маленький стаканчик и перемешивают;

две капли его наносят на призму универсального рефрактометра при температуре  $20 \pm 1^\circ \text{C}$  и отсчитывают коэффициент преломления.

Определение делают не менее 3 раз и за результат берут среднее арифметическое.

При вычислении процента жира пользуются указанной выше формулой и показателями преломления и плотности жиров, указанными там же (стр. 18).

Этот способ можно применять при определении жира в ирисе, тянучке, сливочной помаде, конфетах «Старт» и «Корова», а также в халве и мучных кондитерских изделиях.

## МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ И ЩЕЛОЧНОСТИ

### 1. ОБЩИЕ ПОНЯТИЯ О КИСЛОТНОСТИ И ЩЕЛОЧНОСТИ КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЙ. ТИТРУЕМАЯ И АКТИВНАЯ КИСЛОТНОСТЬ

Кислотностью (соответственно — щелочностью) вещества называется процентное содержание той или иной кислоты (щелочи) в этом веществе. Часто кислотность (щелочность) выражается в градусах кислотности (щелочности). Градусами кислотности называется количество миллилитров 1 н. щелочи, идущей на нейтрализацию кислоты в 100 г вещества (или 0,1 н. щелочи на 10 г вещества).

Градусами щелочности называется количество миллилитров 1 н. кислоты, идущей на нейтрализацию щелочи в 100 г вещества (или 0,1 н. кислоты на 10 г вещества).

Иногда кислотность выражают в миллилитрах 0,1 н. щелочи.

Если известно количество миллилитров нормальной щелочи, затраченное на нейтрализацию кислоты в 100 г вещества, то можно пересчитать градусы кислотности в проценты соответствующей кислоты: яблочной, лимонной, винной, молочной и др. Для этого необходимо количество миллилитров 1 н. щелочи (градусов) умножить на миллиграмм-эквивалент соответствующей кислоты.

Кислота	Миллиграмм-эквивалент кислоты, г
Уксусная . . . . .	0,060
Молочная . . . . .	0,090
Яблочная . . . . .	0,067
Лимонная (с одной молекулой воды) . .	0,070
Лимонная безводная . . . . .	0,064
Винная . . . . .	0,075

Таким образом, выражение кислотности в процентах без указания, на какую кислоту был проведен расчет, не имеет смысла, т. е. по этим данным нельзя судить о кислотности продукта или полуфабриката.

При подкислении кондитерских изделий в производстве применяют различные пищевые кислоты; чтобы выразить кислотность изделий в процентах той или иной кислоты, следует



руководствоваться прежде всего рецептурами, где указано, какой кислотой подкислен продукт.

Чтобы при замене одной кислоты другой получилась продукция одинаковой кислотности, следует учитывать миллиграмм-эквиваленты этих кислот. Так, например, на 1 т продукта надо будет положить 9 кг молочной кислоты или 6,7 кг яблочной, или 7 кг кристаллической лимонной, или 7,5 кг винной кислоты, и лишь при таком соотношении изделие будет иметь одинаковую кислотность, выраженную в градусах. Однако вкусовое ощущение кислотности будет неодинаковое, что зависит от различной степени диссоциации кислоты на ионы.

Кондитерские изделия в основном имеют кислую реакцию; исключение составляют печенье, пряники и некоторые другие мучные кондитерские изделия.

Градусы щелочности можно выразить в процентах углекислой щелочи ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) умножением градусов щелочности на миллиэквивалент углекислого натрия, равный 0,053.

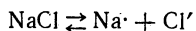
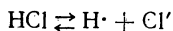
Чтобы от процента кислоты или щелочи перейти к градусам, надо процент разделить на соответствующий миллиэквивалент.

Говоря о кислотности и щелочности, мы имели в виду готовую продукцию и полуфабрикаты, которые приходится подкислять для улучшения вкуса или вводить в них углекислые щелочи, чтобы вызвать образование пор, например в бисквите или пряниках. Во всех этих случаях мы имеем дело с титруемыми кислотностью и щелочностью.

Кислоты имеют большое применение в кондитерской промышленности для проведения инверсии сахара.

Если к раствору сахара прибавить различные кислоты в количестве, пропорциональном их грамм-эквивалентам, то при одной и той же температуре, например при  $100^\circ\text{C}$ , за один и тот же промежуток времени образуется различное количество инвертного сахара. Это явление обусловлено тем, что кислоты обладают различной инверсионной способностью, зависящей от степени диссоциации их на ионы.

Известно, что водные растворы кислот, щелочей и солей диссоциируют на ионы:



Кислотность или щелочность среды обусловлена присутствием в ней ионов водорода  $\text{H}^+$  или ионов гидроксила  $\text{OH}^-$ .

Нейтральный раствор содержит в единице объема равное число ионов водорода и гидроксила.

Если число ионов водорода будет больше числа ионов гидроксила, то среда будет кислая; если же ионы гидроксила преобладают над ионами водорода, то среда будет щелочная.

Чистая вода диссоциирована на ионы в весьма малой степени.

Если через  $[H\cdot]$  и  $[OH']$  обозначить число грамм-ионов водорода и гидроксила в 1 л чистой воды и взять их произведение, то оказывается, что при 22 °C это «ионное произведение воды» будет равняться

$$[H\cdot] \cdot [OH'] = K_{H_2O} = \frac{1}{10^4} = 10^{-14}.$$

Так как для чистой воды число ионов водорода и гидроксила одинаковое, т. е.

$$[H\cdot] = [OH'],$$

то можно написать так:

$$[H\cdot] \cdot [OH'] = [H\cdot]^2 = 10^{-14},$$

откуда

$$[H\cdot] = \sqrt{10^{-14}} = 10^{-7}.$$

Следовательно, 1 л чистой воды содержит: ионов водорода  $10^{-7} \cdot 1,008$  г, ионов гидроксила  $10^{-7} \cdot 17,008$  г, где 1,008 и 17,008 г — масса 1 грамм-иона водорода и гидроксила.

Эти величины представляют собой концентрации ионов  $H\cdot$  и  $OH'$  в 1 л воды.

Если к нейтральной воде прилить кислоты, то концентрация водородных ионов увеличится, а гидроксильных ионов уменьшится.

Децинормальная соляная кислота содержит 91% молекул  $HCl$ , распавшихся на ионы  $H\cdot$  и  $Cl'$ , а в децинормальной уксусной кислоте только 1,34% молекул диссоциированы на ионы.

При титровании же одинаковых объемов этих кислот децинормальной щелочью мы получим одинаковую кислотность обоих растворов; это происходит по той же причине, что по мере приливания щелочи к кислоте (по мере связывания ионов водорода) диссоциируют на ионы все новые количества молекул кислоты до тех пор, пока вся кислота не будет диссоциирована и связана.

Таким образом, титруемая кислотность ничего не говорит о так называемой силе кислоты, или об активной кислотности, и при одинаковой титруемой кислотности вкусовое ощущение кислоты будет зависеть от активной кислотности.

Активная кислотность выражается концентрацией водородных ионов.

Концентрацию водородных ионов для чистой воды было предложено выражать в виде отрицательного логарифма с обратным знаком и обозначать символом рН, т. е.

$$pH = -\lg 10^{-7} = 7.$$

Это и есть условное выражение концентрации водородных ионов для нейтральной среды при 22 °С.

С увеличением концентрации водородных ионов рН будет уменьшаться, а с уменьшением — увеличиваться.

Кроме кислот и оснований, реакцию среды обуславливают кислые и основные соли, способные диссоциировать на ионы, а также растворы солей, подвергающихся гидролизу. Имеются соединения — амфотерные электролиты (сокращенно амфолиты), которые диссоциируют либо на ионы  $[H^+]$ , либо на ионы  $[OH^-]$  и даже одновременно на оба иона. Направление диссоциации амфолита тесно связано с реакцией среды. Если среда щелочная, то проявляется кислотная природа амфолита, если кислая — то щелочная. Таким образом, если к раствору амфолита приливать кислоту, то ионы гидроксила будут подавлять ионы водорода и активная кислотность раствора окажется сильно заниженной. Такое явление называется буферным действием.

Буферным действием обладают белковые вещества и продукты их гидролиза, а также гидрат окиси алюминия, первичные и вторичные фосфаты, соли сильного основания и слабой кислоты, например лактат натрия и т. п.

При контроле процессов производства, например при инверсии растворов сахарозы, особенно при применении желтых сахаров, с буферным действием необходимо считаться, так как иначе процесс инверсии либо не будет доведен до конца, либо вовсе не будет иметь места.

## **2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ И ЩЕЛОЧНОСТИ КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЙ**

### **Определение кислотности титрованием с индикатором**

Основная масса кондитерских изделий содержит сахар, количество которого может доходить до 90% и более. Значительное количество кондитерских изделий полностью или частично растворимо в воде (карамель без начинки, карамель с помадной, фруктовой, ликерной начинками, мармелад, многие корпуса конфет и т. п.), но есть изделия, содержащие пониженное количество сахара (шоколад, халва, массы пралине, мучные кондитерские изделия); в этих изделиях основная масса составных частей нерастворима в воде.

При определении кислотности испытуемые изделия перево-

дят в раствор, а чтобы нерастворимую часть отделить от сахара и других растворимых в воде веществ, приходится пользоваться нагретой водой, температура которой должна быть не выше 70 °С (более высокая температура способствует инверсии сахарозы присутствующей кислотой).

Техника определения кислотности кондитерских изделий (и полуфабрикатов). Навеску подготовленной пробы в количестве около 5 г, взятую на технических весах с точностью до 0,01 г, помещают в химический стакан или коническую колбу емкостью 200—250 мл, приливают около 100 мл дистиллированной воды, нагретой до 60—70 °С, хорошо размешивают, охлаждают, приливают 3—4 капли фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором едкой щелочи до слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Кислотность  $x$  в градусах вычисляют по формуле

$$x^{\circ} = \frac{V \cdot 100}{g \cdot 10} = \frac{10V}{g},$$

где  $V$  — объем 0,1 н. щелочи, пошедшей на титрование, мл;  
 $g$  — навеска, г.

Расхождение результатов при параллельных определениях не должно превышать  $\pm 0,2^{\circ}$ .

Если испытуемый продукт дает окрашенный раствор, маскирующий окраску фенолфталеина, то лучше всего пользоваться методом электрометрического титрования (см. ниже). Когда и этот метод осуществить невозможно, определение проводят следующими способами.

а) При определении в качестве индикатора применяют лакмусовую бумагу. По мере титрования капли титруемой жидкости наносят посредством стеклянной палочки на полоску лакмусовой бумажки. Титруют до исчезновения покраснения.

б) Взятую навеску растворяют в 300 мл воды, нейтрлизованной (усредненной) по фенолфталеину, в колбе емкостью не менее 500 мл, прибавляют 3—4 капли фенолфталеина и титруют 0,1 н. щелочью.

Эти способы дают результаты лишь приблизительной точности, так как оценка конца титрования здесь отличается некоторой субъективностью из-за неясности момента перехода окраски лакмуса и фенолфталеина.

### Определение кислотности электрометрическим методом

Принцип метода. В электрической цепи, составленной из ртутно-каломельного электрода с насыщенным раствором хлористого калия (см. ниже) и платинового электрода, опущенного в раствор, содержащий хингидрон, э.д.с. (электродвижущая

сила) равна нулю в том случае, если рН этого раствора при 18°C равен 7,86.

При рН, меньшем или большем этой величины, гальванометр, включенный в цепь, покажет наличие электрического тока.

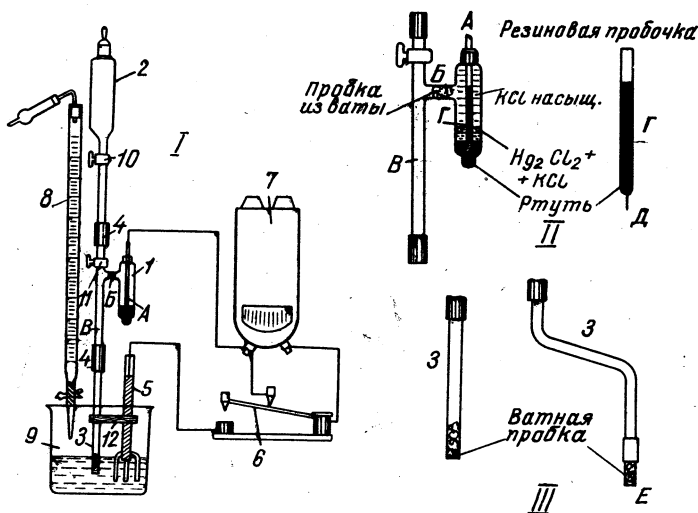


Рис. 34. Прибор Евстигнеева для электрометрического титрования:

1 — стандартный электрод; 2 — делительная воронка с раствором KCl; 3 — стеклянная трубка с ватной пробкой; 4 — каучуковые соединения; 5 — стеклянная трубка с впаянной платиновой пластинкой на конце; 6 — ключ для замыкания цепи; 7 — гальванометр; 8 — бюретка со щелочью; 9 — стакан с раствором; 10, 11 — стеклянные краны; 12 — зажим.

Если взять точно отмеренное количество испытуемого кислого раствора и приливать титрованный раствор щелочи, то стрелка гальванометра перестанет отклоняться при включении его в цепь, когда рН будет равно 7,86, т. е. при рН, близком к рН перехода индикатора фенолфталеина.

По количеству щелочи, пошедшей на титрование, можно рассчитать кислотность раствора, причем ясно, что результаты должны получиться такие же, как и при титровании с фенолфталеином.

Определение кислотности этим методом производится с помощью прибора Евстигнеева (рис. 34, I).

**Стандартный электрод.** В качестве стандартного используется ртутно-каломельный электрод с раствором KCl, близким к насыщенному; электроду придана форма, удобная для целей титрования (рис. 34, II).

Основной частью электрода является сосуд А, соединенный

трубкой *Б* с вертикальной трубкой *В*; длина сосуда *А* 35—50 мм, диаметр 10—15 мм; внутренний диаметр трубки *Б* 2—4 мм, длина 25—30 мм; трубки *В* — соответственно 3—5 мм и около 150 мм. Внутренний диаметр трубки *З* должен быть равен внутреннему диаметру трубки *В*, длину же ее можно изменять по желанию или в зависимости от размеров стакана 9. Притертый стеклянный кран *11* необязателен при наличии делительной воронки 2 с краном *10*.

Необходимые для стандартного электрода реактивы — каломель, ртуть, хлористый калий — должны быть химически чистыми, однако особо тщательной очисткой этих реактивов, как это делается для потенциометрических целей, здесь не требуется, так как точный потенциал электрода здесь не нужен.

Для получения насыщенного раствора хлористого калия растворяют около 35 г  $KCl$  в 100 мл дистиллированной горячей воды. Охлажденный раствор сливают с выпавших кристаллов, прибавляют 5% по объему дистиллированной воды и хорошо перемешивают.

При отсутствии  $KCl$  можно использовать перекристаллизованный несколько раз  $NaCl$ , раствор которого готовят так же, как и хлористого калия.

Прежде чем заполнять сосуд *А* электрода реактивами, все стеклянные части его хорошо очищают, промывают хромовой смесью и дистиллированной водой, затем в трубку *Б* изогнутой стеклянной палочкой или жесткой проволокой (шпилькой, спицей) вставляют тампон из ваты, смоченный в растворе  $KCl$ ; тампон уплотняют так, чтобы получилась пробка, отделяющая сосуд *А* от трубки *В*.

После этого в сосуд *А* наливают слой ртути высотой 10—15 мм, в небольшом стаканчике взбалтывают в течение 5—6 мин несколько граммов каломели с приготовленным раствором  $KCl$  и полученной смесью заполняют сосуд *А* до самого верха, после чего плотно закрывают горлышко пробкой с трубкой *Г*. При неплотной пробке раствор может просачиваться через вату в трубку *Б*, опуститься ниже и прервать электрическую цепь.

Трубка *Г* заполняется ртутью не менее чем наполовину; платиновая проволочка *Д*, впаянная в нижний конец трубки *Г*, должна полностью входить в ртуть сосуда *А* и не касаться раствора над ртутью.

После того как каломель в сосуде *А* осядет, она должна образовать над ртутью белый слой толщиной 2—5 мм.

Верхний конец трубки *В* каучуком 4 присоединяют к делительной воронке 2, наполненной приготовленным раствором  $KCl$ ; открыв краны *10* и *11*, заполняют трубку *В* этим раствором.

Чтобы хлористый калий не просачивался через шлифы кра-

нов и места соединений каучука со стеклом, необходимо хорошо смазать все эти места вазелином.

На нижний конец трубки *B* через каучук присоединяют стеклянную трубочку *З* (рис. 34, *III*) с ватной пробкой; трубка может быть прямая или изогнутая. В последнем случае на конец трубки надевают дополнительную трубочку с ватной пробкой. Высота ватной пробки 20—30 мм. Плотность набивки должна быть такой, чтобы при открытых кранах на конце трубки образовалась капля за 10—15 сек.

Трубку *З* также нужно заполнить хлористым калием, что лучше всего сделать всасыванием раствора из стаканчика.

В трубках не должно быть пузырьков воздуха, которые могут прервать электрическую цепь, поэтому рекомендуется всю систему трубок заполнять всасыванием через делительную воронку раствора  $KCl$ , налитого в стакан и подведенного под ватную пробку трубки *З*.

Собранный и заполненный стандартный электрод вместе с делительной воронкой укрепляют в штативе. Соединение стандартного электрода с нулевым гальванометром и ключом производится так, как указано на рис. 34, *I*.

Приготовленный стандартный электрод служит без перезарядки весьма продолжительное время. Необходимо только следить, чтобы в делительной воронке всегда было достаточное количество раствора  $KCl$ .

**Платиновый электрод.** Этот электрод представляет собой стеклянную трубочку *Б*, в которую впаяна платиновая пластинка. Вилочка на конце сделана для того, чтобы предохранить пластинку от изгибания и обламывания при опускании электрода в исследуемый раствор.

При сборке прибора внутрь трубки наливается некоторое количество ртути, служащей для присоединения платины к внешней цепи.

Рекомендуется электрод *I* раз хорошо очистить, опуская его в концентрированную серную кислоту или хромпик, и затем тщательно ополоснуть дистиллированной водой.

**Гальванометр и ключ.** Гальванометр может быть любой конструкции с чувствительностью не менее  $10^{-6}$  а и внутренним сопротивлением 100—300 ом.

**Хингидрон.** При отсутствии готового реактива хингидрон можно изготовить самим: 100 г железоаммиачных квасцов растворяют в 300 мл воды при 65—70 °С, и этот раствор приливают к 25 г гидрохинона, растворенного в 300 мл воды. Смесь охлаждают в воде со льдом и выделившиеся кристаллы отфильтровывают при отсасывании. Осадок на воронке промывают 5—6 раз охлажденной водой и сушат на листе фильтровальной бумаги на воздухе двое суток.

**Ход определения.** В стакан 9 наливают точно отмеренное количество исследуемого раствора или растворяют навеску исследуемого вещества и бросают небольшую щепотку хингидрона (0,01—0,05 г). Стаканчик подставляют под стандартный электрод так, чтобы конец трубки 3 находился в растворе. Затем в раствор опускают платиновый электрод и присоединяют провода, идущие от гальванометра и ключа к стандартному и платиновому электродам, помещая концы их в ртуть (см. рис. 34, I).

Нажимая ключ, наблюдают за движением стрелки гальванометра. Если прибор работает и раствор обладает заметной кислотностью, стрелка сильно отклоняется в ту или другую сторону. Тогда из бюретки 8 начинают приливать в стаканчик титрованный раствор щелочи, перемешивая после каждого прибавления содержимое стаканчика взбалтыванием или при помощи стеклянной палочки. Особенно тщательно и энергично раствор надо перемешивать в конце титрования, когда потенциал устанавливается гораздо медленнее.

После перемешивания нажимают ключ и наблюдают за стрелкой гальванометра. Если она отклоняется в ту же сторону, что и раньше, то прибавляют новую порцию щелочи до тех пор, пока стрелка гальванометра не перестанет реагировать на замыкание цепи при нажиме ключа и от следующей капли не отклонится в обратную сторону. Этот момент считают концом реакции и отсчитывают объем щелочи, пошедшей на титрование. Расчет кислотности ведется так же, как и при обычном титровании с индикатором.

Перед следующим титрованием ополаскивают дистиллированной водой платиновый электрод и конец трубки 3. Открывают краны 10 и 11 и спускают 3—4 капли раствора хлористого калия через ватную пробку. Это делается для удаления исследуемого раствора, впитавшегося в вату. После этого электрод снова готов для титрования. При перерывах в работе электродом 3 должен находиться в стаканчике с насыщенным раствором хлористого калия во избежание выкристаллизовывания KCl и высыхания ваты.

Платиновый электрод можно сохранять в хлористом калии, в дистиллированной воде или в хромпике. В последнем случае перед определениями необходимо тщательно его промывать.

Следует следить за тем, чтобы краны 10 и 11 не оставались открытыми излишнее время и в особенности после окончания работы, так как из делительной воронки и трубок выльется весь раствор, что вызовет необходимость повторного их наполнения.

Прибор Евстигнеева может служить для определения кислотности не только темноокрашенных, но и вообще всех продуктов.



## Определение щелочности мучных кондитерских изделий

При определении щелочности, например печенья или пряников, выщелачивания взятой навески водой в мерной колбе не производят, так как в этих изделиях содержится много нерастворимых веществ, и при разбавлении водой до метки концентрация щелочи окажется более высокой, а это приведет к неправильному результату анализа.

Щелочность определяется следующим способом. В коническую колбу емкостью 500 мл отвешивают 25 г тонко измельченного печенья, приливают 250 мл дистиллированной воды, энергично взбалтывают, пока навеска хорошо не перемешается с водой, и дают выстояться в течение 30 мин, продолжая взбалтывать через каждые 10 мин. Спустя 30 мин содержимое колбы фильтруют через вату (можно центрифугировать). Из фильтрата берут пипеткой 50 мл в коническую колбу и титруют 0,1 н. раствором соляной или серной кислоты, применяя в качестве индикатора бромтимоловый синий (1 г растворяют в 100 мл этилового спирта). Титрование ведут до наступления ясно выраженного желтого окрашивания.

Общая формула для вычисления щелочности  $x$  в градусах при титровании с бромтимоловым синим следующая:

$$x^{\circ} = \frac{VV_2 \cdot 100}{V_1 \cdot 10g} = \frac{VV_2 \cdot 10}{V_1 g},$$

где  $V$  — количество 0,1 н. кислоты, пошедшей на титрование, мл;

$V_1$  — объем водной вытяжки, взятый для титрования, мл;

$V_2$  — общий объем водной вытяжки с навеской, мл;

$g$  — навеска, г.

При указанной выше навеске и взятых объемах формула для вычисления щелочности примет вид:

$$x^{\circ} = 2V.$$

Если титр кислоты не точно децинормальный, то вводится поправочный коэффициент, выявляемый при установке титра.

Ориентировочное определение щелочности можно проводить с применением фенолфталеина. Но так как углекислую щелочь нельзя непосредственно титровать с фенолфталеином из-за обесцвечивания его углекислотой, то используется метод обратного титрования, применяемый при определении углекислых щелочей.

Метод состоит в следующем. К 50 мл фильтрата раствора изделия (приготовленного по-предыдущему), внесенного в коническую колбу емкостью 200—250 мл, приливают из бюретки 4—5 мл 0,1 н. серной кислоты, нагревают содержимое колбы

до кипения, кипятят 5 мин, после чего прибавляют пять капель 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и сейчас же титруют 0,1 н. раствором едкой щелочи до розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Щелочность в градусах  $x$  при указанной навеске и разбавлении вычисляют по формуле

$$x^{\circ} = 2(n - m),$$

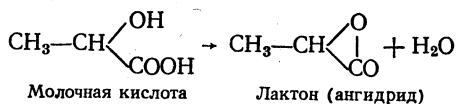
где  $n$  — количество 0,1 н. серной кислоты, прилитое в колбу, мл;

$m$  — количество 0,1 н. едкой щелочи, пошедшей на обратное титрование, мл.

### Определение количества кислоты в молочной кислоте

Молочная кислота, называемая оксипропионовой кислотой, благодаря присутствию в ее молекуле гидроксильной и карбоксильной групп склонна образовывать внутренние эфиры, называемые лактонами (или ангидридами).

Пример такого взаимодействия виден из следующей реакции:



Могут быть и другие соединения, получающиеся при отщеплении воды, например от двух молекул молочной кислоты.

Чем концентрированнее молочная кислота, тем больше она содержит внутренних эфиров (ангидридов). Например, 40%-ная молочная кислота содержит от 2,5 до 4,5% этих эфиров, а 70%-ная — от 8 до 15%.

По ГОСТу 490—41 концентрация выпускаемой молочной кислоты 40 и 70% характеризует собой общее содержание кислоты, так что фактическое содержание свободной кислоты в молочной кислоте несколько ниже.

Свободная молочная кислота, или титруемая кислотность, определяется прямым титрованием едкой щелочью.

Чтобы определить общее содержание кислоты (молочная + ангидриды), необходимо омылить внутренние эфиры едкой щелочью.

а) Титруемая кислотность определяется так: 20 г молочной кислоты отвешивают с точностью до 0,01 г, переносят в мерную колбу на 250 мл, разбавляют дистиллированной водой до метки и все тщательно перемешивают. Из полученного раствора берут пипеткой 25 мл и титруют 1 н. раствором едкого натра в присутствии трех капель 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина до ясно-розового окрашивания жидкости.

Количество титруемой молочной кислоты  $x_1$  в процентах вычисляют по формуле

$$x_1 = \frac{KV \cdot 0,09 \cdot 250 \cdot 100}{25g} = KV \cdot 4,5,$$

где  $K$  — коэффициент нормальности едкой щелочи;  
 $V$  — количество  $\text{NaOH}$ , израсходованной при титровании, *мл*;  
 $g$  — навеска молочной кислоты (20 г).

б) Определение прямо нетитруемой кислотности (ангидридов) производится следующим образом. К нейтрализованным (по предыдущему) 25 *мл* молочной кислоты приливают избыток 1 н. раствора едкого натра в количестве 10 *мл* и нагревают в течение 15 *мин* на кипящей водяной бане (или на слабом огне на асбестовой сетке), после чего оттитровывают избыточную щелочь 1 н. раствором серной кислоты до исчезновения розовой окраски.

Холостым опытом устанавливают отношение между титрованными растворами едкой щелочи и серной кислоты, для чего берут 10 *мл* 1 н. щелочи, прибавляют 25 *мл* воды, три капли фенолфталеина, нагревают 15 *мин* и титруют 1 н. серной кислотой.

Содержание прямо нетитруемой молочной кислоты  $x_2$  в процентах (точнее — ангидридов, выраженных в молочной кислоте) вычисляют по формуле

$$x_2 = \frac{K_1(a - b) 0,09 \cdot 250 \cdot 100}{25g} = K_1(a - b) 4,5,$$

где  $a$  — количество 1 н. раствора серной кислоты, израсходованное на 10 *мл* 1 н. раствора щелочи при холостом опыте, *мл*;

$b$  — количество 1 н. раствора серной кислоты, израсходованное при обратном титровании, *мл*;

$K_1$  — коэффициент нормальности титрованного раствора серной кислоты;

$g$  — навеска молочной кислоты (20 г).

Общая кислотность молочной кислоты  $X$  будет равна сумме  $x_1 + x_2$ .

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКТИВНОЙ КИСЛОТНОСТИ (рН)

Для определения активной кислотности, или концентрации водородных ионов, существуют различные методы. Мы остановимся на потенциометрическом методе.

#### Потенциометрический метод определения рН

**Принцип метода.** Метод основан на измерении потенциала электрода, погруженного в исследуемый раствор, величина которого находится в определенной зависимости от концентрации водородных ионов.

Так как измерить потенциал одного электрода невозможно, то берут два электрода, потенциал одного из которых известен; тогда по разности потенциалов определяют э. д. с. и находят неизвестный потенциал.

Таким образом, определение рН сводится к измерению э. д. с.; э. д. с. же измеряется компенсационным методом. Этот метод основан на включении в цепь, по которой идет ток от измеряемого элемента, элемента с известной э. д. с. Как показано на схеме (рис. 35), токи от обоих элементов идут навстречу один другому. Если противоположные силы тока будут равны, то искомая э. д. с. будет компенсирована включенной э. д. с.

Пусть  $E_a$  — известная э. д. с. элемента;

$E_x$  — искомая э. д. с. исследуемого элемента;

$AB$  — проволока из константана с постоянным сопротивлением;

$C$  — скользящий контакт;

$G$  — гальванометр.

Если элемент с  $E_x$  не включен (контакт  $C$  отсоединен), то сила тока  $I_1$  в сопротивлении  $AB$  от элемента с  $E_a$  по закону Ома будет

$$I_1 = \frac{E_a}{AB}.$$

Если же включен только элемент с  $E_x$ , то сила тока в цепи будет

$$I_2 = \frac{E_x}{CB},$$

где  $CB$  — часть известного сопротивления  $R$  на отрезке  $CB$ .

Передвигая скользящий контакт, можно добиться такого положения, при котором  $I_1$  и  $I_2$  сравняются, тогда гальванометр покажет отсутствие тока.

В этом случае можно написать

$$\frac{E_a}{AB} = \frac{E_x}{CB},$$

откуда

$$E_x = E_a \frac{CB}{AB}.$$

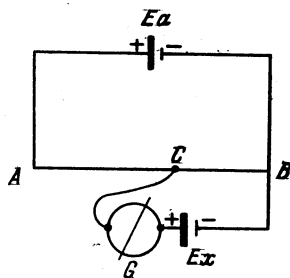


Рис. 35. Компенсационный метод определения э. д. с.

Выявив величину  $E_x$ , можно вычислить рН по специальной формуле, которая имеет различное выражение, зависящее от применяемых электродов.

Для описываемого ниже каломельно-хингидронного метода, которым определяется активная кислотность, применяется формула (при 18°C)

$$\text{pH} = \frac{0,4541 - E_x}{0,0577}$$

Величины  $0,4541 = K_1$  и  $0,0577 = K_2$  зависят от температуры:

$t, ^\circ\text{C}$	$K_1$	$K_2$
15	0,4519	0,0573
16	0,4527	0,0574
17	0,4535	0,0576
18	0,4541	0,0577
19	0,4549	0,0579
20	0,4556	0,0581
21	0,4562	0,0583
22	0,4569	0,0585
23	0,4576	0,0587
24	0,4581	0,0589

Приборы, при помощи которых определяют рН компенсации методом, называются потенциометрами.

**Потенциометр и работа на нем.** Для питания потенциометра применяют гальванические элементы с э.д.с. в пределах 1,25—1,5 в.

В качестве гальванометра используется стрелочный нулевой прибор, у которого одно деление соответствует  $10^{-6}$  а.

Для измерения э.д.с., которая не является постоянной величиной у элемента, питающего прибор, применяется нормальный элемент с э.д.с., равной 1,0183 в. Эти элементы имеются в продаже.

Электрод, вставляемый в исследуемый раствор и называемый каломельным электродом, или каломельным полуэлементом, имеет известный потенциал; простейший вид электрода показан на рис. 30.

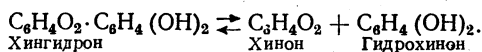
Его легко изготовить в лаборатории. На дно абсолютно чистой стеклянной банки наливают слой ртути 1. Поверх ртути помещают слой пасты 2 из каломели и насыщенного раствора хлористого калия и заполняют банку на  $\frac{2}{3}$  насыщенным раствором KCl (35 г в 100 мл воды). Через отверстие в пробке вставляют стеклянную трубочку 3, в заплавленный конец которой впаяна платиновая проволочка, доходящая до дна сосуда и погруженная в слой ртути; проволочку следует предварительно покрыть слоем амальгамы. Во второе отверстие пробки вставляют агаровый мостик 4, представляющий собой U-образную стеклянную трубку, наполненную агаровым студнем (насыщен-

ный раствор  $KCl + 3\%$  агара). Один конец этого мостика погружен в насыщенный раствор  $KCl$  каломельного электрода, другой — в испытуемый раствор, рН которого нужно определить.

Хингидронный электрод по существу является платиновым электродом, погруженным в испытуемый раствор, в который прибавлен хингидрон в количестве  $0,01—0,02$  г.

Платиновый электрод представляет собой стеклянную трубку с платиновой проволокой, вплавленной в один конец и немного выходящей внутрь трубки; в трубку для контакта вливают ртуть и вставляют медную проволоку.

Хингидрон в воде очень мало растворим; он диссоциирует так:



Хинон индифферентен, а гидрохинон диссоциирует в свою очередь:

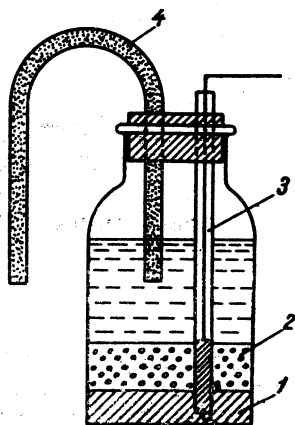


Рис. 36. Простой каломельный электрод.

Получается подвижное равновесие: при уменьшении рН среды, т. е. с увеличением активной кислотности, указанная реакция сдвигается влево, при увеличении рН, т. е. с уменьшением активной кислотности, реакция сдвигается вправо. Указанные изменения концентрации ионов водорода изменяют потенциал платинового электрода, а стало быть, и э. д. с. элемента, составленного из каломельного и хингидронного электродов.

Хингидронный элемент (в паре с каломельным) позволяет определять рН в пределах  $1—7,86$ , т. е. в кислых средах.

Здесь мы не даем описания потенциометра, так как систем потенциометров имеется довольно много. Очень распространены ламповые потенциометры, позволяющие определять рН в широком диапазоне — от 0 до 14. Описание устройства потенциометра и методов работы на нем дается в прилагаемой к нему инструкции. Современный потенциометр имеет стеклянные электроды и гальванометр, градуированный в величинах рН. Кроме того, он снабжен специальным приспособлением, позволяющим производить его настройку.

Таблиц для вычисления рН, как это было при потенциометрах старых систем, для современных потенциометров не требуется.

## Глава VI

# МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА КРАХМАЛА, КЛЕТЧАТКИ И АЗОТИСТЫХ ВЕЩЕСТВ

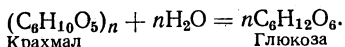
### 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА КРАХМАЛА В ПРОДУКТАХ ДЛЯ ДИАБЕТИКОВ

#### Общие сведения

Для количественного определения крахмала предложено много методов, обоснование которых разнообразно.

Большинство методов сводится к гидролизу крахмала и переводу его в моносахарид — глюкозу, по количеству которой судят о количестве крахмала.

Крахмал превращается в глюкозу при присоединении к его молекуле воды



Осахаривание крахмала происходит при нагревании его с разбавленными кислотами (соляной, серной, щавелевой, уксусной) или путем действия амилазы на оклейстеризованный крахмал и часто с последующим действием разбавленной кислоты.

Способ осаживания крахмала кислотами наиболее быстрый, однако он применим только для определения крахмала в продуктах, богатых им и не содержащих заметных количеств веществ, также способных осаживаться в моносахариды. Если исследуемый продукт содержит, например, гемицеллюлозу, то определять в этом продукте крахмал при нагревании с кислотами не рекомендуется, так как гемицеллюлоза осаживается кислотами и переходит в моносахариды. Поэтому осаживанием кислотами часто находят крахмал даже в тех случаях, когда его в продукте нет, или получают завышенное количество его.

В связи с этим, если в продукте есть гемицеллюлоза, придется выбирать другие методы осаживания крахмала. Наиболее удовлетворительные результаты дает амилаза; этот фермент осаживает крахмал и не действует на гемицеллюлозу.

Амилазный метод излагается нами для определения крахмала в диабетических продуктах.

## Амилазный метод определения крахмала

Для определения требуются: 0,01 н. раствор йода, соляная кислота (относительная плотность 1,125), 30%-ный раствор едкого натра, колбы мерные на 250 и 500 мл, термостат.

Исследуемое вещество подвергается очень тщательному измельчению; грубо измельченные вещества, содержащие крахмал, с трудом поддаются последующей обработке. Навеску следует брать с таким расчетом, чтобы в ней содержалось около 2 г крахмала; для продуктов, бедных крахмалом, навеска может быть 10 г и более.

Навеску помещают в колбу емкостью около 250—300 мл, в которую наливают около 30 мл холодной воды. Хорошо перемешав содержимое колбы, приливают туда малыми порциями 150 мл кипящей воды при энергичном перемешивании; колбу помещают на час в кипящую водяную баню, время от времени взбалтывая содержимое колбы; при этом крахмал клейстеризуется.

Процесс этот довольно длительный, особенно когда продукт недостаточно хорошо измельчен. Можно ускорить процесс, повысив температуру нагревания за счет наполнения водяной бани насыщенным раствором поваренной соли (106 °С) или поместив колбу в автоклав (на 30 мин при давлении 2 ат).

После клейстеризации содержимое колбы охлаждают до 55 °С, прибавляют около 0,02 г сухой амилазы и погружают колбу в водяную баню температурой 54—65 °С или ставят в термостат температурой 55 °С.

Осахаривание амилазой длится разное время, что зависит от вида крахмала, например картофельный крахмал осахаривается в течение часа.

Превышать температуру сверх 65 °С ни в коем случае не разрешается, так как амилаза теряет свою активность и осахаривание прекратится.

Конец осахаривания определяется реакцией с йодом, для чего пробу жидкости с частицами осадка переносят тонкой стеклянной палочкой на фарфоровую пластинку и по охлаждению прибавляют каплю йодного раствора; если наступает посинение, осахаривание продолжают.

Когда осахаривание закончится, содержимое колбы количественно переливают в мерную колбу емкостью 500 мл, сливая в нее и воду после промывания колбы с навеской, охлаждают, доливают водой до метки и фильтруют. Из фильтрата берут 250 мл (половину взятой навески), приливают 25 мл соляной кислоты (относительной плотностью 1,25) и нагревают в течение 3 ч на кипящей водяной бане. После охлаждения содержимое колбы нейтрализуют раствором едкого натра до слабокислой реакции. Затем жидкость количественно переносят в мерную

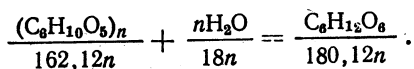


колбу на 500 мл, доливают до метки и в полученной жидкости определяют количество редуцирующих веществ йодометрически.

После в отдельной навеске определяют общий сахар также йодометрически.

Разность результатов между первым и вторым определениями, выраженная в процентах и умноженная на 0,9, дает процент крахмала в исследуемом продукте. Коэффициент 0,9 для перечисления глюкозы в крахмал вычисляется исходя из следующих соображений.

Схема осахаривания крахмала:



Отсюда находим, какому количеству крахмала соответствует 1 вес. ч. глюкозы:

$$\frac{162,12}{180,12} = 0,8999 \approx 0,9 \text{ вес. ч. крахмала.}$$

Если исследуемый продукт содержит жир, то его необходимо предварительно удалить.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА КЛЕТЧАТКИ

### Общие сведения

Клеточные стенки растений состоят из клетчатки и других веществ, сопутствующих ей (пектинов, гемицеллюлоз, лигнина) и весьма затрудняющих ее определение.

Предложено много методов для определения клетчатки, подавляющее большинство которых основано на весовом анализе. Общим недостатком этих методов является или неполное удаление тесно связанных с клетчаткой гемицеллюлоз и лигнина, или происходящее частичное разрушение самой целлюлозы.

В связи с этим клетчатка, получаемая при обработке как гидролизующими, так и окисляющими реактивами, по существу не является чистой клетчаткой и может быть названа сырой клетчаткой.

При исследовании кормовых и пищевых средств до сих пор еще широко используется старый метод определения клетчатки по Геннебергу — Штоману, основанный на последовательной обработке навески слабой серной кислотой (1,25%-ный раствор) и слабым раствором едкой щелочи (тоже 1,25%-ный раствор), водой, спиртом и эфиром.

При обработке кислотой крахмал и частично гемицеллюлозы гидролизуются, превращаясь в растворимые моносахариды; амидные соединения, амины и алкалоиды переходят в раствор;

извлекаются минеральные вещества и все то, что может растворяться в подкисленной воде.

Едкая щелочь растворяет белковые вещества и удаляет жир, омыляя его; кроме того, она растворяет значительную часть лигнина и остаток гемицеллюлоз.

Этот способ весьма длителен, поэтому детально описывать его мы не станем.

Во ВНИИКП был испытан и многократно проверен окислительный метод Киршнера и Ганака; этот метод отличается быстротой и хорошей воспроизводимостью результатов и используется в кондитерской промышленности при определении количества клетчатки в порошке какао и шоколаде для контроля наличия какавеллы.

### Определение сырой клетчатки

Для проведения испытаний требуются следующие реактивы:

- а) смесь 10 объемов 80%-ной уксусной кислоты с одним объемом азотной кислоты (относительной плотностью 1,4);
- б) спирт ректификованный 95% об.;
- в) серный эфир.

Аппарат для определения клетчатки изображен на рис. 37.

Для испытания берут навеску необезжиренного вещества в количестве 0,2—0,6 г в зависимости от содержания клетчатки (например, порошка какао 0,3—0,4 г). Материал должен быть очень хорошо измельчен.

Навеску при помощи волосяной кисточки и маленькой стеклянной воронки переносят в круглодонную колбочку аппарата емкостью 30—35 мл, соединенную на шлифу с обратным шариковым холодильником, длина охлаждающей части которого около 200 мм. Через ту же воронку в колбочку вливают 16,5 мл смеси азотной и уксусной кислот. Слегка покачивая и взбалтывая колбочку, перемешивают навеску с кислотой, затем соединяют колбочку с обратным холодильником и кипятят содержимое в течение 25—30 мин.

Для нагревания колбочку помещают над сеткой и следят, чтобы не было перегрева стенок колбочки и подгорания частиц, пристающих к стенкам. Время от времени перемешивают содержимое, слегка покачивая колбочку (вместе с холодильником и штативом).

По окончании нагревания содержимому дают несколько остыть, чтобы прекратилось кипение,

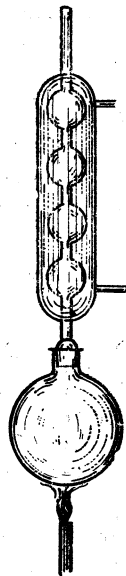


Рис. 37. Аппарат для определения клетчатки.

отделяют колбочку от холодильника и фильтруют содержимое в горячем состоянии через стеклянный фильтр с пористым дном (№ 2), предварительно взвешенный на аналитических весах после нагревания его в течение 30 мин при 105—108°C и охлаждения в эксикаторе<sup>1</sup>.

Фильтрацию ведут с отсасыванием, помещая фильтр в воронку для асбестового тигля, соединенную с колбой для отсасывания. В воронку должна быть вставлена резиновая пробка с просверленным широким отверстием, куда вкладывается стеклянный фильтр.

Затем вливают в колбочку 7—10 мл горячей смеси азотной и уксусной кислот (для этого смесь кислот подогревают отдельно), споласкивают колбочку и сливают ополоски в фильтр, промывая осадок при отсасывании. Таким же образом промывают осадок горячей водой, затем смачивают осадок спиртом и приливают в фильтр 5—10 мл этилового эфира (для удаления остатков жира), вновь промывают осадок горячей смесью кислот и горячей водой до исчезновения запаха уксусной кислоты; в конце операции для лучшего последующего высушивания можно осадок промыть спиртом и эфиром.

Фильтр с осадком высушивают до постоянной массы при температуре 105—110°C и находят массу осадка по разности массы фильтра с осадком и массы пустого фильтра. Содержание клетчатки в процентах вычисляют, умножая массу полученного осадка на 100 и деля на величину навески.

**Примечание.** Навеска обрабатывается горячей смесью крепкой уксусной и азотной кислот с целью окисления, гидролиза и нитрования всех веществ, сопровождающих целлюлозу; такое действие оказывает азотная кислота, а в уксусной кислоте растворяются полученные продукты.

Расхождение между результатами при параллельных определениях не должно превышать 0,05%.

### **Определение количества какавеллы в порошке какао и тертом какао**

На основе определения количества клетчатки можно вычислить количество какавеллы в продуктах шоколадного производства.

Для расчетов, приводимых ниже, приняты следующие нормы содержания клетчатки, %:

в порошке какао (согласно ГОСТу 108—41) . . .	5,5
в тертом какао (из расчета содержания клетчатки в порошке какао) . . . . .	3,1
в какавелле в среднем . . . . .	16,5

<sup>1</sup> При отсутствии стеклянного фильтра с пористым дном можно пользоваться тиглем Гуча с асбестовым фильтром.

Чтобы вычислить количество какавеллы в продукте шоколадного производства, например в порошке какао, когда известно из анализа, какой процент клетчатки содержится в этом продукте, пользуются следующей формулой:

$$x = \frac{(a - b) 100}{16,5} = 6,06 (a - b),$$

где  $a$  — найденное количество клетчатки по анализу, %;  
 $b$  — норма содержания клетчатки в исследуемом продукте, %.

Чтобы вычислить процент добавленной в шоколад какавеллы, необходимо знать, какое количество тертого какао было заложено в шоколадную массу.

Полученные результаты приблизительны, так как зависят от колебания количества клетчатки в тертом какао, какавелле, порошке какао, однако этими результатами можно пользоваться для суждения о качестве шоколада и порошка какао.

Данный метод расчета количества добавленной какавеллы не применим для шоколада с добавками орехов.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АЗОТИСТЫХ ВЕЩЕСТВ

#### Общие сведения

Кондитерские изделия и полуфабрикаты содержат в основном составные части сырья растительного происхождения, поэтому азотистые соединения, характерные для тех или других растительных материалов, свойственны и соответствующим кондитерским изделиям.

Некоторые виды продуктов животного происхождения также являются источником азотистых веществ, например молоко и продукты его переработки.

Азотистыми веществами называются соединения, содержащие азот: белковые вещества, аминокислоты и их амиды, основания, соли аммиака и азотной кислоты.

По количеству и значению белковые вещества занимают главное место среди азотистых веществ.

Аминокислоты и их амиды являются продуктами гидролитического расщепления белков и потому обычно в том или ином количестве сопутствуют белковым веществам.

К основаниям относятся в основном алкалоиды: теобромин, кофеин и другие соединения этого вида.

Азотистые соединения неорганические — аммонийные и азотнокислые соли — в продуктах кондитерского производства почти отсутствуют, если не считать мучных кондитерских изделий, изготовляемых с применением углекислого аммония.

Таким образом, определяя общий азот, мы находим сумму двух видов азота: белкового и небелкового; последний бывает органического и неорганического происхождения.

Содержание азота в различных белках неодинаково: оно колеблется в довольно широких пределах — от 14 до 20% и более; переводной коэффициент 6,25 для перечисления азота в белок взят из расчета среднего содержания азота в белках 16%.

В технических условиях и ГОСТе на кондитерские изделия содержание азотистых веществ не нормируется; определение азотистых веществ производится при выявлении калорийности изделий и в других специальных случаях.

### Определение общего количества азотистых веществ

Описываемый ниже всюду применяемый метод, называемый методом Кьельдаля (был предложен еще в 1883 г.), основан на минерализации исследуемого вещества нагреванием с концентрированной серной кислотой, в результате чего весь органический азот превращается в серноокислый аммоний.

Для определения требуются:

а) реактивы: концентрированная серная кислота (относительная плотность 1,84); ускоритель минерализации (1 вес. ч.  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  + 10 вес. ч.  $\text{K}_2\text{SO}_4$ ); 33%-ный раствор едкого натра; 0,1 н. серная или соляная кислота и 0,1 н. раствор едкой щелочи; индикаторы — метилоранж или бромтимоловый синий;

б) аппаратура: колба Кьельдаля с длинной шейкой емкостью около 100 мл; каплеуловитель; холодильник; колба коническая емкостью 200—250 мл.

Определение проводят следующим образом. В совершенно сухую колбу Кьельдаля из пробирки по разности (если вещество сыпучее) берут на аналитических весах навеску в количестве не более 0,1 г (если проба исследуемого продукта — влажная или мажущаяся масса, навеску берут на кусочке фольги из алюминия, заворачивают и бросают в колбу), приливают 3,5 мл концентрированной серной кислоты, прибавляют 0,5 г ускорителя, после чего содержимое нагревают на электроплитке или на газовой горелке, сначала осторожно, затем усиливая жар до тех пор, пока жидкость полностью не просветлится (окраска жидкости в горячем состоянии будет голубая, исчезающая при охлаждении).

Охладив содержимое колбы, осторожно приливают 30—40 мл воды, снова охлаждают при взбалтывании, затем по стенке шейки колбы осторожно приливают 15 мл 33%-ного раствора едкого натра, немедленно надевают каплеуловитель и присоединяют колбу к холодильнику. Конец форштоса холодильника погружают в коническую колбу, куда налито 10 мл 0,1 н. серной

или соляной кислоты. Доводят содержимое колбы до кипения и отгоняют аммиак в приемную колбу. Перегонку заканчивают, когда отгонится  $\frac{2}{3}$  всей жидкости. Конец отгонки рекомендуется проконтролировать красной лакмусовой бумажкой.

Содержимое приемной колбы титруют 0,1 н. раствором едкой щелочи.

Установив титрованием 10 мл соотношение 0,1 н. кислоты и едкой щелочи, вычисляют количество общего азота  $r$  в процентах по формуле

$$r = \frac{M(m-n) 100}{g},$$

где  $M$  — титр 0,1 н. щелочи, выраженный в граммах азота;  
 $m$  — количество 0,1 н. щелочи, затраченное на 10 мл 0,1 н. кислоты при установке соотношения, мл;  
 $n$  — количество 0,1 н. щелочи, затраченное при обратном титровании отгона, мл;  
 $g$  — навеска вещества, г.

Умножая найденный процент азота на 6,25, получим общее количество азотистых веществ в процентах.

### Определение белкового азота

Метод основан на способности белков образовывать в отсутствие щелочи с гидратом окиси меди осадок, который может быть отфильтрован и отмыт от небелковых соединений (аминокислот, амидов, аммиачных и азотнокислых солей и прочих соединений).

По Барнштейну способ заключается в следующем. Навеску исследуемого вещества в количестве 0,1 г помещают в маленькую фарфоровую чашечку, куда наливают 5 мл воды; смесь нагревают до кипения (если вещество содержит много крахмала, нагревание ведут на водяной бане при 40—50 °С в течение 10 мин); при нагревании массу перемешивают стеклянной палочкой.

Затем к массе прибавляют 2,5 мл раствора медного купороса (60 г на 1 л воды), после чего при помешивании приливают около 2,5 мл раствора едкого натра (12,5 г на 1 л).

После отстоя жидкость сливают через фильтр; осадок промывают 4—5 раз декантацией горячей водой, переносят на фильтр и снова промывают теплой водой до тех пор, пока не прекратится реакция на сульфаты с хлористым барием. Воронку с фильтром помещают в сушильный шкаф при 100 °С, подсушенный фильтр с осадком переносят в маленькую колбочку Кьельдала емкостью 100 мл.

Минерализацию и определение азота проводят, как указано выше.

Для фильтрования следует брать беззольные фильтры, в которых рекомендуется предварительно определить количество азота. Для этого берут 10 фильтров, взвешивают, сжигают по Кьельдалю и вычисляют после отгонки и титрования процент азота в одном фильтре. При определении белкового азота в исследуемом веществе следует вычитать азот, содержащийся в фильтре.

Во время приливания щелочи в процессе обработки навески раствором медного купороса следует обращать внимание на то, чтобы жидкость над осадком не была щелочной и имела зеленоватую окраску.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЫ, ТЯЖЕЛЫХ (ВРЕДНЫХ) МЕТАЛЛОВ, ФЕРРОПРИМЕСЕЙ

### 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЗОЛЫ И ЗОЛЫ, НЕРАСТВОРИМОЙ В 10%-НОЙ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЕ

Золой принято называть остаток, получающийся при полном сжигании органических составных частей вещества.

Зольность кондитерских продуктов (изделий, полуфабрикатов и сырья) обычно колеблется в незначительных пределах. В процессе производства зольность готовых изделий может увеличиться за счет введения таких минеральных веществ, как сода, хлористый натрий, фосфаты, тальк.

При обработке золы 10%-ной соляной кислотой растворяются почти все составные части золы, за исключением кремнекислых соединений — естественных составных частей золы растительных веществ.

В отдельных случаях в остатке (после обработки золы соляной кислотой) могут оказаться песок и глина, попадающие в готовый продукт с загрязненным сырьем. Поэтому наравне с общим количеством золы приходится определять и золу, нерастворимую в 10%-ной соляной кислоте.

Определение золы довольно условно, так как при сжигании улетучиваются некоторые минеральные компоненты ее ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2\text{O}_5$ , P), следовательно, зольный остаток является сильно измененным.

#### Определение общей золы

Метод основан на взвешивании остатка, получающегося после сжигания исследуемого продукта.

Навеску берут в количестве 5—10 г на технических весах с точностью до 0,01 г, помещают ее во взвешенный фарфоровый или платиновый тигель и осторожно сжигают. Многие кондитерские изделия и полуфабрикаты, богатые сахаром, при сжигании сильно вспучиваются и содержимое тигля может быть выброшено. Чтобы избежать этого, сжигание ведут по частям.

Для этого на весах взвешивают тару с исследуемым материалом (в бюксе, в стаканчике, куда вложена ложечка, шпа-



тель, стеклянная палочка). Из тары берут небольшую порцию, вносят ее во взвешенный тигель и начинают сжигать; когда вспучивание прекратится и тигель немного остынет, вносят новую порцию исследуемого продукта и снова сжигают. Так, по частям вносят в тигель навеску требуемой величины, определяемую по разности взвешиваний тары с исследуемым материалом до и после взятия порций.

Сначала материал осторожно сжигают на горелке или на электроплитке до обугливания и прекращения выделения продуктов сгорания. После этого нагрев усиливают и выдерживают остаток при слабо-красном калении до полного сгорания угля. Прокаливание хорошо вести в муфеле, разогретом до слабо-красного накала. После охлаждения в эксикаторе тигель с остатком взвешивают. Количество золы находят по формуле

$$A = \frac{b-a}{g} 100,$$

где  $A$  — искомое количество золы, %;  
 $b$  — масса тигля с золой, г;  
 $a$  — масса тигля, г;  
 $g$  — взятая навеска вещества, г.

При озолении необходимо следить, чтобы накал муфеля был слабо-красный; пользоваться муфелем, разогретым до ярко-красного каления, нельзя, так как могут быть потери составных частей золы и результат определения будет неверным.

При параллельном определении допускается расхождение не более 0,02%.

### **Определение золы, нерастворимой в 10%-ной соляной кислоте (песок)**

Навеску вещества сжигают до полного озоления, как указано при определении общей золы. К полученной золе в том же тигле приливают 30 мл 10%-ной соляной кислоты и нагревают на водяной бане в течение 30 мин, после чего жидкость фильтруют через беззольный фильтр; остаток на фильтре промывают горячей дистиллированной водой до исчезновения реакции на хлор-ион (для этого 2—3 капли фильтрата помещают на часовое стекло, прибавляют каплю азотной кислоты и каплю 10%-ного раствора нитрата серебра — не должна появляться муть от выпавшего  $\text{AgCl}$ ). Промытый фильтр с остатком помещают в тот же тигель, подсушивают, сжигают, прокаливают, охлаждают и взвешивают.

Результат взвешивания выражают в процентах по отношению к взятой навеске.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ (МЕДИ, СВИНЦА, ОЛОВА, МЫШЬЯКА и ЦИНКА)

### Общие сведения

Непосредственное определение металлов в пищевых продуктах в большинстве случаев невозможно, так как металлы здесь связаны с органическими веществами и в растворах не образуют ионов. Поэтому для их определения органические вещества прежде всего подвергают разрушению (минерализуют) различными способами.

Минерализацию проводят либо простым озолением, либо сжиганием с сильными минеральными кислотами (мокрый способ); иногда при простом озолении для ускорения сжигания добавляют окислители и основания — для предохранения некоторых металлов от улетучивания.

При выборе метода минерализации следует учитывать, что при высокой температуре свинец, олово, особенно мышьяк, образуют летучие соединения и при известных условиях могут быть потеряны; в присутствии значительного количества хлоридов при простом озолении может быть потеряна медь. Нельзя определять мышьяк в золе вещества, подвергнутого простому озолению.

После минерализации вещество обрабатывают специальным образом с целью открытия и определения металлов тем или иным методом.

Лишь в отдельных случаях бывает возможность определения металла без минерализации; в частности, это касается открытия мышьяка в пищевых кислотах — винной, лимонной, молочной и в некоторых других продуктах.

Тяжелые металлы могут присутствовать в кондитерских изделиях по различным причинам.

Мышьяк может быть занесен в готовую продукцию с пищевыми кислотами (в производстве этих кислот применяется серная кислота); с тальком, с плодами и продуктами их переработки (при опылении садов мышьяковыми соединениями для уничтожения насекомых-вредителей); с патокой, изготовляемой при гидролизе крахмала серной кислотой, содержащей мышьяк.

Свинец может оказаться в готовых изделиях прежде всего из некачественного сырья, как, например, винная, лимонная, молочная кислоты, в производстве которых была применена серная кислота, содержащая свинец; причиной попадания свинца может быть паровая, варочная медная аппаратура, луженная оловом, содержащим свинец.

Цинк и олово почти никогда не встречаются в готовой продукции, однако попадание цинка возможно при использовании

тары и инвентаря из оцинкованного железа (что запрещено Госсанинспекцией), от неряшливого применения хлористого цинка для склеивания целлофана.

Медь попадает в готовую продукцию прежде всего из медной производственной аппаратуры, медных коммуникационных труб; наконец, медь может попадать в готовую продукцию как природный микроэлемент, входящий в состав используемого сырья, например бобов какао.

Стандарты и РТУ на готовые кондитерские изделия не допускают присутствия в готовых изделиях мышьяка, свинца и цинка (при определении последних установленными методами определенной чувствительности). Медь допускается в количестве не более 12 мг/кг, а олово — не более 200 мг/кг в консервах, упакованных в жестяные банки.

Вредные металлы определяются различными методами, основанными на свойствах указанных металлов и описываемыми в аналитической химии.

При этих определениях приходится иметь дело с очень малыми дозами металлов, измеряемыми и выражаемыми в миллиграммах на 1 кг продукта, поэтому сами методики должны обладать достаточной чувствительностью и выполняться с большой точностью.

При контроле готовых изделий кондитерской промышленности на содержание вредных металлов пользуются и качественными и количественными методами. В тех случаях, когда ГОСТом или РТУ предусмотрено полное отсутствие металла в готовом изделии (например, мышьяка), бывает достаточно убедиться в этом качественной реакцией; когда же содержание вредного металла (например, меди) нормируется, приходится прибегать и к количественному определению.

В настоящее время для определения вредных металлов действуют два ГОСТа: ГОСТ 5370—50 на методы определения свинца, меди, цинка и олова и ГОСТ 5512—50 на методы определения мышьяка в продуктах и напитках пищевых и вкусовых.

### **Подготовка исследуемых материалов к определению вредных металлов**

**Отбор проб.** Для определения вредных металлов отбирают среднюю пробу по способам, описанным в разделе первом, главе I. Необходимо только учитывать, что если средняя проба была приготовлена с применением мясорубки или металлических сит, то в этом случае придется готовить новую пробу специально для контроля продукта на вредные металлы.

**Минерализация.** В большинстве случаев для определения вредных металлов из испытуемых продуктов удаляют органиче-

ские вещества, что достигается минерализацией. Минерализацию можно проводить двумя способами:

- а) простым озолением (огневой способ);
- б) разрушением органических веществ окислителями (мокрый способ).

Для минерализации при определении меди, свинца, цинка и олова берут навеску на технических весах с точностью до 0,01 г в количестве (в г): кондитерские изделия и полуфабрикаты—15, фруктово-ягодное сырье — 15, молочные консервы — 15, винная кислота — 5, молочная кислота — 10, желатин пищевой — 10, пектин — 10, прочие продукты — 10 (все в пересчете на сухое вещество).

При определении мышьяка в кондитерских изделиях и полуфабрикатах, а также в сырье берут навеску около 5 г, за исключением следующих продуктов (в г): кислоты пищевые — около 10, краска амарант — около 2, тальк — 2, пюре яблочное — 10 (все в пересчете на сухое вещество).

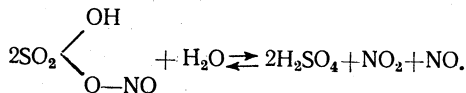
Простому озолению подвергаются объекты для определения меди, свинца и цинка. Кондитерские изделия и полуфабрикаты озолят в небольшой фарфоровой чашке по способу, описанному для определения золы, что позволяет довольно быстро провести минерализацию навески (2—3 ч).

Способы, описываемые в ГОСТе 5370—50 для олова и в ГОСТе 5512—50 для мышьяка, в основном различаются только тем, что после кратковременной обработки навески в колбе Кьельдаля 10% -ной азотной кислотой и прибавления концентрированной серной кислоты при нагревании приливают по каплям концентрированную азотную кислоту до полного окисления органических веществ, что узнают по прекращению потемнения жидкости в колбе после удаления всей азотной кислоты и по появлению в колбе тяжелых белых паров серной кислоты.

При определении олова к остатку в колбе Кьельдаля после минерализации, представляющему собой концентрированную серную кислоту с растворенными в ней минеральными веществами, прибавляют насыщенный раствор оксалата аммония и кипятят до выделения паров серной кислоты.

При определении мышьяка после минерализации принимают все меры к тому, чтобы остаток в колбе Кьельдаля был полностью освобожден от окисляющих веществ. В остатке имеется соединение серной кислоты с азотной — нитрозил — серная кислота или нитроза

$\text{SO}_2 \begin{matrix} \text{OH} \\ \text{O-NO} \end{matrix}$ , которая разлагается водой по реакции



Чтобы разрушить нитрозу, в колбу после минерализации приливают воду и кипятят содержимое до появления белых паров серной кислоты.

Если в продукте имелся мышьяк, то после такой обработки он переходит в пятивалентную форму. Прибавив гидразинсульфат, переводят мышьяк в трехвалентный и окончательно удаляют из раствора следы окислов азота.

Само собой понятно, что все реактивы должны быть химически чистыми.

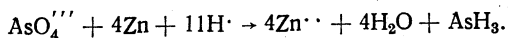
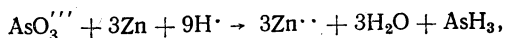
Описанные методы минерализации для некоторых продуктов необязательны.

Согласно ГОСТу 5370—50, медь, свинец и цинк в пищевых кислотах определяются без минерализации; без минерализации определяют эти металлы и в желатине.

Качественное открытие мышьяка по ГОСТу 5512—50 проводится также без минерализации. Об этом подробнее мы скажем ниже.

### Открытие и определение мышьяка

Реакции определения мышьяка основаны на свойстве всех мышьяковых соединений в кислом растворе восстанавливаться металлическим цинком до мышьяковистого водорода



Образующийся мышьяковистый водород  $\text{AsH}_3$  может быть определен различными методами, основанными на свойствах этого соединения, позволяющих открывать ничтожнейшие следы мышьяка — до  $2,5 \cdot 10^{-4}$  мг с обыкновенной аппаратурой и до  $10^{-7}$  мг микроаналитически.

Эти реакции столь чувствительны, что все применяемые реактивы — металлический цинк и серная кислота и другие — должны быть абсолютно свободны от мышьяка.

В основе современных методов открытия мышьяка лежит метод, основанный на воздействии мышьяковистого водорода на соли серебра или ртути, в результате чего получается мышьяковистое соединение с интенсивной окраской.

Наиболее простой способ качественного определения мышьяка заключается в следующем.

В коническую колбочку (емкостью не более 100 мл) вносят примерно 50 мл испытуемого подготовленного раствора, содержащего 5—10 г вещества, прибавляют около 5 мл соляной кислоты, 2—3 г металлического цинка, в горло колбочки вставляют тампон из ваты, смоченной 5%-ным раствором ацетата свинца

и хорошо отжатой, сверху колбочку закрывают фильтровальной бумагой, на которую помещают кристаллик азотнокислого серебра, и ставят колбочку в темное место.

Когда цинк растворится, устанавливают изменение цвета кристаллика серебряной соли.

Если последний пожелтеет, а бумага под ним при смачивании каплей воды потемнеет, то это укажет на присутствие мышьяка.

Количественное определение мышьяка проводится в тех случаях, когда имеют дело с продуктами, в которых содержание мышьяка нормируется соответствующим ГОСТом или РТУ.

Предварительно исследуемый продукт подвергается минерализации мокрым способом (стр. 149).

Метод количественного определения мышьяка основан на воздействии мышьяковистого водорода на бромную ртуть, которой пропитана полоска бумаги.

При действии  $AsH_3$  на  $HgBr_2$  сначала образуется  $As(HgBr)_3$ , а затем при дальнейшем действии мышьяковистого водорода образуются соединения  $AsH(HgBr)_2$  и  $As_2Hg_3$  темного цвета.

Для определения требуются следующие реактивы.

а) Стандартный раствор мышьяка. 13,2 мг очищенного возгонкой мышьяковистого ангидрида растворяют в стаканчике с очень малым количеством 10%-ного раствора едкой щелочи, раствор количественно переносят в колбу Кьельдаля емкостью около 100—200 мл, смывая в ту же колбу водой остаток из стаканчика, приливают 10 мл концентрированной серной кислоты и начинают нагревать содержимое колбы до появления паров серной кислоты. Охладив жидкость, вводят в колбу около 0,1 г гидразинсульфата, пользуясь стеклянной воронкой с длинным концом, не доходящим до содержимого колбы на 2—3 см, нагревают до кипения, кипятят 10 мин, охлаждают и все количественно, смывая водой, переносят в мерную колбу емкостью 1 л и разбавляют водой до метки; 1 мл этого раствора содержит 0,01 мг или 10 мкг \* As.

б) Бромная ртуть. 50—100 г ртути наливают в фарфоровую чашку, обливают дистиллированной водой, после чего по каплям при размешивании стеклянной палочкой приливают бром до тех пор, пока не израсходуется вся металлическая ртуть. Полученный раствор нагревают, фильтруют в горячем состоянии и дают выкристаллизоваться бромной ртути; снова перекристаллизовывают ее из горячей воды, высушивают при возможно низкой температуре, после чего очищают возгонкой, поместив в фарфоровую чашку и накрыв часовым стеклом; возгонку необходимо вести при осторожном нагревании в вытяж-

---

\* Микрограмм (мкг) — рекомендуемая СИ единица массы, равная  $1 \cdot 10^{-6}$  г, обозначаемая ранее  $\mu$ .

ном шкафу. Бромная ртуть возгоняется в виде белых игол, а в чашке остается черный остаток. Можно пользоваться продажной бромной ртутью, предварительно очистив ее возгонкой.

в) Бромнортутная бумага. Для приготовления полосок бромнортутной бумаги в 5%-ный спиртовой раствор бромной ртути погружают полосы непроклеенной плотной бумаги; когда бумага пропитается раствором, ее вынимают, дают жидкости стечь и высушивают на воздухе; из обработанной таким образом бумаги нарезают полоски длиной 40—50 мм и шириной 2,5—3 мм. Готовые полоски кладут в темную стеклянку с хорошо притертой пробкой и хранят в темном месте (не более 3 месяцев).

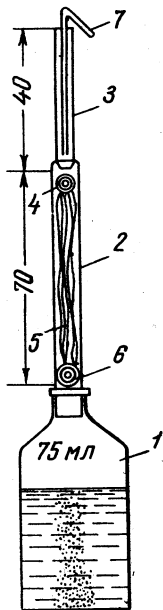


Рис. 38. Прибор для определения мышьяка.

г) Металлический цинк без мышьяка гранулированный.

д) Серная кислота химически чистая (относительная плотность 1,82—1,84).

е) 5%-ный раствор ацетата свинца.

Прибор, в котором производится определение мышьяка, показан на рис. 38; он состоит из следующих частей: 1 — сосуд емкостью около 75 мл; 2 — насадка — скруббер с внутренним диаметром 7—8 мм, длиной около 70 мм, шлифованная к горлу сосуда 1; 3 — трубка-уловитель длиной около 40 мм с внутренним диаметром около 3 мм, шлифованная к скрубберу 2; 4 — комок ваты, пропитанной 5%-ным раствором ацетата свинца и отжатой; 5 — жгут из марли, пропитанной 5%-ным раствором ацетата свинца, и отжатый; 6 — ватный тампон; 7 — полоска бромнортутной бумажки.

Перед использованием прибором в скруббер вставляют жгут из марли; назначение скруббера — улавливать сероводород, иногда образующийся при действии цинка на испытуемый кислый раствор. Сероводород реагирует с ацетатом свинца и в виде  $PbS$  остается в скруббере;  $AsH_3$  с ацетатом свинца не реагирует. Чтобы брызги испытуемой жидкости не попали в скруббер, в нижнюю часть его выкладывают комочек сухой ваты или марли.

Техника определения. После минерализации и обработки жидкости в колбе Кьельдаля водой и гидразинсульфатом содержимое колбы охлаждают и количественно переносят в мерную колбу на 50 мл, ополаскивая реакционную колбу водой; вновь охлаждают и разбавляют содержимое водой до метки, хорошо перемешав жидкость. Затем 25 мл исследуемого раствора вносят пипеткой в сосуд прибора для определения мышьяка, прибавляют 0,2 г хлористого олова в кристаллах, 2 г цинка,

закрывают сосуд насадкой и вкладывают в уловитель полоску бромнортутной бумажки.

Чтобы избежать разогревания жидкости, прибор помещают в воду комнатной температуры и защищают его от прямого солнечного света, хорошо закрыв уловитель колпачком из черной бумаги. Реакция считается законченной, когда растворится весь цинк; после этого прибору дают постоять 30 мин, затем вынимают полоску бумаги из насадки и сравнивают ее окраску с окраской полосок, полученных в приборе со стандартным раствором мышьяка, взятого в различных количествах.

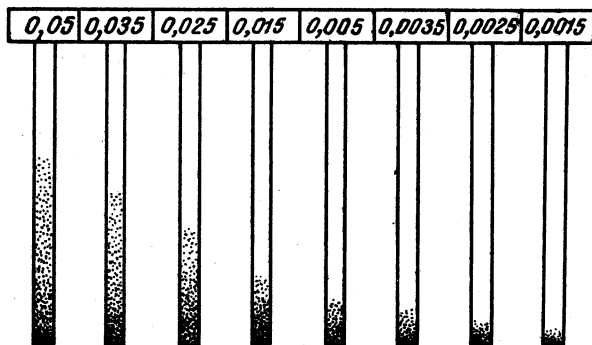


Рис. 39. Стандартная шкала для определения мышьяка.

Для приготовления окрашенных бромнортутных бумажек поступают следующим образом. В приборы для определения мышьяка вносят микропипеткой 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3 мл стандартного раствора мышьяка, содержащего 0,01 мг As в 1 мл, приливают разведенную серную кислоту (1:4) в таком количестве, чтобы общий объем жидкости в сосуде прибора был равен 25 мл, затем прибавляют по 0,2 г хлористого олова в кристаллах, 2 г металлического цинка, вставляют насадку с бромнортутной бумажкой и ставят приборы в холодную воду.

Когда цинк растворится, дают прибору постоять 30 мин, после чего окрашенные бумажки вынимают из насадки, пропитывают их 5%-ным раствором парафина в петролейном эфире или бензине и собирают в шкалу, зажав бумажки между двумя стеклянными пластинками и окантовав последние. На рис. 39 показан общий вид шкалы с бромнортутными бумажками, окрашенными различным количеством As. С этой шкалой сравнивают окраску бромнортутной бумажки при испытании продукта на присутствие мышьяка.

Шкала со временем выцветает, поэтому через 3 месяца ее приходится возобновлять.

Чтобы избежать этой кропотливой работы, рекомендуется срисовать шкалу, покрыв полоски соответствующей краской,



или на каждой бумажной полоске провести карандашом черту на границе видимости окраски.

При одинаковой концентрации серной кислоты и при свежеприготовленных бромнортутных бумажках высота окрашиваемой мышьяком площади пропорциональна количеству мышьяка.

Количество мышьяка в миллиграммах на 1 кг исследуемого продукта вычисляют по формуле

$$As = \frac{aV_2 \cdot 1000}{V_{1g}}$$

где  $a$  — количество As, найденное по шкале, мг;

$V_1$  — количество испытуемого раствора, взятое для выделения As, мл;

$V_2$  — объем мерной колбы, в которой растворена навеска после минерализации, мл;

$g$  — навеска продукта, взятая для минерализации, г.

**Примечания.** 1. При определении мышьяка большое значение имеет количество образующегося мышьяковистого водорода в единицу времени. На быстроту реакции кислоты и цинка влияют концентрация кислоты, температура раствора, органические примеси, присутствие в растворе ионов меди и т. п. При бурном выделении водорода окраска бромнортутной бумажки получается расплывчатой, отличной по характеру от окраски бумажки при медленном выделении водорода. Вообще говоря, при описанном методе определения мышьяка весьма затруднительно во всех случаях создать условия, обеспечивающие равномерное и одинаковое выделение водорода в единицу времени, а это в свою очередь влияет на воспроизводимость результатов при параллельных определениях. В этом отношении наиболее точные результаты дает электролитический метод определения мышьяка, основанный на воздействии на мышьяковистые соединения водорода, генерируемого постоянным током в катодном пространстве, куда одновременно вводится испытуемый раствор; этот метод позволяет регулировать силу тока, а следовательно, и количество выделяемого водорода в единицу времени. Описание электролитического метода определения мышьяка интересующиеся найдут в литературе [17].

2. Качественное открытие мышьяка без минерализации в продуктах, содержащих  $SO_2$  (сульфитированные плоды, ягоды, пюре, пульпа), надо проводить особенно осторожно, так как  $SO_2$  восстанавливается в кислотном растворе металлическим цинком в  $H_2S$ , который при бурном выделении водорода и недостаточно хорошей зарядке скруббера марлей или ватой, смоченной уксусом, может окрасить бромнортутную бумажку и создать впечатление о наличии мышьяка.

3. При отсутствии гидразинсульфата и хлористого олова определение мышьяка, по наблюдениям ВНИИКП, можно проводить и без этих реактивов, однако в данном случае должна быть составлена специальная шкала окрашенных бромнортутных бумажек.

### Определение меди, свинца и цинка

Остаток в фарфоровой чашке после озоления навески огневым способом растворяют в 5 мл соляной кислоты (1:1), прибавляют каплю пергидрола, выпаривают на водяной бане досу-

ха, к остатку прибавляют 2 мл 10%-ной соляной кислоты, 3-мл воды и фильтруют в коническую колбу емкостью около 100 мл; фарфоровую чашку и фильтр промывают 15 мл горячей дистиллированной воды, собирая промывные воды в ту же коническую колбу. Нагревают жидкость в колбе до 50—60 °С и пропускают ток сероводорода в течение 40 мин.

Если образуется темный осадок, то это указывает на наличие меди, свинца и олова; цинк в этих условиях не выпадает.

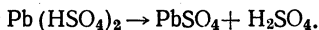
Выделившийся осадок сульфидов отделяют центрифугированием в пробирке емкостью около 10 мл, сливая жидкость в небольшую фарфоровую чашку (раствор А). Осадок сульфидов в пробирке промывают 1—2 раза сероводородной водой, подкисленной соляной кислотой, присоединяя промывную жидкость к раствору А.

К промытому в пробирке осадку сульфидов прибавляют пять капель 10%-ного раствора едкого натра, нагревают на кипящей водяной бане, прибавляют 10 мл воды и центрифугируют; в растворе будет олово, в осадке — медь и свинец в виде сульфидов (а также сера); если сульфидов много, обработку едким натром повторяют.

К осадку сульфидов меди и свинца в пробирке добавляют 5—10 капель смеси крепкой серной и азотной кислот (1 : 1) и осторожно нагревают на слабом пламени газовой или спиртовой горелки до полного удаления азотной и появления белых паров серной кислоты.

**Открытие свинца** производят после охлаждения пробирки, куда добавляют около 1 мл дистиллированной воды и такое же количество 95%-ного спирта. Если же в растворе появится муть или выпадет белый осадок, то это укажет на присутствие свинца.

Образование осадка или мути обусловлено тем, что при разбавлении концентрированной серной кислоты водой кислый серноокислый свинец, находящийся в растворе, переходит в серноокислый свинец по реакции.



Спирт еще больше уменьшает растворимость сульфата свинца и способствует его выделению.

Так как в кондитерских изделиях наличие свинца не допускается, то в количественном определении его нет надобности, ограничиваются лишь качественной реакцией.

**Открытие меди** начинают после качественного определения свинца, для чего осадок сульфата свинца отделяют центрифугированием, собирая раствор в маленькую фарфоровую чашку. Осадок сульфата свинца промывают 2—3 раза разбавленным этиловым спиртом (1 : 1), присоединяя промывные воды к раствору в фарфоровой чашке. Раствор выпаривают на водяной

бане, охлаждают и добавляют около пяти капель 25%-ного раствора аммиака; появление очень слабого голубого окрашивания укажет на наличие следов (до 0,1 мг) меди во взятой навеске.

Количество меди определяют, если при предыдущем испытании получится ярко выраженное голубое окрашивание. В этом случае к окрашенной в голубой цвет жидкости (голубое окрашивание обусловлено образованием аммиачной меди) приливают не более 2 мл дистиллированной воды и, если раствор останется прозрачным, сливают его в мерный цилиндр на 10 мл. Если же раствор делается мутным вследствие выделения гидрата окиси железа, добавляют пять капель 25%-ного раствора аммиака, отделяют осадок центрифугированием и сливают жидкость над осадком в мерный цилиндр на 10 мл, промыв осадок в пробирке 1—2 раза минимальным количеством дистиллированной воды и слив промывные воды после центрифугирования в тот же мерный цилиндр.

Полученный раствор идет для определения меди колориметрическим методом. Метод этот заключается в том, что интенсивность окраски испытуемого раствора сравнивают с интенсивностью окраски стандартного раствора, содержащего известное количество меди.

Для приготовления стандартного раствора меди берут 0,9821 г перекристаллизованной сернокислой меди ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ), растворяют в небольшом количестве воды в мерной колбе емкостью 250 мл, приливают 10 мл 10%-ной серной кислоты и дистиллированной воды до метки; 1 мл этого раствора содержит 1 мг меди.

Испытуемый раствор в мерном цилиндрике доводят до объема 10 мл.

В три пробирки для колориметрирования наливают стандартный раствор в количестве 0,1; 0,3 и 0,5 мл, что соответствует 0,1; 0,3 и 0,5 мг меди; в четвертую пробирку вливают испытуемый раствор в количестве 5 мл, после чего во все пробирки вносят по 2 мл 25%-ного аммиака, дистиллированную воду до объема 10 мл и хорошо перемешивают. После этого сравнивают интенсивность окраски испытуемого раствора с окраской стандартных растворов.

Количество меди в миллиграммах, содержащейся в 1 кг, вычисляют по формуле

$$x = \frac{aV_2 \cdot 1000}{V_1g},$$

где  $a$  — количество меди в отмеренном объеме испытуемого раствора, найденной при колориметрировании, мг;  
 $V_1$  — количество исследуемого раствора, взятого для колориметрирования, мл;

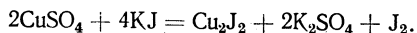
$V_2$  — общее количество раствора, исследуемого на медь, *мл*;

$g$  — навеска продукта, *г*.

Если окраска испытуемого раствора интенсивнее окраски стандартного раствора, содержащего 0,1 *мг* меди, и слабее окраски стандартного раствора, содержащего 0,3 *мг* меди, то  $a=0,2$  *мг*; если интенсивность окраски находится между 0,3 и 0,5 *мг*, то  $a=0,4$  *мг*.

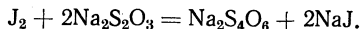
**Количественное определение меди без применения сероводорода.** Описываемый метод может быть использован для определения меди, когда не требуется определять другие металлы.

Медь определяется микрообъемным методом. Сущность метода состоит в том, что при прибавлении к раствору медной соли йодистого калия двухвалентная медь, присоединяя йод, переходит в одновалентную йодистую медь с выделением свободного йода по стехиометрической реакции:



Определяя количество выделившегося йода по указанной реакции, можно найти количество меди.

Йод определяют титрованием 0,01 *н.* раствором серноватистокислового натрия



Сопоставляя обе реакции, можно видеть, что 1 грамм-молекула гипосульфита соответствует 1 грамм-атому меди.

**Техника определения.** Навеску исследуемого вещества (не менее 10 *г*) осторожно сжигают до полного озоления в фарфоровом тигле или чашке. Полученную золу растворяют в соляной кислоте (1 : 3), прибавляют 3—4 капли разбавленной азотной кислоты (1 : 3) и выпаривают на водяной бане досуха; остаток смачивают концентрированной соляной кислотой и снова выпаривают досуха. Этот остаток обрабатывают 10 *мл* воды, прибавляют 3 *мл* концентрированной уксусной кислоты и все количественно переносят в коническую колбочку, ополаскивая чашку дистиллированной водой с таким расчетом, чтобы общий объем жидкости был не более 50 *мл* (на колбе предварительно делается отметка).

Если при разбавлении содержимого чашки водой и уксусной кислотой будет замечен осадок, то раствор из чашки переносят в колбочку фильтрованием с последующей промывкой чашки и фильтра малыми порциями воды.

Затем в колбочку прибавляют последовательно 5 *г* чистого  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  (для осаждения железа) и после растворения проверяют полноту осаждения железа прибавлением в раствор 2—3 капель 10%-ного раствора роданистого аммония; после этого прибавляют 3 *г* йодистого калия.

Выделившийся йод титруют 0,01 н. раствором  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  из микробюретки на 5 или 10 мл с делениями на 0,01 мл при сильном взбалтывании, применяя в качестве индикатора 0,5—1 мл 1%-ного раствора крахмального клейстера.

Холостой опыт с реактивами, но без исследуемого вещества, проводится в том же порядке; количество миллилитров гипосульфита, пошедшего на титрование при холостом опыте, следует вычесть из количества миллилитров гипосульфита, затраченного при определении меди.

Количество меди в миллиграммах на килограмм ( $x$ ) вычисляют по формуле

$$x = \frac{K(m - n) 0,636 \cdot 1000}{g}$$

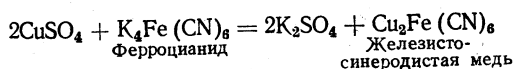
где  $K$  — коэффициент нормальности гипосульфита;

$m$  — количество гипосульфита, пошедшее на титрование йода, выделившегося из раствора озоленной навески, мл;

$n$  — то же при холостом опыте, мл;

$g$  — навеска продукта, г.

**Качественное определение меди без применения сероводорода.** Метод основан на образовании красно-бурого осадка железистосинеродистой соли окиси меди при действии ферроцианида калия на раствор соли окиси меди



Техника определения. Навеску исследуемого вещества около 5 г сжигают в фарфоровом тигле до полного озоления. Полученную золу смачивают водой, прибавляют 2—3 мл азотной кислоты (1:4), нагревают на водяной бане, фильтруют через бумажный фильтр, промывают 2—3 раза водой, соединяя промывные воды с фильтратом, и выпаривают в фарфоровой чашечке до объема приблизительно 5 мл; затем к жидкости приливают по каплям аммиак до слабощелочной реакции (для осаждения железа), нагревают до кипения и фильтруют; фильтрат нейтрализуют слабой соляной кислотой (1:10) и прибавляют к нему 3—5 мл раствора желтой кровяной соли (1:10). Наличие меди обнаруживается окраской раствора в цвета от розового до красновато-коричневого; при большом количестве меди выпадает красновато-бурый осадок.

Этот метод особенно удобен для внутрицехового контроля при использовании медной аппаратуры и труб для варки и транспортировки фруктово-ягодного сырья и полуфабрикатов.

**Открытие цинка.** Цинк определяют в растворе А (см. стр. 155) после отделения сульфидов меди, свинца и олова. Как известно, цинк не осаждается сероводородом в присутствии минеральных кислот.

К раствору А добавляют 5—7 капель пергидроля и после выпаривания на водяной бане досуха остаток растворяют в 2—3 мл 10%-ной соляной кислоты, после чего осторожно нейтрализуют жидкость раствором углекислого натрия до образования мути (выпадают карбонаты железа, кальция, магния, цинка и других металлов). Осторожно по каплям прибавляют 10%-ную соляную кислоту для растворения карбонатов; раствор должен сделаться снова прозрачным.

После этого приливают избыток насыщенного раствора уксуснокислого натрия ( $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ ), нагревают до кипения, чтобы осадить железо в виде основной уксуснокислой соли, кипятят 1 мин и немедленно фильтруют через сухой фильтр.

В горячий фильтрат пропускают ток сероводорода в течение 20 мин. Если есть цинк, то в зависимости от его количества выпадает белый осадок или образуется белая муть сульфида цинка. Ввиду того, что цинк в пищевых продуктах не допускается, указанным определением испытание заканчивается.

**Определение свинца в полуде.** Содержание свинца в полуде допускается не более 1%, поэтому свинец приходится определять количественно.

Приводим описание быстрого метода определения количества свинца в полуде, предназначенной для лужения медной производственной аппаратуры и соскобленной с луженой поверхности варочной аппаратуры.

Около 0,05 г наскобленной полуды (или сплава, или оловянной фольги) помещают в маленький химический стаканчик и, прикрыв часовым стеклом, приливают 3—4 мл смеси, состоящей из двух объемов концентрированной соляной кислоты (плотностью 1,19 г/см<sup>3</sup>) и одного объема азотной кислоты (плотностью 1,4 г/см<sup>3</sup>). Когда реакция закончится, содержимое стаканчика выпаривают досуха на водяной бане.

К полученному остатку приливают 20 мл воды и нагревают до кипения, при этом хлористый свинец переходит в раствор. К этому раствору прибавляют 15—20 мл раствора  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  (1,364 г в 1 л) и 1 мл 10%-ного раствора уксуснокислого натрия, чтобы освободиться от возможных следов минеральных кислот. Появление желтого осадка или мути свидетельствует о присутствии свинца. Раствор перемешивают и ставят на 30 мин на горячую водяную баню, после чего его количественно фильтруют через бумажный фильтр или центрифугируют. Осадок трижды промывают холодной водой. Затем стакан, в котором проводилась обработка хроматом калия, подставляют под воронку, фильтр обливают разбавленной соляной кислотой (1 : 1)

и промывают горячей водой до тех пор, пока вся хромовая кислота не перейдет в раствор, а общее количество фильтрата станет равным приблизительно 50 мл.

К раствору прибавляют 10 мл 25%-ной HCl, 10 мл раствора KJ (1 : 10) и выделившийся йод оттитровывают 0,01 н. раствором гипосульфита, применяя в качестве индикатора крахмал.

Количество свинца в процентах ( $x$ ) вычисляют по формуле

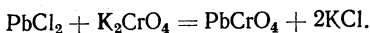
$$x = \frac{Kn \cdot 0,691 \cdot 100}{g \cdot 1000},$$

где  $K$  — коэффициент нормальности гипосульфита;  
 $n$  — количество гипосульфита, затраченное при титровании, мл;

$g$  — навеска вещества, г;

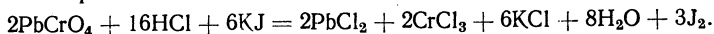
0,691 — количество свинца, соответствующее 1 мл 0,01 н. Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, мг.

Описанный метод количественного определения свинца основан на образовании хромовокислого свинца

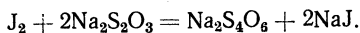


Хромат свинца нерастворим в воде и уксусной кислоте, но растворим в соляной кислоте.

Соли хромовой кислоты в присутствии минеральной кислоты вступают в реакцию с йодистым калием, восстанавливаясь в соли олова хрома с выделением йода



Йод количественно определяется титрованным раствором гипосульфита по реакции



Сопоставляя указанные реакции, находим, что 1 грамм-атом йода соответствует  $\frac{1}{3}$  грамм-атома свинца, т. е.

$$\frac{207,31}{3} = 69,1 \text{ г Pb};$$

соответственно 1 мл 0,01 н. раствора Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> отвечает 0,691 мг Pb.

### Определение олова

Для определения содержания олова берут навеску хорошо измельченного продукта около 15 г, помещают ее в колбу Кьельдаля емкостью приблизительно 500—750 мл, приливают 50 мл 10%-ной азотной кислоты, взбалтывают, оставляют в покое на 10—15 мин, после чего добавляют 25 мл концентрированной серной кислоты, ставят колбу на асбестированную сетку, отвер-

стие в середине которой закрыто листиком асбеста, и начинают осторожно нагревать, поставив колбу под углом примерно  $45^\circ$  (чтобы при сильном кипении или при толчках во время кипения не было выброса жидкости из колбы). Если жидкость в колбе будет сильно пениться (что наблюдается в продуктах, богатых сахаристыми веществами), ослабляют или вовсе прекращают нагревание, дают жидкости успокоиться, после чего нагревание продолжают.

Во время нагревания азотная кислота окисляет органические вещества; по мере удаления азотной кислоты концентрация серной кислоты будет увеличиваться, и если органические вещества не все были разрушены, то начнется обугливание их, что можно заметить по потемнению жидкости в колбе.

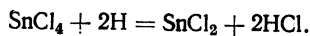
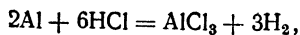
В этом случае нагрев колбы приостанавливают, дают ей несколько остыть, после чего мерным цилиндром приливают около 2 мл азотной кислоты и снова начинают нагревать, удалив асбестовый листок с отверстия в сетке. Если по мере нагревания жидкость в колбе снова начнет темнеть, повторяют приливание азотной кислоты.

Когда жидкость в колбе обесцветится, прекращают прибавление в колбу азотной кислоты и кипятят жидкость до появления белых паров серной кислоты, которые заполняют все свободное пространство реакционной колбы. Затем кипятят содержимое колбы еще в течение 10 мин и, если потемнения жидкости не будет, минерализацию считают законченной, добавляя после охлаждения жидкости 25 мл насыщенного раствора щавелево-кислого аммония  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  и снова кипятят до выделения белых паров серной кислоты.

После полного охлаждения содержимое колбы переносят количественно в коническую колбу емкостью около 300 мл, споласкивая колбу Кьельдаля примерно 60 мл воды и сливая ополоски в коническую колбу к основному раствору. Охладив последний под струей воды, приливают 25 мл соляной кислоты (относительной плотностью 1,19) и приступают к определению олова.

Метод основан на восстановлении четырехвалентного (окисного) олова в двухвалентное (закисное) и титровании соли последнего йодометрическим способом.

Восстановление  $\text{Sn}^{IV}$  в  $\text{Sn}^{II}$  производят водородом в момент его выделения при взаимодействии металлического алюминия с соляной кислотой:

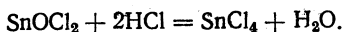
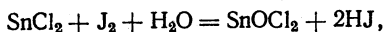


Чтобы не было обратного окисления кислородом воздуха  $\text{Sn}^{II}$  в  $\text{Sn}^{IV}$ , реакцию восстановления ведут в атмосфере углекис-



лого газа. Собственно восстановление олова идет до металлического, но оно сразу же растворяется в соляной кислоте с образованием  $\text{SnCl}_2$ .

Йодометрическое определение олова основано на реакции



Как видно из этой реакции, здесь имеет место связывание йода; таким образом,  $\text{SnCl}_2$  можно титровать либо непосредственно титрованным раствором йода, либо гипосульфитом после прибавления к испытываемому раствору избытка раствора йода.

Техника определения. Коническую колбу с подготовленным раствором закрывают резиновой пробкой, как показано на рис. 40. В пробку вставлены стеклянные трубки, из которых одна служит для ввода, другая — для выхода  $\text{CO}_2$  и  $\text{H}_2$ .

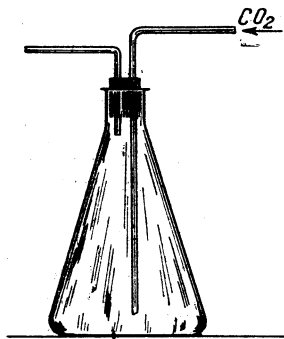


Рис. 40. Установка для определения олова.

Углекислоту получают либо в аппарате Киппа, наполнив его кусками мрамора и соляной кислотой (1:3), либо из стального баллона с  $\text{CO}_2$ , снабженного редукторным вентилем. Ток углекислоты предварительно пропускают через

промывную склянку Тищенко, наполненную 5%-ным раствором сернокислой меди.

Через испытываемый раствор в колбе углекислый газ пропускают в течение 5 мин.

Затем, не прекращая тока газа, приоткрывают пробку в конической колбе, вносят в нее 0,5 г металлического алюминия (зерненный алюминий, настриженная алюминиевая проволока, алюминиевая пыль) и снова закрывают колбу, продолжая пропускать ток  $\text{CO}_2$ .

Когда бурное выделение водорода ослабеет, колбу помещают на асбестовую сетку и осторожно подогревают так, чтобы жидкость в колбе не кипела.

После растворения всего алюминия в колбе остается олово в виде губчатой массы; его растворяют, усилив нагревание. Когда олово полностью растворится, нагревание прекращают, усиливают ток  $\text{CO}_2$  и охлаждают содержимое колбы, погружая дно ее в холодную воду.

После этого прекращают ток  $\text{CO}_2$ , приоткрывают пробку колбы, сейчас же вносят пипеткой 25 мл 0,01 н. раствора йода, осторожно перемешивают, обмывают из промывалки наружную

поверхность стеклянной трубки, находящейся внутри колбы, приливают дистиллированную воду до общего объема примерно 200 мл (его заранее следует отметить чертой) и титруют 0,01 н. раствором гипосульфита до соломенно-желтого цвета.

Затем прибавляют около 1—2 мл 1%-ного раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания жидкости.

Параллельно проводят холостой опыт с теми же реактивами, но без навески, в тех же условиях.

Количество олова в миллиграммах на 1 кг продукта вычисляют по формуле

$$x = \frac{K(m-n) 1,23 \cdot 1000}{g}$$

- где  $K$  — коэффициент нормальности для 0,01 н. гипосульфита;  
 $m$  — количество гипосульфита, идущего на титрование 25 мл раствора йода, мл;  
 $n$  — количество гипосульфита, затраченное при титровании испытуемого раствора, мл;  
 $g$  — навеска вещества, г;  
1,23 — количество олова, соответствующее 1 мл 0,01 н. раствора гипосульфита, мг.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСИ ЖЕЛЕЗНЫХ ЧАСТИЦ (ФЕРРОПРИМЕСЕЙ) В ПОРОШКЕ КАКАО

Метод состоит в извлечении при помощи магнита ферропримесей из навески порошка какао и взвешивании их.

Для определения требуется магнит подковообразной формы (или электромагнит) с подъемной силой около 5 кг.

Определение проводят следующим образом. 250 г порошка какао высыпают на лист белой бумаги и разравнивают слой в виде правильного четырехугольника.

На полюсы магнита надевают предварительно взвешенные колпачки из папиросной бумаги (заранее склеенные колпачки можно укрепить на концах магнита тонкой резинкой).

Магнит проводят в слое порошка какао в двух взаимно перпендикулярных направлениях так, чтобы вся проба была покрыта бороздками и не оставалось промежутков, не пройденных магнитом.

Затем над взвешенным на аналитических весах часовым стеклом осторожно снимают колпачки с магнита (переносят ферропримеси на это стекло), после чего взвешивают.

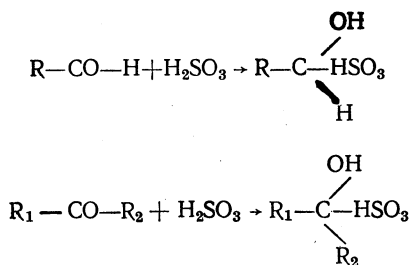
Полученную массу ферропримесей выражают в миллиграммах на 1 кг порошка какао.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНСЕРВАНТОВ И КРАСИТЕЛЕЙ

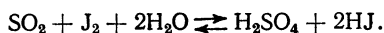
## 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРНИСТОЙ КИСЛОТЫ

Сернистый ангидрид, применяемый как консервант в плодово-овощных продуктах, содержится в последних в свободном и частично химически связанном состоянии.

Связывание  $\text{SO}_2$  обусловлено присутствием в плодах и ягодах соединений, содержащих карбонильную группу (альдегиды и кетоны):



Сернистая кислота определяется различными методами. Одни методы основаны на свойстве  $\text{SO}_2$  вступать в реакцию с йодом в водной среде



В других методах используются свойства  $\text{SO}_2$  легко окисляться в  $\text{SO}_3$  в присутствии таких окислителей, как перекись водорода, хромпик, марганцовокислый калий и др.

Реакция с йодом — обратимая, и при больших концентрациях сернистой кислоты титрование последней йодом дает неправильный результат.

При определении  $\text{SO}_2$  в сульфитированных продуктах мы имеем дело с весьма слабыми концентрациями  $\text{SO}_2$ , поэтому практически считается, что в этом случае реакция с йодом идет до конца. На основании этого до последнего времени широко использовался метод йодометрического определения сернистой кислоты как свободной, так и связанной.

Накопленный на основе массовых анализов опыт показал, что йодометрический метод определения сернистой кислоты все же имеет много недостатков, так как четкому концу реакции часто мешает окраска раствора и, кроме того, наряду с  $\text{SO}_2$  йодом окисляются и другие составные части продукта.

Ниже приводятся методы определения сернистой кислоты, основанные на окислении  $\text{SO}_2$  перекисью водорода.

### Определение общей сернистой кислоты в сульфитированных фруктово-ягодных заготовках

Определение производится по ГОСТу 5431—50. Метод основан на вытеснении из продукта сернистой кислоты соляной кислотой в токе углекислого газа; отгоняемая сернистая кислота окисляется в приемнике перекисью водорода в серную кислоту,

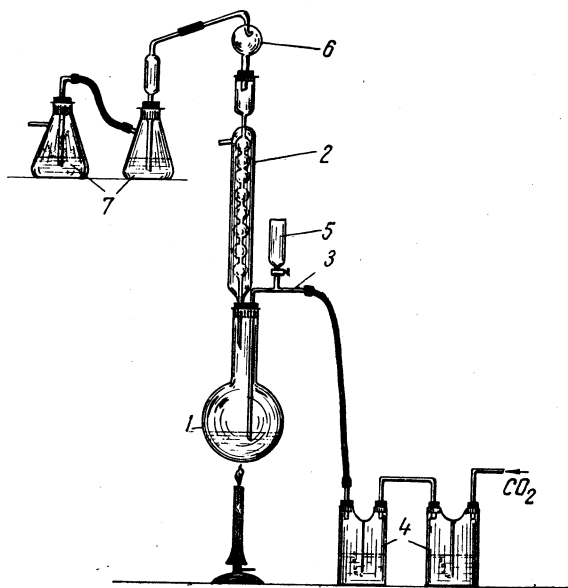


Рис. 41. Установка для определения общего количества  $\text{SO}_2$ .

которая определяется весовым методом (при арбитраже) или объемным методом.

На рис. 41 изображена установка для определения общего количества  $\text{SO}_2$ .

В колбу 1 емкостью около 500 мл вливают 250 мл дистиллированной воды и закрывают колбу пробкой с двумя отверстиями; в одно отверстие вставлен вертикальный шариковый холодильник 2, а в другое — стеклянная трубка-тройник 3, соединенная с

двумя последовательно стоящими промывными склянками 4, наполненными 5%-ными растворами  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  и  $\text{NaHCO}_3$  и присоединенными к источнику  $\text{CO}_2$  (аппарат Киппа или баллон с углекислотой). К тройнику 3 присоединена капельная воронка 5. Верхний конец холодильника при помощи насадки Кьельдаля 6 и изогнутой пипетки на 50 мл соединен с двумя последовательно стоящими колбами Бунзена 7, наполненными 15 и 10 мл 3%-ного раствора перекиси водорода с добавлением трех капель бромфенолового синего (0,1%-ный раствор).

Когда все части прибора соединены, через всю систему в течение 5 мин пропускают ток  $\text{CO}_2$ , чтобы вытеснить воздух. Затем, не прекращая тока  $\text{CO}_2$ , через капельную воронку вносят 25 г испытуемого продукта, если он жидкий, и ополаскивают воронку водой; если продукт густой, то навеску его в количестве около 25 г берут в патроне из парафинированной бумаги и вводят в перегонную колбу, отделив ее от холодильника.

Затем через капельную воронку 5 в колбу 1 вливают 20 мл 10%-ной соляной кислоты и закрывают кран воронки.

Зажигают под колбой 1 горелку или включают электроплитку, не прерывая тока  $\text{CO}_2$ , который должен проходить с такой скоростью, чтобы можно было считать пузырьки газа. Через час от начала кипения приемные сосуды отсоединяют, гасят огонь и прекращают ток  $\text{CO}_2$ .

Содержимое обоих сосудов 7 сливают в одну коническую колбу емкостью 150—200 мл, промывают сосуды приемника и пипетку 2—3 раза малыми порциями воды, в ту же колбу прибавляют три капли бромфенолового синего (или фенолфталеина) и титруют образовавшуюся серную кислоту 0,01 н. раствором едкого натра до желтой окраски при бромфеноловом синем или до розовой окраски при фенолфталеине.

Общее количество  $\text{SO}_2$  в миллиграммах на 1 кг продукта  $x$  вычисляют по формуле

$$x = \frac{0,32nK \cdot 1000}{g},$$

где  $n$  — количество 0,01 н. раствора едкого натра, пошедшего на титрование отгона с перекисью водорода, мл;

$K$  — коэффициент нормальности раствора едкого натра;

$g$  — навеска продукта, г;

0,32 — количество мг  $\text{SO}_2$ , соответствующее 1 мл 0,01 н. раствора щелочи.

**Примечание.** Продажная перекись водорода иногда содержит следы серной кислоты, поэтому необходимо холостым опытом проверить, какое количество титрованного раствора едкого натра идет на взятый для окисления  $\text{SO}_2$  объем перекиси водорода, и при вычислении количества  $\text{SO}_2$  по приведенной выше формуле соответственно уменьшить количество 0,01 н. щелочи, затраченной при титровании отгона.

## Определение свободной сернистой кислоты

По ГОСТу 5431—50 свободная  $\text{SO}_2$  определяется вытеснением ее из продукта током воздуха, освобожденного от кислорода, при температуре  $40\text{--}50^\circ\text{C}$ .  $\text{SO}_2$  окисляют в  $\text{H}_2\text{SO}_4$  перекисью водорода. На рис. 42 изображена установка для определения свободной сернистой кислоты.

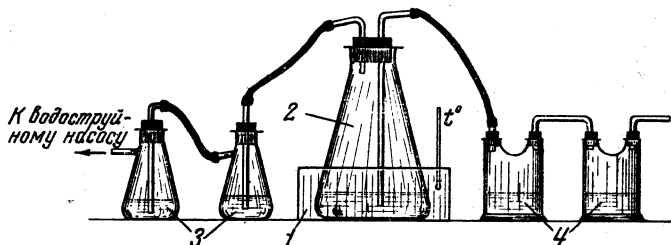


Рис. 42. Установка для определения свободной  $\text{SO}_2$ .

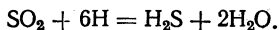
В коническую колбу 2 емкостью  $300\text{--}400$  мл вносят  $50$  г испытуемого продукта, приливают  $150$  мл дистиллированной воды и закрывают колбу пробкой с двумя трубками. К короткой трубке присоединены два приемника 3, к длинной трубке — две промывалки 4, наполненные  $25\text{--}30$  мл щелочного раствора пирогаллола ( $5$  г пирогаллола +  $100$  мл  $25\%$ -ного раствора едкого натра). В приемники 3 наливают  $15$  и  $10$  мл  $3\%$ -ной перекиси водорода. Колбу 2 ставят в ванну 1, наполненную водой, температуру которой во время испытания поддерживают около  $40\text{--}50^\circ\text{C}$ .

При помощи водоструйного насоса через всю систему в течение  $2$  ч просасывают воздух с такой скоростью, чтобы можно было сосчитать его пузырьки.

Через  $2$  ч приемники 3 отсоединяют и далее поступают так, как указано выше при определении общего количества  $\text{SO}_2$ .

### 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРНИСТОГО АНГИДРИДА БЫСТРЫМ МЕТОДОМ

Метод основан на известной реакции восстановления  $\text{SO}_2$  в  $\text{H}_2\text{S}$  водородом в момент выделения



Образующийся  $\text{H}_2\text{S}$  может быть открыт и определен, например, воздействием  $\text{H}_2\text{S}$  на свинцовую соль вследствие получения темноокрашенного  $\text{PbS}$ .

На рис. 43 показан прибор, состоящий из конической колбочки емкостью  $100$  мл с хорошо пригнанной резиновой пробкой

с отверстием, в которое вставлена стеклянная воронка, прикрытая сверху фильтровальной бумагой, смоченной 10%-ным раствором ацетата свинца и высушенной.

Данный метод не является количественным, но позволяет сказать, превышает ли в продукте содержание  $\text{SO}_2$  допустимую норму.

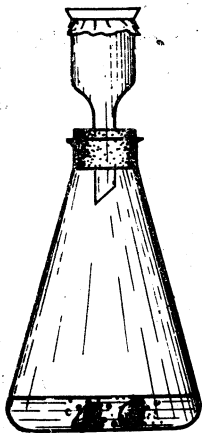


Рис. 43. Прибор для определения  $\text{SO}_2$ .

В зависимости от содержания  $\text{SO}_2$  навеска испытуемого продукта бывает различная: для пюре и пульпы навеска не превышает 0,1 г, а для готовых изделий, в которых  $\text{SO}_2$  почти отсутствует, доходит до 10 г.

а) Определение  $\text{SO}_2$  в сульфитированных пюре и пульпе.

Навеску подготовленного материала в количестве 0,1 г (хорошо пользоваться торзионными весами) вносят в коническую колбу емкостью 100 мл, приливают 5 мл дистиллированной воды и 5 мл 4%-ного раствора NaOH. Перемешав, оставляют стоять 5 мин, затем приливают 10 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:2), вносят 1—2 гранулы металлического цинка, немедленно закрывают колбу пробкой с воронкой и свинцовой бумагой и наносят на бумагу 1—2 капли дистиллированной воды.

Через 10 мин определяют характер реакции на свинцовой бумаге. Если окрашивания нет, то реакция считается отрицательной, указывающей, что содержание  $\text{SO}_2$  в продукте меньше допустимой нормы, если окрашивание слабое —  $\text{SO}_2$  около нормы, если окрашивание темное —  $\text{SO}_2$  превышает норму.

б) Определение  $\text{SO}_2$  в фруктово-ягодных начинках и корпусах конфет, в зефире и пастиле

Навеску 10 г помещают в коническую колбу емкостью 100 мл и далее поступают, как указано для пюре и пульпы, с той лишь разницей, что для начинок и корпусов конфет берут серную кислоту 1:1 и не менее 1,8 г (три гранулы) металлического цинка, а для пастилы и зефира берут серную кислоту 1:2 и цинка две гранулы (1,2 г).

При определении  $\text{SO}_2$  в начинках и корпусах конфет после внесения металлического Zn в колбу и закрытия последней воронкой с пробкой содержимое колбы подогревают в течение 10 мин на водяной бане, содержащей воду, нагретую до 70—80 °С.

Результат реакции оценивается так же, как и при фруктовом пюре и пульпе.

Навески берут после перемешивания и растирания пробы для анализа в ступке.

Результаты анализа, полученные этим методом, могут быть использованы для оперативного внутрицехового контроля производства.

### **3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА КРАСЯЩЕГО ВЕЩЕСТВА В НАТУРАЛЬНЫХ ПИЩЕВЫХ КРАСИТЕЛЯХ**

В данном случае идет речь об определении количества красящего вещества в энокрасителе — красном пищевом красителе, получаемом из выжимок темных сортов винограда, и в красителе из корня куркумы — желтом красителе.

#### **Энокраситель концентрированный**

Содержание красящего вещества (энина и энидина) определяют колориметрическим методом.

За эталон сравнения рационально принять стандартный раствор амаранта. В этом случае полученные данные о содержании красящего вещества, характеризующие качество энокрасителя могут быть использованы для расчетов при замене амаранта энокрасителем. Чтобы приготовить стандартный раствор амаранта, можно использовать продажный краситель амарант с известным содержанием красящего вещества.

Определение содержания красящего вещества в амаранте при этом следует сделать заранее, не полагаясь на показатель, указываемый в сопроводительном документе.

Такое определение выполняется следующим образом.

Навеску пасты-красителя амаранта в количестве 5—8 г растворяют в воде, нагретой до кипения, охлаждают, переносят в мерную колбу емкостью 1000 мл и разбавляют водой до метки, 100 мл полученного раствора вносят в коническую колбу емкостью 250—300 мл, плотно закрывают ее пробкой, в одно отверстие которой вставлена стеклянная трубка, проходящая почти до дна колбы, в другое отверстие вставлена короткая стеклянная трубочка, имеющая диаметр не менее 8 мм. В раствор красителя пропускают ток  $\text{CO}_2$  в течение 5 мин для вытеснения воздуха; не прекращая тока  $\text{CO}_2$ , через широкую трубку приливают в колбу 25 мл концентрированной  $\text{HCl}$  (относительная плотность 1,19), 25 мл 0,1 н. раствора хлористого олова и все кипятят до просветления жидкости. Затем, продолжая пропускать  $\text{CO}_2$ , жидкость охлаждают и титруют 0,1 н. раствором  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  в присутствии 1 мл 10%-ного раствора  $\text{KJ}$  и 2—3 мл 1%-ного раствора крахмала до появления не исчезающего голубого окрашивания.

В этих же условиях проводят холостой опыт, взяв вместо 100 мл раствора амаранта 100 мл воды.



Количество красящего вещества в амаранте ( $A\%$ ) вычисляют по формуле

$$A = \frac{(b - a) 0,0151 \cdot 100}{0,1g} = \frac{(b - a)}{g} 15,1,$$

где  $a$  — количество 0,1 н. раствора  $K_2Cr_2O_7$ , пошедшее при холостом опыте, *мл*;

$b$  — то же при титровании раствора навески, *мл*;

$g$  — навеска амаранта, *г*;

0,0151 — количество амаранта, соответствующее 1 *мл* 0,1 н.  $K_2Cr_2O_7$ .

*Пример.* Взята навеска порошкообразующего красителя амаранта 3,1186 *г*. Определить содержание красящего вещества в амаранте.

При холостом опыте пошло 8,7 *мл* 0,1 н. раствора  $K_2Cr_2O_7$ , а при титровании раствора амаранта — 23,8 *мл*.

$$\frac{(23,8 - 8,7) 0,0151 \cdot 100}{0,1 \cdot 3,1186} = \frac{(23,8 - 8,7)}{3,1186} 15,1 = 73,5\%.$$

В соответствии с данными о содержании красящего вещества, полученными, как указано в примере, готовят стандартный раствор таким образом, чтобы в 1 *мл* раствора содержалось 0,3675 *мг* красящего вещества. Затем из этого раствора путем точного разведения готовят растворы различной концентрации, определяют их оптическую плотность на фотозлектроколориметре ФЭК-56, используя кювету 0,1 *см* при зеленом светофильтре.

В табл. 13 приводятся значения оптической плотности, в зависимости от разведения амаранта, которыми можно пользоваться для определения содержания красящего вещества в энокрасителе.

Таблица 13

Оптическая плотность растворов амаранта в воде

Разведение стандартного раствора водой, <i>мл</i>	Количество красящего вещества, <i>мкг</i> в 1 <i>мл</i> раствора	Оптическая плотность $\epsilon_{0,1}$	Разведение стандартного раствора водой, <i>мл</i>	Количество красящего вещества, <i>мкг</i> в 1 <i>мл</i> раствора	Оптическая плотность $\epsilon_{0,1}$
50+0	367,5	0,89	20+30	147,0	0,36
45+5	330,7	0,81	15+35	110,2	0,31
40+0	294,0	0,73	10+40	73,5	0,21
36+15	257,0	0,63	5+45	36,7	0,105
30+20	220,5	0,55	1+49	7,4	0,024
25+25	183,7	0,48			

По этим данным можно построить калибровочную кривую, откладывая по оси абсцисс количество амаранта в *мкг/мл*, а по оси координат — оптические плотности (рис. 44).

Определение содержания красящего вещества в энокрасителе проводят следующим образом.

Отмеривают при помощи пипетки в мерную колбу на 250 мл 2 мл концентрированного энокрасителя, прибавляют 10 мл концентрированной HCl, разбавляют водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность полученного раствора на ФЭКе при зеленом светофильтре в кювете 0,1 см. По калибровочной кривой находят, скольким мкг (в 1 мл) красящего вещества соответствует измеренная величина оптической плотности.

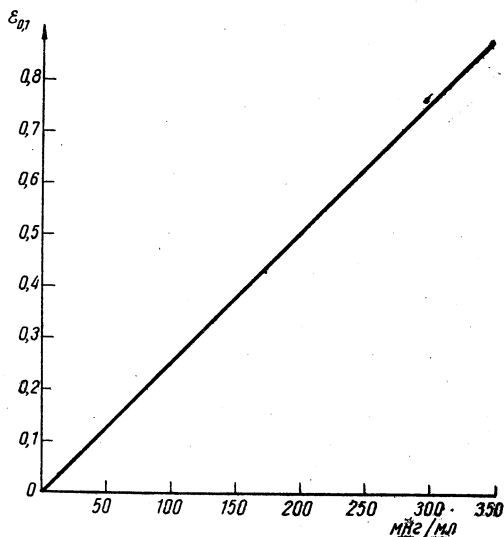


Рис. 44. Калибровочная кривая для определения количества красящего вещества в энокрасителе.

Расчет содержания красящего вещества амаранта в энокрасителе ( $x$ ) ведут по формуле:

$$x = \frac{aV_1}{V_2},$$

где  $a$  — количество красящего вещества, найденное по калибровочной кривой, г/л;

$V_1, V_2$  — соответственно объемы мерной колбы и энокрасителя, взятые для анализа.

*Пример.* 2 мл концентрированного энокрасителя и 10 мл концентрированной HCl разбавлены водой до метки в мерной колбе на 250 мл.

Оптическая плотность данного раствора оказалась равной 0,840.

Этой оптической плотности соответствует концентрация красящего вещества 340 мкг/мл, или 0,34 г/л.

Содержание красящего вещества

$$\frac{0,34 \cdot 250}{2} = 42,5 \text{ г/л.}$$

## Куркума (спиртовой экстракт)

Количество красящего вещества в этом желтом красителе определяют по методу, применяемому для определения провитамина А.

Метод основан на колориметрировании раствора красителя по стандартному раствору, содержащему 360 мг трижды перекристаллизованного  $K_2Cr_2O_7$  в 1000 мл воды, 1 мл этого раствора соответствует по окраске 2,08 мкг/мл каротина (желтое красящее вещество куркумы относится к органическим соединениям, называемым каротиноидами).

Колориметрирование проводят на фотоэлектроколориметре при сине-фиолетовом светофильтре.

Чтобы построить калибровочную кривую, стандартный раствор отмеривают из бюретки в количестве 45, 40 и т. д. мл в мерную колбу емкостью 50 мл и каждый раз разбавляют спиртом до метки. В полученных растворах определяют оптическую плотность  $\epsilon$ , наполняя кювету толщиной слоя 1 см.

В табл. 14 приведены данные разведения стандартного раствора и соответственно оптической плотности, которыми можно пользоваться при определении количества красящего вещества.

Таблица 14  
Оптическая плотность растворов  $K_2Cr_2O_7$  различного разведения и растворов каротина соответствующих концентраций

Разведение стандартного раствора спиртом, мл	Содержание $K_2Cr_2O_7$ , мкг в 1 мл раствора	1 мл раствора соответствует количеству каротина, мкг	Оптическая плотность $\epsilon_{1,0}$
50+0	360	2,08	0,307
45+5	324	1,87	0,281
40+10	288	1,66	0,260
35+15	252	1,46	0,226
30+20	216	1,25	0,199
25+25	180	1,04	0,159
20+30	144	0,83	0,134
15+35	108	0,62	0,104
10+40	72	0,42	0,084
5+45	36	0,21	0,035

На рис. 45 показана калибровочная кривая, которой можно пользоваться при определении красящего вещества в красителе из куркумы на ФЭК-М.

Чтобы определить количество красящего вещества в красителе из куркумы, берут микропипеткой 0,1 мл красителя и разводят его спиртом в мерной колбе на 100 мл до метки. Полученный раствор колориметрируют на ФЭКе, определяют величину оптической плотности и по калибровочной кривой находят

соответствующее содержание красящего вещества в  $\text{мкг/мл}$ , после чего вычисляют содержание красящего вещества красителя  $x$  по формуле

$$x = \frac{n \cdot 100 \cdot 1000}{0,1 \cdot 1000 \cdot 1000} = n \text{ г/л.}$$

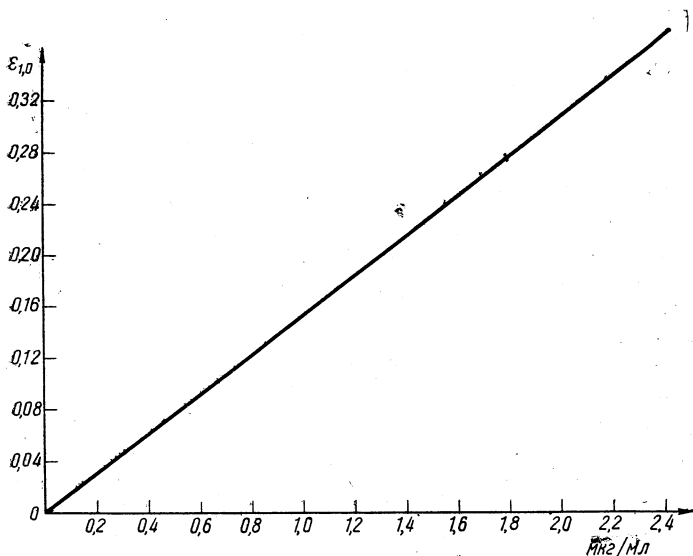


Рис. 45. Калибровочная кривая для определения количества красящего вещества в куркуме по каротину.

При указанном разведении количество красящего вещества в  $\text{мкг}$ , найденное по калибровочной кривой, численно равно количеству красящего вещества в  $\text{г/л}$  красителя.

# Раздел второй

## ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ТЕХНОХИМИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ В ЦЕХАХ КОНДИТЕРСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ

Сырье и вспомогательные материалы, прежде чем подаются в цех, подвергаются всесторонним испытаниям — органолептическим, качественным и количественным — в центральной лаборатории фабрики. Эта же лаборатория периодически проверяет качество готовых изделий. Постоянный контроль технологических процессов и готовых изделий в основном входит в функции цеховой лаборатории.

При действенном и всеобъемлющем технохимическом контроле попадание в цех недоброкачественного сырья и вспомогательных материалов исключено; благодаря этому цеховые лаборатории освобождаются от многих исследований сырья и большее внимание обращают на контроль технологических процессов и полуфабрикатов по главнейшим участкам производства и тем самым обеспечивают доброкачественность и стандартность готовой продукции, снижение потерь, отходов и брака.

Ниже мы даем схемы внутрицехового контроля по отраслям кондитерского производства. Дополнительно к схемам помещаем сведения по методам контроля, имеющим специальное значение.

### Глава I

#### ПРОИЗВОДСТВО КАРАМЕЛИ

Физико-химические и органолептические свойства карамели зависят в основном от качества сырья, поступившего в цех, от соблюдения рецептурных дозировок и от правильности проведения технологических процессов.

Сырье, поступающее в цех с общефабричного склада, уже проверенное центральной лабораторией, в основном подвергается в цехе органолептическому контролю при одновременной проверке на наличие посторонних примесей; химические же показатели сырья (влажность, содержание редуцирующих веществ и общего сахара, кислотность, содержание жира и т. д.) принимаются по данным центральной лаборатории.

# 1. ГЛАВНЕЙШИЕ УЧАСТКИ ПРОИЗВОДСТВА ПОДЛЕЖАЩИЕ КОНТРОЛЮ, И МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

Таблица 15

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
1. Сырье и вспомогательные материалы, поступающие в цех	Каждая поступающая партия	Вкусовые свойства	Органолептический	
Варка карамельного сиропа	Содержание посторонних (механических) примесей главным образом в сахаре, в фруктово-ягодном пюре	Содержание сухих веществ	Растворение сахара-песка в воде и просмотр осадка; отмучивание пюре с водой	Стр. 46
2. Сахаро-паточный сироп	3—4 раза в смену	То же	В патоке, пюре, подварах и повидле — рефрактометром	Стр. 46
3. Инвертный сироп	Каждая изготовленная партия	Содержание редуцирующих веществ	Рефрактометром	Стр. 81—82, 88—90
4. Карамельный сироп на инверте с уменьшенным количеством патоки	8—10 раз в смену	Содержание сухих веществ	Ускоренный меднощелочной или феррицианидный метод	Стр. 46
Варка карамельной массы	Каждая изготовленная партия	Содержание редуцирующих веществ	Рефрактометром	Стр. 85, 95
5. Карамельная масса на патоке	Не реже 3—4 раз в смену	Содержание сухих веществ	См. п. 2, сахаро-паточный сироп	Стр. 46
	Содержание редуцирующих веществ	Содержание сухих веществ	Рефрактометром	Стр. 46
	Содержание редуцирующих веществ	Содержание сухих веществ	См. п. 2, сахаро-паточный сироп	Стр. 46
	Содержание редуцирующих веществ	Содержание сухих веществ	Метод И. С. Лурье или рефрактометром	Стр. 54, 46
	Содержание редуцирующих веществ	Содержание редуцирующих веществ	Ускоренный меднощелочной или феррицианидный метод	Стр. 81—82, 88—90

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
6. Карамельная масса с уменьшенным количеством патоки и на инверте	3—4 раза в неделю	Содержание сухих веществ	Прибором ИВКМ-Ф или рефрактометром	Стр. 54, 46
7. Фруктово-ягодные Начинки	Каждая изготовленная партия	Содержание редуцирующих веществ	См. п. 5 карамельная масса на патоке	Стр. 46
8. Ликерные	То же	Содержание сухих веществ	Рефрактометром Органолептический	Стр. 46
9. Помадные сахарные	То же	Содержание сухих веществ	Рефрактометром (до введения алкоголя)	Стр. 81—82, 88—90
10. Помадные молочные, марципановые	При непрерывном процессе не менее 2 раз в смену При периодическом каждая партия	Содержание сухих веществ	Ускоренный медноцеллюлозной или феррицианидный метод	Стр. 46, 31
11. Прочие начинки	Каждая изготовленная партия То же	То же »	Рефрактометром, если отсутствует алкоголь; в противном случае — сушка с песком при 130 °С Сушка при 130 °С с песком или по Кульману То же Примечания. 1. Все начинки подвергаются органолептическому контролю	Стр. 31

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
Готовая карамель	Не менее 3 раз в смену по каждому сорту	Соотношение оболочки (рубашки) и начинки	2. Сушка при 130 °С может быть заменена сушкой в приборе Чижовой по способу ВНИИКП	Стр. 31—65
		Кислотность	Отделение оболочки от начинки, если это возможно; косвенный метод	Стр. 181
		Число штук в 1 кг	Объемный метод в сортах, в которых кислотность нормирована ГОСТом или РТУ и предусмотрена рецептурной закладкой кислоты	Стр. 124—125
		Содержание механических примесей	Счет и взвешивание	
		Вкусовые свойства	Просмотр и растворение в воде с последующим отмучиванием, если это требуется	
			Органолептический	



Контролируют не все участки, а лишь наиболее ответственные: варку карамельного сиропа, карамельной массы, начинок. На этих участках в основном контролируется содержание редуцирующих веществ (в карамельном сиропе и карамельной массе) и сухих веществ (в карамельном сиропе, карамельной массе и в начинках). В готовой карамели цеховая лаборатория определяет соотношение оболочки и начинки, кислотность, число штук в 1 кг и механические примеси.

Особое внимание цеховые лаборатории уделяют контролю дозировок и правильности рецептурных закладок сырья и полуфабрикатов.

Кроме перечисленных анализов, в задачу цеховой лаборатории входит расчет и контроль дозировок кислоты и соды при изготовлении инвертного сиропа, контроль дозировки этого сиропа при уменьшении количества патоки в рецептуре и т. д. Описание методов расчета и некоторых анализов дается после табл. 15, систематизирующей контроль карамельного производства по его участкам.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВ СОЛЯНОЙ КИСЛОТЫ И СОДЫ, ТРЕБУЮЩИХСЯ ДЛЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ИНВЕРТНОГО СИРОПА

Для инверсии применяется химически чистая соляная кислота.

Соляную кислоту берут из расчета 0,03% HCl к массе растворенного в воде сахара.

Чтобы знать точное количество соляной кислоты, определяют заранее ее плотность и по табл. X (Приложение) находят концентрацию HCl, после чего, зная количество растворенного сахара, вычисляют объем кислоты в миллилитрах, который надо взять для инверсии.

При этом следует учитывать также щелочность воды и сахара. Щелочность удобнее всего определить по готовому сахарному сиропу, взяв его в количестве 100 г и протитровав 0,1 н. соляной кислотой с метилоранжем.

В практике для инверсии применяют соляную кислоту, содержащую ~10% HCl.

Когда инверсия закончится (примерно через 30 мин при 90 °С), добавляют для нейтрализации кислоты ~10%-ный раствор двууглекислой соды из такого расчета, чтобы было нейтрализовано 90% всей кислоты, взятой для инверсии.

*Пример.* 200 кг сахара растворено при нагревании в 50 л воды, готовый сироп содержит около 80% сухих веществ.

Соляная кислота, взятая для инверсии, имеет плотность 1,179 при 20 °С, что по табл. X (Приложение) соответствует 42,44 г HCl в 100 мл.

При титровании 100 г сахарного сиропа пошло 1,1 мл 0,1 н. соляной кислоты, поправочный коэффициент которой равен 1.

а) Сколько надо взять *мл* концентрированной соляной кислоты, чтобы приготовить раствор<sup>1</sup>, содержащий 10 г HCl в 100 *мл*

$$\frac{100 \cdot 10}{42,44} = 23,5 \text{ мл.}$$

Готовим 5 л раствора (с запасом), для чего надо взять  $23,5 \cdot 10 \cdot 5 = 1175$  *мл* соляной кислоты (плотность 1,179).

б) Сколько этого раствора соляной кислоты пойдет на нейтрализацию щелочности сахарного сиропа, если на 100 г последнего пошло 1,1 *мл* 0,1 н. раствора HCl?

Общий вес сахарного сиропа около 250 кг; на его нейтрализацию требуется

$$0,00365 \cdot 1,1 \cdot 10 \cdot 250 = 10,04 \text{ г HCl,}$$

здесь 0,00365 — количество граммов хлористого водорода в 1 *мл* 0,1 н. раствора HCl.

Этому количеству соответствуют

$$\frac{10,04 \cdot 100}{10} = 100,4 \text{ мл } 10\% \text{-ного раствора HCl.}$$

в) Сколько всего потребуется 10%-ной соляной кислоты для инверсии с учетом щелочности воды и сахара?

Для инверсии сахара, взятого в количестве 200 кг, потребуется отмерить 10%-ной соляной кислоты:

$$\frac{200 \cdot 0,03 \cdot 10}{100} = 0,6 \text{ л, или } 600 \text{ мл,}$$

а с учетом нейтрализации щелочности воды и сахара

$$600 + 100,4 \approx 700 \text{ мл } 10\% \text{-ной соляной кислоты.}$$

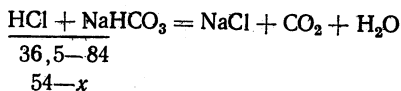
г) Сколько надо взять двууглекислой соды, чтобы приготовить 5 л раствора, содержащего 10 г соды в 100 *мл* (10%-ный раствор)

$$10 \cdot 10 \cdot 5 = 500 \text{ г.}$$

д) Сколько потребуется миллилитров 10%-ного раствора соды, чтобы нейтрализовать 90% кислоты, взятой для инверсии?

На инверсию пошло 600 *мл* 10%-ного раствора соляной кислоты, содержащей 60 г HCl; нейтрализовать надо  $60 \cdot 0,9 = 54$  г.

Количество соды, необходимое для нейтрализации этого количества кислоты, определим по уравнению



$$x = \frac{84 \cdot 54}{36,5} = 124 \text{ г NaHCO}_3.$$

Для нейтрализации берем 1240 *мл* 10%-ного раствора двууглекислой соды.

<sup>1</sup> В связи с тем, что практически удобнее не взвешивать растворы кислоты и соды, а отмеривать их объемы, мы в данном примере расчета условно называем десятипроцентными растворы, содержащие в 100 *мл* 10 г HCl или NaHCO<sub>3</sub>.

### 3. ДОЗИРОВКА ИНВЕРТНОГО СИРОПА ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ КАРАМЕЛЬНОЙ МАССЫ С УМЕНЬШЕННЫМ КОЛИЧЕСТВОМ ПАТОКИ ИЛИ БЕЗ ПАТОКИ

Практически при 70% редуцирующих веществ в инвертном сиропе, содержащем в среднем 80% сухих веществ, при изготовлении карамели без патоки (на одном инверте) вводят 31 кг инвертного сиропа на 100 кг сахара.

При таком положении готовая карамельная масса с учетом максимального нарастания инверта в количестве 5% будет содержать около 21,5% редуцирующих веществ.

Если инвертный сироп содержит большее количество редуцирующих веществ (например, 75%) или если при неаккуратной нейтрализации соляной кислоты кислотность инверта будет превышена, то содержание редуцирующих веществ может превысить норму и карамель будет нестандартной.

Более правильно дозировать инвертный сироп исходя из содержания редуцирующих веществ в нем и учитывая существующие условия в карамельном цехе, позволяющие иметь определенную величину нарастания инверта при варке карамельной массы.

Надо иметь в виду, что при подкислении карамельной массы количество редуцирующих веществ также увеличивается (иногда до 1%).

Единую норму дозировки инвертного сиропа из расчета на 100 кг сахара дать трудно, так как содержание редуцирующих и сухих веществ в патоке и особенно в инвертном сиропе подвержено колебаниям; также не всегда и везде одинаково нарастает инверт. Приходится придерживаться некоторых средних показателей, а именно:

	Сухие вещества, %	Редуцирующие вещества, %
Патока . . . . .	78	31,2
Инвертный сироп . . . . .	80—85	70—75
Карамельная масса . . . . .	97	18—22

Пользуясь графиком (рис. 46), составленным по этим данным, можно при любом соотношении сахара и патоки определить, сколько потребуется инвертного сиропа для возмещения недовложенного количества патоки при том или ином нарастании инверта.

Как пользоваться графиком, покажем на следующих примерах  
 1. Предполагается готовится карамель с 20 кг патоки на 100 кг сахара. Нарастание инверта 4%. Карамель должна содержать 20% редуцирующих веществ. Сколько надо взять инвертного сиропа?

Из 20% вычитаем 4%. На вертикальной оси через точку, соответствующую 16%, проводим горизонтальную линию до пересечения с прямой III и из точки пересечения опускаем перпендикуляр на горизонтальную ось, где читаем отсчет. В данном случае он равен 21,2 кг инверта.

2. Сколько в готовой карамели будет редуцирующих веществ, если взять 30 кг инвертного сиропа на 100 кг сахара и приготовить карамель без патоки, при нарастании инверта 5%?

Из отметки 30 на горизонтальной оси восстанавливаем перпендикуляр до пересечения с прямой V и проводим горизонтальную линию до пересечения с вертикальной осью. В точке пересечения читаем цифру 17,3%, прибавляем 5% и получаем общее содержание редуцирующих веществ 22,3%.

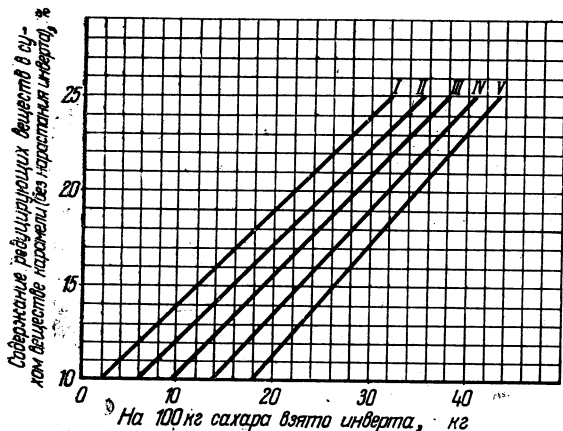


Рис. 46. Графический способ определения количества инвертного сиропа при изготовлении карамели с уменьшенным количеством патоки. На 100 кг сахара взято патоки:

I—40 кг; II—30 кг; III—20 кг; IV—10 кг; V—0 кг.

#### 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СООТНОШЕНИЯ ОБОЛОЧКИ И НАЧИНКИ В КАРАМЕЛИ С НАЧИНКОЙ

Различают два способа определения: прямой и косвенный.

Прямой способ основан на отделении механическим путем начинки от рубашки карамели и взвешивании разделенных частей.

Для этого следует отвесить на технических весах с точностью до 0,1 г не менее 10 шт. карамели, осторожно разделить и взвесить одну из составных частей. Результат выражается в процентах.

Этот способ неточный и часто может давать неверные результаты, так как не всегда возможно в совершенстве отделить одну составную часть от другой.

При косвенном способе определяется какой-нибудь химический показатель порознь в составных частях продукта и в целом продукте, после чего путем расчета вычисляется соотношение составных частей.

Способ заключается в следующем. Из составленной средней

пробы берут три порции, состоящие каждая не менее чем из 10 шт. изделий.

Первую порцию тщательно измельчают в однородную массу и сейчас же помещают в бюксу или банку, герметически закрывающуюся пробкой (для предохранения от увлажнения или высухания; проба I).

Во второй порции острым скальпелем или ножом осторожно (не затрагивая начинки) снимают с поверхности изделия покрытие, немедленно помещая счистки в бюксу с притертой пробкой. Содержимое бюксы хорошо измельчают и временно хранят в той же бюксе (проба II).

В третьей порции карамель осторожно вскрывают и собирают в бюксу начинку, не затрагивая оболочки (проба III).

После этого в пробах I, II и III определяют (в %) какой-нибудь количественный показатель: влажность или сухие вещества, редуцирующий сахар, общий сахар, жир и т. п.

Вычисление соотношения составных частей продукта в данном случае производят исходя из следующих расчетов.

Предположим, что соотношение составных частей продукта определяется по содержанию редуцирующих веществ в подготовленных пробах I, II и III.

Пусть получено следующее содержание редуцирующих веществ (в %):

в пробе I (целое изделие) —  $c$ ,

в пробе II (оболочка) —  $a$ ,

в пробе III (начинка) —  $b$ .

Количество (в %):

оболочки —  $x$ ,

начинки —  $y$ .

На основе этих данных составляем два уравнения с двумя неизвестными:

$$x + y = 100;$$

$$ax + by = 100c.$$

Решая эти уравнения относительно  $y$ , находим содержание начинки (в %)

$$y = \frac{100(c - a)}{b - a}.$$

*Пример.* Количество редуцирующих веществ (в %) найдено:

в оболочке карамельной массы (II)	19,1
в начинке (III)	51,3
в целой карамели (I)	29,9

Содержание начинки

$$y = \frac{100(29,9 - 19,1)}{(51,3 - 19,1)} = \frac{1080}{32,2} = 33,5\%.$$

## Глава II

### ПРОИЗВОДСТВО МЯГКИХ КОНФЕТ И ИРИСА

Сырье, поступающее для изготовления конфет, в цехе в основном проходит органолептический контроль, если оно подвергалось соответствующему контролю в центральной лаборатории при поступлении на фабрику. В отдельных случаях, как, например, при изготовлении желейных корпусов конфет, контролируются сухие вещества фруктового пюре и его кислотность. В молоке проверяется только кислотность.

По участкам производства — приготовление помады, фруктовых, марципановых, пралиновых и прочих масс, помимо органолептического контроля, проверяется содержание сухих и редуцирующих веществ.

Готовые изделия контролируют в основном на содержание сухих веществ, соотношение глазури и корпуса в глазированных конфетах, наличие механических примесей и число штук в 1 кг. В ирисе определяется еще количество редуцирующих веществ.

Помимо указанных обычных определений, особенно там, где нет центральной лаборатории, приходится контролировать содержание общего сахара в сгущенном молоке, так как по ГОСТу на сгущенное молоко нормируется только содержание сахарозы.

Шоколадную глазурь для глазировки конфет необходимо контролировать на вязкость, так как от вязкости зависит правильное соотношение между корпусом и глазурью. Ниже приводится описание метода определения вязкости шоколадной глазури, а также метода определения соотношения корпуса и глазури в конфетах.

В табл. 16 перечисляются главнейшие участки производства мягких конфет и ириса с указанием количества анализов, проводимых за смену, и рекомендуемых методов контроля.

После таблицы дается описание отдельных методов контроля, которые выполняются несистематически или которые не попали в раздел общих методик по своей специфичности.

1. ГЛАВНЕЙШИЕ УЧАСТКИ ПРОИЗВОДСТВА МЯГКИХ КОНФЕТ И ИРИСА, ПОДЛЕЖАЩИЕ КОНТРОЛЮ, И МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ  
Таблица 16

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
<p>Сырье, поступающее в цех</p> <p>1. Сахар-несок</p>	<p>Каждая поступившая партия</p>	<p>Производство мягких конфет</p>	<p>Органолептический</p>	
<p>2. Патока</p>	<p>Каждая бочка; если же патока подается на-сосом, то периодически, но не реже 3 раз в смену</p>	<p>Запах, вкус Содержание механических примесей (песок, окалина, засоренность) Запах, вкус Содержание сухих веществ</p>	<p>Растворение в воде и просмотр осадка, если он образуется Органолептический Рефрактометром</p>	Стр. 46
<p>3. Фруктово-ягодные заготовки вкуссовые добавки</p>	<p>Каждая поступившая партия</p>	<p>Запах, вкус, консистенция, цвет</p>	<p>Органолептический (запах и вкус, если заготовки сульфитированы, определяют после десульфитации) Органолептический</p>	
<p>основа для мармеладно-желейных корпусов</p>	<p>Каждая партия по каждому сорту</p>	<p>Запах и вкус  Содержание сухих веществ</p>	<p>Пюре рефрактометром, прочие заготовки — сухой с песком</p>	Стр. 46, 31

Продолжение табл. 16

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
4. Ядра орехов и миндаля	Каждая партия, поданная в цех	Кислотность Определение прочности студня	Во всех случаях, где, нельзя применять рефрактометр, можно пользоваться прибором Чижовой	Стр. 124, 125 Стр. 193
5. Молоко цельное	Каждая партия, поданная в цех	Вкус, запах и прочие качественные показатели (наличие гнилых, горьких и т. п.) Кислотность	Титрование Уваривание с сахаром и испытание прочности структуры студня Органолептический	Стр. 124, 125
6. Молоко стуженное и сухое, сливочное масло, гидрожир, растительное масло	Каждая партия, поступившая в цех	Вкусовые свойства То же	Титрование 100 мл молока 0,1 н. раствором едкой щелочи с фенолфталеином Органолептический	Стр. 124, 125
Приготовление помады	Каждая партия, поступившая в цех	Вкус, запах, консистенция, структура	»	Стр. 46
7. Помада-полуфабрикат	Не менее 2 раз в смену	Содержание сухих веществ Содержание редуцирующих веществ	Рефрактометром Ускоренный меднощелочной или феррицианидный метод	Стр. 81—82, 88—90



Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
<p>Формование помидорных корпусов</p> <p>8. Помидорные корпусы</p>	<p>Не менее 2 раз в смену (если помидор-полуфабрикат не была проконтролирована) для каждого сорта</p>	<p>Вкусовые свойства, структура, консистенция</p> <p>Содержание сухих веществ</p>	<p>Органолептический</p> <p>Рефрактометрический метод для помидов, не содержащей спирта, молока, жира. Высушивание при 130 °С с песком для всех прочих помидорных корпусов или на приборе Цижовой</p> <p>См. п. 7, помидор-полуфабрикат</p>	<p>Стр. 46, 31</p>
<p>Варка фруктовых масс и формовка их</p> <p>9. Желейно-мармеладная масса и отформованные корпусы</p>	<p>1—2 раза в смену по каждому сорту</p>	<p>Вкус, запах, консистенция, структура</p> <p>Содержание сухих веществ</p> <p>Содержание редуцирующих веществ</p>	<p>Органолептический</p> <p>Рефрактометром, если отсутствует спирт. При наличии спирта — высушивание с песком при 130 °С или на приборе Цижовой</p> <p>Ускоренный метод — лочной или феррицианидный метод</p>	<p>Стр. 46, 31</p> <p>Стр. 81—82, 88—90</p>

Продолжение табл. 16

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
<p>Приготовление пралине и марципановых масс и корпусов</p> <p>10. Масса или корпус</p>	<p>Каждая партия по сортам</p>	<p>Вкус, запах, консистенция</p>	<p>Органолептический</p>	
<p>Приготовление сбивных и ликерных корпусов</p> <p>11. Масса или корпус</p>	<p>1—2 раза в смену по каждому сорту</p>	<p>Содержание сухих веществ</p> <p>Вкусовые свойства</p>	<p>Рефрактометром, если нет спирта. При наличии спирта — сушка с песком при 130 °С; сбивные — на приборе Чижовой</p> <p>Органолептический</p>	<p>Стр. 46, 31, 63</p>
<p>Готовые изделия</p> <p>12. Открытые и глазированные конфеты</p>	<p>Не реже 1 раза в смену по каждому сорту</p>	<p>То же</p> <p>Содержание сухих веществ</p> <p>Соотношение глазури и корпуса</p>	<p>»</p> <p>В открытых изделиях в зависимости от состава: рефрактометрический, пикнометрический, сушка при 130 °С или на приборе Чижовой</p> <p>Взвешивание определенного количества корпусов до и после глазировки или косвенный способ</p>	<p>Стр. 191</p>

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
1. Сахар, пагока, жиры, молоко	Не менее 1 раза в смену по каждому сорту	Содержание механических примесей Число штук в 1 кг	Просмотр и растворение в воде с отлучиванием Счет и взвешивание	Стр. 81—82, 88—90
2. Молочный сироп	Не менее 1 раза в смену по каждому сорту	Производство ириса См. «Мягкие конфеты» Вкусовые свойства	Органолептический »	Стр. 31, 63
3. Готовые изделия	Каждый сорт не реже 1 раза в смену	Вкусовые свойства, внешний вид и пр. Содержание сухих веществ Содержание редуцирующих веществ Содержание механических примесей Число штук в 1 кг	Сушка с песком при 130 °С с предварительным увлажнением или на приборе Чижовой Медношелочной или феррицианидный метод См. «Мягкие конфеты» Счет и взвешивание	Стр. 81—82, 88—90

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО САХАРА В СГУЩЕННОМ МОЛОКЕ С САХАРОМ

Сгущенное молоко с сахаром содержит 27—30% влаги, 12,5—15% молочного сахара и 36—40% сахарозы, так что общее содержание сахара в сгущенном молоке в среднем 48,5—55%.

РТУ на ирис предусматривает норму содержания общего сахара в ирисе не более 75% в пересчете на сахарозу. Поэтому необходимо систематически проверять в сгущенном молоке содержание не только редуцирующих веществ (молочного сахара), но и общего сахара.

Определение общего и редуцирующего сахара при контроле сгущенного молока может быть выполнено йодометрическим и другими методами определения сахаров (стр. 75).

## 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЯЗКОСТИ ШОКОЛАДНОЙ ГЛАЗУРИ

Характеристика жидкости (густая, жидкая, легкая, тяжелая) органолептическим методом в практике весьма распространена. Существует несколько способов органолептических исследований вязкости: по сопротивлению жидкости при размешивании, по встряхиванию сосуда с жидкостью и наблюдению за скоростью успокоения ее поверхности, по виду струи при переливании жидкости через край сосуда и, наконец, по растеканию жидкости, налитой на гладкую поверхность. Но все эти методы слишком грубы и не могут точно характеризовать зависимость явлений от степени вязкости той или иной жидкости. Так, например, при глазировании конфетных корпусов расход шоколадной глазури в значительной степени зависит от ее вязкости; при повышенной вязкости глазури слой шоколада на корпусах конфет будет слишком толстым, а при пониженной при всех прочих равных условиях (температура, дутье воздуха и прочее) — слой глазури на поверхности конфет будет слишком тонким. Все эти обстоятельства заставляют измерять тем или иным способом вязкость шоколадной массы, выражая ее в определенных единицах, с тем, чтобы эту вязкость можно было точно регулировать.

Приборов для измерения вязкости жидкостей (в данном случае разогретой шоколадной массы) много.

Мы не будем останавливаться на теоретической стороне метода определения вязкости, укажем только, что она выражается по Международной системе единиц (СИ) в  $n \cdot \text{сек}/\text{м}^2$ . Эта единица в 10 раз крупнее употребляемой до настоящего времени единицы для измерения динамической вязкости — пуаз.

Практически при измерениях очень часто пользуются относительной вязкостью, т. е. величиной, доказывающей, во сколько раз вязкость данной жидкости больше вязкости воды. Отно-

сительная вязкость может быть определена по количеству времени, требующемуся, например, для истечения определенного объема испытуемой жидкости и воды через одно и то же отверстие при одной и той же температуре.

Нашедший практическое применение в кондитерской промышленности вискозиметр В. А. Реутова, схематическое устройство которого изображено на рис. 47, представляет собой

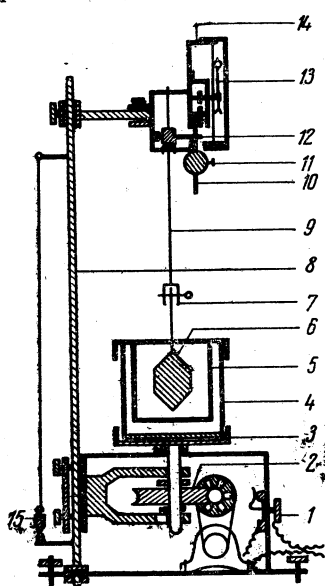


Рис. 47. Схема устройства вискозиметра В. А. Реутова.

металлический стакан с двойными стенками 4—5 для помещения исследуемой шоколадной массы, установленный на металлической подставке 3, которая при помощи редуктора 2 приводится во вращение от электродвигателя со скоростью 20 об/мин через реостат 1. В стакане свободно подвешен металлический цилиндрический валок 6, верх и низ которого имеют форму конуса. Стержень валика подвижно укреплен в вилке 7 посредством шпильки. Валик со стержнем может быть легко удален из стакана при вынимании шпильки. Вилка 7 прикреплена к стержню 9, верхний конец которого проходит через муфту с металлическим пальцем 12, входящим в коробку 14 с измерительным механизмом.

Измерительный механизм состоит из малой зубчатой шестеренки, на оси которой насажена стрелка 13 шкалы; малую шестеренку двигает шестерня большего диаметра, вырезанная в виде сектора. В нижней части этого сектора присоединена пластинка 10 с подвижным грузом в виде шара 11. Коробка 14 с измерительным механизмом укреплена на штативе 8.

Принцип действия вискозиметра заключается в том, что исследуемая густая масса при вращении стакана сообщает вращательное усилие погруженному в нее валику. Это усилие заставляет палец 12 отклонять пластинку 10 с грузом 11 от вертикального положения до тех пор, пока сила тяжести, действующая на груз 11, не уравнивает это усилие. Отклонение пластинки с грузом от вертикали вызовет вращение зубчатых шестерен, в результате чего стрелка 13 отклонится на соответствующий угол.

Прибор градуирован по стандартной жидкости с известной вязкостью.

Для сообщения и поддержания нужной температуры в про-

странство между стенками 4—5 стакана наливается вода требуемой температуры. Перед определением прибор точно устанавливают по отвесу 15.

#### 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ГЛАЗУРИ И КОРПУСА В КОНФЕТАХ, ГЛАЗИРОВАННЫХ ШОКОЛАДОМ

Простой способ определения процентного содержания шоколадной глазури в конфетах заключается в следующем. Взвешивают несколько десятков корпусов конфет, предназначенных для глазирования, пропускают через глазировочную машину, отметив эту порцию каким-либо условным знаком, например сделав разрыв в потоке идущих по полотну корпусов; заглазированную порцию снимают с конвейера в месте съема глазированных конфет и взвешивают.

Процент шоколадной глазури  $x$  вычисляют по формуле

$$x = \frac{(b - a) 100}{b},$$

где  $a$  — вес корпусов до глазирования, г;  
 $b$  — вес корпусов после глазирования, г.

*Пример.* Для определения процента глазури в конфетах «Серенада» было взято 200 корпусов этих конфет; масса их оказалась равной 2060 г. После глазировки вес конфет был равен 2750 г. Определим процент глазури в этих конфетах ( $x$ ):

$$x = \frac{(2750 - 2060) 100}{2750} = 25,1 \%$$

При определении количества глазури в конфетах с жидкими начинками (кремовые, ликерные), изготовляемых на фигурном автомате, прибегают к косвенному методу (стр. 181).

#### 5. ЗАМЕНА РАЗЛИЧНЫХ ВИДОВ МОЛОКА

В производстве часто приходится заменять один вид молока другим. В табл. 17 приводятся данные для этой замены.

Таблица 17

Пересчет одного вида молока в другой (в кг) (по содержанию сухого обезжиренного остатка молока)

натуральное	Молоко цельное			Молоко обезжиренное	
	сухое	сгущенное с сахаром	блочное	сухое	сгущенное с сахаром
100	13,6	37,2	30,8	9,3	33,0
734,8	100	273,6	226,3	68,1	242,3
268,5	36,5	100	82,7	64,9	88,5
324,7	44,2	120,9	100	30,1	107,0
1079,0	146,8	401,7	332,2	100	355,6
303,4	41,3	113,0	93,4	28,1	100

В этой таблице замена 100 вес. ч. любого вида молока другим производится по горизонтали. Например, 100 кг сухого цельного молока можно заменить 734,8 кг цельного молока, 273,4 кг сгущенного цельного с сахаром (с учетом содержания сахара) или 68,1 кг сухого обезжиренного с добавлением жира.

При замене одного вида молока другим необходимо вносить в рецептуры соответствующие корректировки жира и сахара; данные для этого приведены в табл. 18.

Таблица 18

Содержание сахарозы и жира в молоке (в кг)

Количество молока, кг	Жиры в молоке				Сахарозы в молоке		
	натуральном	сухом цельном	сгущенном цельном	блочном цельном	сгущенном цельном	блочном цельном	сгущенном обезжиренном
1	0,035	0,265	0,086	0,104	0,420	0,507	0,475
2	0,070	0,530	0,172	0,208	0,840	1,014	0,950
3	0,105	0,795	0,258	0,312	1,260	1,521	1,425
4	0,140	1,060	0,344	0,416	1,680	2,028	1,900
5	0,175	1,325	0,430	0,520	2,100	2,535	2,375
6	0,210	1,590	0,516	0,624	2,520	3,042	2,850
7	0,255	1,855	0,602	0,728	2,940	3,549	3,325
8	0,280	2,120	0,688	0,832	3,360	4,056	3,800
9	0,315	2,385	0,774	0,936	3,780	4,563	4,275
10	0,350	2,650	0,860	1,040	4,200	5,070	4,750

## ПРОИЗВОДСТВО ФРУКТОВО-ЯГОДНЫХ КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЙ

В это производство включено приготовление мармеладов фруктового и желейного, пастилы и зефира.

При производстве фруктового (яблочного) мармелада наиболее тщательному контролю должны подвергаться фруктово-ягодные пюре и пульпа; при цеховом контроле в этом сырье проверяют не только органолептические свойства, но и содержание сухих веществ, кислотность, делают пробу на желирование, так как эти данные имеют значение при купажировании.

В купаже определяют содержание сухих веществ и способность образовывать мармеладный студень. В сваренной мармеладной массе проверяют содержание сухих и редуцирующих веществ.

При изготовлении желейного мармелада на агаре, агароиде или пектине эти виды сырья подвергают испытанию на желеобразующую способность и на прочность изготовленного студня.

При производстве пастилы и зефира в сырье в основном контролируются те же показатели, что и для мармелада. В процессе производства контролируют участки приготовления агарового клея (сухие вещества) и сбивания пастилы и зефира (пышность взбитой массы).

Готовые изделия контролируются в основном на содержание сухих и редуцирующих веществ, число штук в килограмме, наличие механических примесей, кислотность.

В табл. 19 перечислены объекты и участки контроля, а также указывается частота исследований и методы контроля.

После таблицы даются описания специфичных для указанных видов производств методов контроля.



**1. ГЛАВНЕЙШИЕ УЧАСТКИ ПРОИЗВОДСТВА МАРМЕЛАДА, ПАСТИЛЫ И ЗЕФИРА, ПОДЛЕЖАЩИЕ КОНТРОЛЮ И МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ**

Таблица 19

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
Сырье, поступающее в цех	Каждая партия	<p>См. «Производство карамели»</p> <p>Запах, вкус, цвет, консистенция</p> <p>Содержание сухих веществ</p>	Органолептический после дегустации <p>Пюре рефрактометром; пюре — сухой с песком при 130 °С или на приборе Чижковой</p>	Стр. 41, 31
1. Сахар и патока 2. Фруктово-ягодные пюре и пульпа	Каждая партия	<p>Кислотность</p> <p>Содержание посторонних механических примесей</p> <p>Желейная проба</p>	Титрование <p>Просмотр и отмучивание с водой</p>	Стр. 124, 125
3. Агар, агароид, пектин	Каждая партия	Желирующая способность, прочность студня	Уваривание смеси пюре и сахара (100:100) до получения массы 165 г <p>По пробе с сахаром и проборами Сосновского — для пектина, Валента — для агара и агароида</p>	Стр. 199, 201
4. Кулаж	Каждая партия	<p>Содержание сухих веществ</p> <p>Проба на желтирвание</p>	Рефрактометром <p>Уваривание смеси пюре и сахара (100:100) до получения массы 165 г</p>	Стр. 41 Стр. 198

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
Варка мармеладной массы	Не реже 3—4 раз в смену	Содержание сухих веществ	Рефрактометр	Стр. 46
5. Сваренная мармеладная масса	Каждая партия	Содержание восстанавливающих веществ	Ускоренный меднощелочной или феррицианидный метод	Стр. 81—82, 88—90
6. Готовый мармелад яблочный	Каждая партия	Содержание сухих веществ	Рефрактометр или на приборе Чижовой	Стр. 46, 65
	Периодически	Содержание восстанавливающих веществ	Ускоренный меднощелочной или феррицианидный метод	Стр. 81—82, 88—90
		Кислотность	Титрование	Стр. 124, 125
		Сернистый ангидрид свободный	Окисление перекисью водорода	Стр. 167
		Число штук в 1 кг	Счет и взвешивание	
		Вкусовые свойства, запах, консистенция	Органолептический	
		Содержание механических примесей	Просмотр и отгучивание воедой после растворения	Стр. 46, 65
желейный	Каждая партия	Содержание сухих веществ	Рефрактометр или на приборе Чижовой	Стр. 81—82, 88—90
		Содержание восстанавливающих веществ	Ускоренный меднощелочной или феррицианидный метод	
		Кислотность	Титрование	
		Число штук в 1 кг	Счет и взвешивание	
		Вкус, запах, цвет, консистенция	Органолептический	
		Содержание механических примесей	Просмотр до и после растворения	

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
Сырье, поступившее в цех				
7. Сахар, патока, фруктово-ягодное пюре, агар, пектин				
8. Купаж	Каждая партия	См. «Производство мармелада»	См. «Производство мармелада»	
Приготовление агарового клея		Содержание сухих веществ	То же	Стр. 46
9. Агаровый клей	2—3 раза в смену, выборочно	Кислотность	Рефрактометром	Стр. 206
Сбивание пастилы		Содержание сухих веществ	Взвешивание определенного объема массы	Стр. 46, 65
10. Сбитая пастильная масса	Несколько раз в смену, выборочно	Пышность	Рефрактометром или на приборе Чижовой	
Готовые изделия	Каждая партия	Содержание сухих веществ		
11. Пастила, зефир				

Продолжение табл. 19

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
		<p>Кислотность</p> <p>Содержание редуцирующих веществ</p> <p>Число штук в 1 кг</p> <p>Запах, вкус, цвет, консистенция</p> <p>Содержание механических примесей</p>	<p>Титрование</p> <p>См. «Производство мармелада»</p> <p>Счет и взвешивание</p> <p>Органолептический</p> <p>Просмотр, растворение в воде, отмывание</p>	<p>Стр. 167</p>
Периодически		<p>Сернистый ангидрид (свободный)</p> <p>Плотность</p>	<p>Титрование 0,01н. раствором щелочи после обработки перекисью водорода</p> <p>По способу Сосновского или прибором Кафки</p>	<p>Стр. 204</p>

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛИРУЮЩИХ СВОЙСТВ ЯБЛОЧНОГО И АБРИКОСОВОГО ПЮРЕ

**Яблочное пюре.** Яблочное пюре, содержащее 90% влаги, и сахарный песок отвешивают в количестве по 100 г в стандартную медную луженую кастрюлю. Кастрюля имеет вид усеченного конуса, обращенного меньшим сечением книзу. Диаметр верхнего сечения 115 мм, диаметр дна 75 мм, высота 70 мм. Масса кастрюли должна быть известна.

Содержимое кастрюли тщательно перемешивают, подогревают на пламени горелки или на электрической плитке с сильным нагревом, при перемешивании доводят до кипения и поддерживают в состоянии кипения на сильном огне (не прекращая перемешивания) в течение 15 мин, считая от начала кипения; после этого кастрюлю взвешивают вместе с содержимым на технических весах для проверки выхода. Момент окончания варки можно установить по образованию на поверхности массы тонкоскладчатой пленки и отставанию массы от стенок кастрюли. Выход сваренной массы должен быть равен 165 г нетто. В случае превышения веса нетто 165 г варку продолжают еще некоторое время до достижения указанной массы. При получении количества меньше указанного, опыт повторяют, ослабив нагревание.

Сваренную массу немедленно разливают в мармеладные керамические формы или выливают на гладкую поверхность в виде лепешек диаметром 20—30 мм. С момента разлива ведут счет времени для установления продолжительности желирования; при этом проверяют на ощупь (безымянным пальцем) качество студня: упругость, отлипание, легкость выборки из формы, способность сохранять форму.

Нормальная способность желирования яблочного пюре характеризуется продолжительностью желирования 15—20 мин, т. е. через 15—20 мин после разлива сваренная масса должна давать студень, по своим физическим свойствам отвечающий требованиям, указанным выше.

Сказанное относится к яблочному пюре, содержащему 10% сухих веществ (90% влаги).

Если пюре содержит более 10% сухих веществ (сухие вещества могут быть определены рефрактометром), то его следует разбавить водой, чтобы количество сухих веществ в смеси составило 10%, и только после этого производить желейную пробу. Пюре с водой хорошо размешивают, после чего отвешивают 100 г для определения желейной пробы.

В случае получения отрицательного результата пробы на желе следует повторить пробную варку, добавив лимонной или винно-каменной кислоты в таком количестве, чтобы общая кислотность продукта после варки была 7,1—10°.

**Абрикосовое пюре.** В стандартную кастрюлю отвешивают 100 г абрикосового пюре и 125 г сахара. Массу кастрюли определяют заранее.

Тщательно перемешав содержимое, кастрюлю подогревают на пламени газовой горелки или на электроплитке; при продолжающемся перемешивании массу доводят до кипения и кипятят до тех пор, пока температура не поднимется до 108°C. После этого кастрюлю немедленно взвешивают на технических весах с точностью до 1 г. Выход сваренной массы должен быть 170 г.

Сваренную массу выливают на гладкую чистую сухую поверхность (мраморная плита, тарелка и т. п.) в виде круглых лепешек диаметром 20—30 мм. Проба считается удовлетворительной, если кружки сваренного пата не будут заметно темнее исходного пюре, будут легко сниматься, сохраняя форму, и не будут тягучими и липкими с верхней стороны. Если при уваривании до 108°C вес нетто будет превышать 170 г, варку ведут еще некоторое время до достижения указанной массы.

При получении неудовлетворительного результата пробы на пат варку повторяют, добавив лимонной или винной кислоты из расчета, чтобы общая кислотность пата была 13,5—16,4%.

*Пример.* Какое количество воды надо добавить к яблочному пюре, содержащему 11,5% сухих веществ, чтобы общее содержание сухих веществ не превышало 10%?

100 г пюре содержат 11,5 г сухих веществ;  
x г пюре содержат 10,0 г сухих веществ:

$$\frac{100 \cdot 10}{11,5} = 86,96 \approx 87 \text{ г пюре.}$$

Если к 87 г пюре мы добавим 13 г воды, то получим пюре с 10% сухих веществ.

### **3. ИСПЫТАНИЕ ЖЕЛИРУЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ АГАРА (ИЛИ АГАРОИДА) ПО ПРОБЕ С САХАРОМ**

При изготовлении желейного мармелада дозировка агара зависит от его способности образовывать студень определенной крепости. Этот вопрос решается описываемой методикой.

В стеклянный стакан емкостью около 200 мл помещают навеску исследуемого агара в количестве 1,7 г в пересчете на сухое вещество (или 2 г на воздушносухое), агароида 5 г (или 6 г на воздушносухое), вливают туда же 100 мл воды и оставляют на 0,5—2 ч, пока не произойдет полного набухания агара (или агароида). Агар после замачивания вместе с водой переносят во взвешенную стандартную медную кастрюлю, нагревают в ней до кипения и продолжают кипячение до полного растворения агара. Для поддержания одинакового уровня воды в кастрюле необходимо добавлять в нее по мере надобности горячую воду.

После полного растворения агара в кастрюлю добавляют 140 г сахара и продолжают нагревание, доводя массу до кипения. Спустя 3—5 мин кастрюлю быстро взвешивают (с точностью до 1 г) и повторяют нагревание и взвешивание, пока масса желейной массы не будет доведена до 200 г. Сваренную массу тотчас же разливают в химические стаканчики емкостью около 100 мл, диаметром 4—4,5 см по 30 мл в каждый (объем заранее отмечают на стаканчике чертой). Продолжительность уваривания желейной массы должна быть 15—20 мин.

Стаканчики с горячим раствором ставят в горизонтально установленный сосуд с плоским дном, например кристаллизатор. В сосуде должна быть налита вода температурой 20°C до уровня, немного превышающего уровень отвара в стаканчиках. Стаканчики с раствором выдерживают в течение часа при температуре 20°C, подерживая эту температуру путем добавления в сосуд холодной или горячей воды.

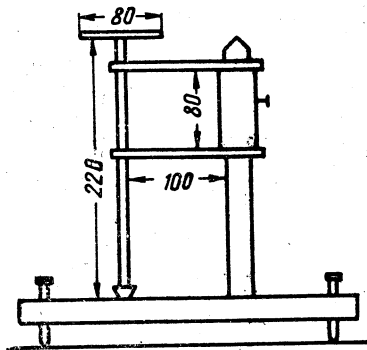


Рис. 48. Прибор Валента.

Через час стаканчики с образовавшимся студнем ставят под прибор Валента (рис. 48), установленный строго горизонтально с помощью уровня или отвеса. На поверхность студня осторожно опускают латунную грибообразную на-

садку диаметром 16 мм, высотой 5 мм. Площадь поверхности, на которую давит насадка, равна 2 см<sup>2</sup>. Насадка находится на нижнем конце подвижного вертикального стерженька. На верхнем конце стерженька прикреплена площадка, на которой помещен стаканчик. В него медленно насыпают из стакана дробь до тех пор, пока насадка, надавливая на студень, не прорвет его. Насыпание дроби прекращают в тот момент, когда насадка, прорвав студень, начнет проходить сквозь него на дно. Насыпать дробь следует с одинаковой скоростью: 10—12 г в секунду. Перед опытом нужно проверить, с какой скоростью подается нагрузка. Для этого в стакан насыпают дробь с принятой скоростью в течение 1 мин, затем взвешивают стакан с нагрузкой и делят массу дроби на 60. Если будет найдено, что нагрузка подавалась со скоростью, отклоняющейся от нормальной, необходимо повторить проверку, соответственно изменив скорость подачи нагрузки.

Прочность студня выражают в граммах нагрузки, необходимой для прорыва студня. При этом берется суммарная масса нагрузки: дроби, стаканчика и стержня с насадкой и площадкой. Из всех определений (не менее трех) для данного студня

выводится среднее арифметическое. Расхождение между отдельными определениями не должно превышать 10%.

На основании данных определения прочности сахарного желе может быть установлена дозировка агара или агароида. При этом следует учитывать, какие изделия должны быть приготовлены.

В среднем нормальная прочность сахаро-агарового желе может колебаться в зависимости от особенностей технологии фабрик в пределах 1200—1400 г. Для апельсинно-лимонных долек прочность должна быть несколько больше, для формового мармелада — несколько меньше. Дозировка устанавливается путем сравнения полученной при испытании прочности с нормальной прочностью желе.

По табл. XI (Приложение) подыскивают ближайшую к полученной разности величину в графе 1 и находят в графе 2, сколько весовых частей агара (или агароида) по отношению к 70 частям сахара следует добавить (если полученное желе было слабее нормального) или убавить (если желе было прочнее нормального) сравнительно с первоначально взятым агаром (или агароидом). Рекомендуется проверить найденную дозировку путем пробной варки и определения прочности сахаро-агарового желе. Таким же способом можно рассчитать (по показателям стандарта), на сколько слабее или прочнее исследованный образец агара сравнительно с требованиями стандарта для данного сорта.

#### 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗРЫВНОЙ ПРОЧНОСТИ ПЕКТИНОВОГО СТУДНЯ

Для определения прочности студней предложено много приборов, однако большинство из них, а также методы определения прочности желе на них имеют ряд недостатков, которые ведут к искажению получаемых результатов.

В кондитерской промышленности получил распространение прибор Л. Б. Сосновского (рис. 49) весьма простой конструкции, позволяющий довольно быстро и с достаточной точностью определять разрывную прочность студней.

Прибор состоит из металлического сосуда *A* цилиндрической формы, внутренний диаметр которого 30 мм, высота 10 мм, что соответствует объему 7,1 мл. Этот сосуд заполняют горячим раствором, подлежащим испытанию. Сосуд поддерживается тремя ножками, прикрепанными к фланцу. Материал для изготовления прибора — алюминий, медь, бронза.

Сверху сосуд закрывается завинчивающейся крышкой *B*. В центре сосуда и крышки имеются штуцера *B*<sub>1</sub> и *B*<sub>2</sub> с пришлифованными конусообразными металлическими пробками. Площадь сечения основания каждой пробки 0,2 см<sup>2</sup> при диаметре 5,05 мм.



Прочность студня определяется следующим образом. Горячий студнеобразующий раствор в количестве, несколько большем вместимости сосуда, заливают в сосуд *A* при закрытом штуцере *B*<sub>1</sub>. Образовавшийся мениск срезают покровным диском *П* с отверстием в центре и, оставив диск на поверхности сосуда, надевают на сосуд *A* крышку *B* с вынутой пробкой, завинчивают крышку до отказа и плотно вставляют пробку в штуцер *B*<sub>2</sub>.

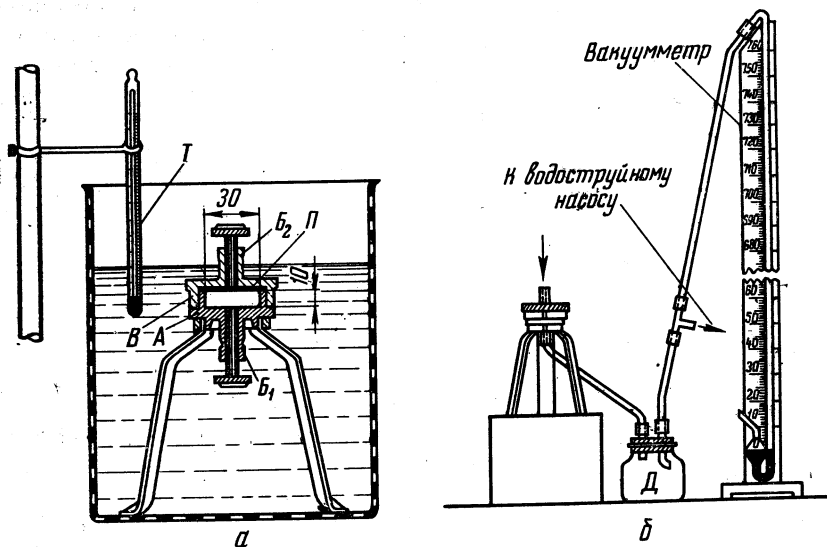


Рис. 49. Определение прочности студня прибором Сосновского:  
*a* — схема прибора; *б* — схема соединения прибора с водоструйным насосом и вакуумметром.

В результате сосуд *A* окажется заполненным вполне определенным объемом студня, защищенного от испарения влаги и образования пленки на поверхности.

Толщина слоя студня между основаниями пробок (которые должны быть вставлены заподлицо с внутренней поверхностью дна и крышки) составляет 10,9 мм; количество же студня в граммах зависит от содержания сухих веществ в студне и в среднем составляет около 10 г.

Прибор вместе со студнем помещают в ванну с водой, имеющей температуру 20 °С. Уровень воды должен быть на 3—4 мм ниже верхнего конца штуцера *B*<sub>2</sub> (рис. 48, *a*). Прибор темперируют в течение часа, после чего вынимают из ванны, открывают пробки и присоединяют его к водоструйному насосу (или какому-либо другому лабораторному насосу, рис. 48, *б*) измерение получающегося разрежения производят вакуумметром.

ром. Открыванием крана, регулирующего подачу воды в водоструйный насос, медленно увеличивают разрежение в системе.

Предварительно следует натренироваться так, чтобы водоструйный насос давал подъем ртути в манометрической трубке на высоту от нуля до 100 мм в течение 8—10 сек.

Для контроля постоянства скорости нарастания разрежения в системе рекомендуется поставить перед водоструйным насосом вентиль с манометром, при помощи которого поддерживают постоянное давление воды, поступающей в водоструйный насос.

В момент пробивания студня фиксируется показание вакуумметра.

Выдавливаемый под напором воздуха столбик студня выбрасывается из штуцера  $B_1$  в ловушку  $D$ ; последняя представляет собой толстостенную стеклянную банку емкостью около 200 мл (вместо банки можно воспользоваться колбой Бунзена).

Прочность студня выражают в миллиметрах ртутного столба или в граммах на квадратный сантиметр (1 мм рт. ст. соответствует давлению, равному  $1,32 \text{ г/см}^2$ ).

Описанный прибор может быть использован и для определения прочности студней из агара, агароида, желатина.

## 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЧНОСТИ СТУДНЯ МАРМЕЛАДНОЙ МАССЫ

С целью испытания прочности готовят образцы мармеладного студня в виде цилиндров высотой 3 см и диаметром 4 см. Образцы готовят по стандартному методу (стр. 198) или по рецептуре и способу, применяемому в производстве; в порядке контроля следует взять производственные образцы мармеладной массы. Формочки для образцов делают из тонкого листа белой жести или латуни. Вырезают полоски шириной 3 см и длиной 13 см, сгибают их в цилиндр диаметром около 4 см так, чтобы края полоски несколько находили один на другой. Полученную трубку-цилиндр обвязывают ниткой и ставят на стеклянную пластинку; следует приготовить несколько таких формочек и поставить их рядом.

В формочки до краев наливают горячую мармеладную массу и выравнивают ее поверхность ребром ножа. Образцам дают выстояться при комнатной температуре (около 20 °С) в течение 2 ч, затем снимают с пластинки, осторожно сдвигая в сторону и перевертывая так, чтобы нижнее основание цилиндра оказалось сверху; в таком положении формочки с массой помещают в прибор Валента и отделяют металлическую форму от массы, развязав нитку и слегка раздвинув края полоски.

На поверхность образца, помещенного в прибор, осторожно опускают грибообразную насадку прибора Валента и начинают постепенно увеличивать нагрузку до тех пор, пока насадка не

прорвет студень. Прочность студня выражается числом граммов всей нагрузки, необходимой для прорыва студня.

Средняя прочность мармеладного студня около 200 г; прочные мармеладные студни выдерживают нагрузку до 300—500 г.

## 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ПАСТИЛЫ И ЗЕФИРА

Степень пышности пастилы и зефира характеризуется плотностью этих изделий, поэтому, определяя плотность, можно судить о качестве с точки зрения структуры и пористости продукта. Плотность хорошо взбитой пастильной массы меньше, чем у плохо взбитой.

Метод основан на погружении куска пастилы определенной массы в жидкость (нерастворяющую составные части испытуемого вещества) и измерении прироста объема жидкости; путем деления величины массы взятой пастилы на прирост объема жидкости получают плотность пастилы.

В качестве жидкости, нерастворяющей составные части пастилы, можно применять скипидар, ксилол, толуол, хлороформ, четыреххлористый углерод и др.

Прибор Л. Б. Сосновского, при помощи которого производится определение (рис. 50), состоит из стеклянного цилиндра 1 диаметром около 6 см, емкостью около 500 мл, бюретки 2 на 10—25 мл с нулевым отсчетом в нижней части, с ценой делений 0,1, соединенной с цилиндром, медной или латунной луженой крышки 3, дырчатого плунжера 4 из латуни,

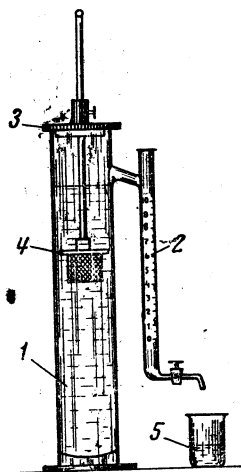


Рис. 50. Прибор Сосновского.

стержень которого проходит через центральное отверстие крышки, где его можно закреплять винтом, и химического стакана 5.

Определение производят так. Наполняют цилиндр жидкостью, чтобы она перелилась в бюретку и заполнила ее несколько выше нулевого деления; жидкости дают свободно стекать в течение 10 мин; цилиндр сверху прикрывают часовым стеклом. Затем устанавливают уровень жидкости в бюретке на нулевом делении, сливая жидкость из крана в стакан, и осторожно опускают в жидкость цилиндра целую штуку пастилы или половинку зефира (взвешенные на технических весах с точностью до 0,01 г), после этого также осторожно опускают плунжер, закрепленный в крышке.

Дают вытесненной жидкости свободно переливаться в бюретку в течение 10 мин, после чего отсчитывают объем перелившейся жидкости.

Объем жидкости, вытесняемой плунжером без навески пастилы, устанавливают таким же способом.

Плотность пастилы  $D$  ( $г/см^3$ ) вычисляют по формуле

$$D = \frac{g}{V_1 - V_2},$$

где  $V_1$  — объем жидкости, вытесненной навеской пастилы и плунжером,  $см^3$ ;

$V_2$  — объем жидкости, вытесненной плунжером,  $см^3$ ;

$g$  — навеска пастилы,  $г$ .

Примечания. 1. При пользовании скипидаром после работы бюретку следует промывать спиртом.

2. Плунжером пользуются в том случае, если исследуемый объект не тонет в жидкости.

Прибор Сосновского довольно сложен в изготовлении; его можно заменить прибором Кафки (рис. 51), который легко изготовить своими силами.

В нижней части металлического пустотелого цилиндра  $A$  из белой жести или латуни диаметром 60 мм и высотой 250 мм имеется патрубок; сверху цилиндр закрывается металлической крышкой  $D$ , через центр которой проходит стержень плунжера  $\Gamma$  (как и в приборе Сосновского).

В нижний патрубок цилиндра вставляется на пробке стеклянная (или металлическая) U-образная трубка диаметром около 10 мм; на свободном конце этой трубки имеется расширение, в которое на пробке вставляется стеклянная трубка диаметром 5—6 мм, на этой трубке укрепляется шкала из миллиметровой бумаги.

Таким образом, собранный прибор представляет собой сообщающиеся сосуды.

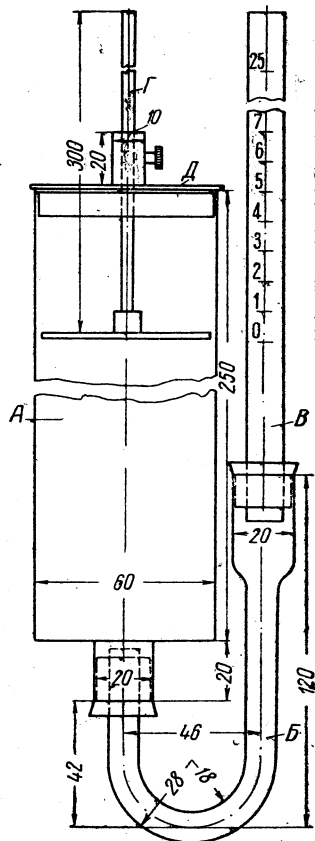


Рис. 51. Прибор Кафки.

Предположим, что диаметр большого цилиндра равен  $D$  см, а трубки  $d$  см; при опускании куска пастилы весом  $g$  г в жидкость, налитую в прибор, уровень жидкости в сосуде и трубке повысится на высоту  $h$  см.

Тогда объем жидкости  $V$ , вытесненной пастилой, будет

$$V = \frac{\pi}{4} h (D^2 + d^2) = 0,785 (D^2 + d^2) h.$$

В этой формуле имеются постоянные величины  $D^2$ ,  $d^2$  и  $\frac{\pi}{4} = 0,785$ .

Пусть  $0,785 (D^2 + d^2) = C$ , тогда

$$V = Ch,$$

т. е. объем жидкости, вытесненной изделием, равен увеличению высоты столба жидкости в трубке, умноженному на константу  $C$  прибора. Плотность изделия вычисляется по той же формуле (стр. 205).

Если объем жидкости, вытесненной плунжером и изделием,

$$V_1 = Ch_1,$$

а объем жидкости, вытесненной плунжером,

$$V_2 = Ch_2,$$

то плотность изделия может быть вычислена по формуле

$$D = \frac{g}{C (h_1 - h_2)}.$$

*Пример.* Определить плотность пастилы прибором Кафки. Навеска (масса целой пастилы) 22 г. Диаметр сосуда 6 см, диаметр трубки 0,5 см.

Высота подъема жидкости в трубке  $h_1 - h_2 = 1,2$  см.

Прежде всего находим константу прибора

$$C = 0,785 (6^2 + 0,5^2) = 28,5.$$

Подсчитываем плотность

$$D = \frac{22}{28,5 \cdot 1,2} = 0,64 \text{ г/см}^3.$$

## 7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ МЯГКИХ И ПОЛУЖИДКИХ СБИВНЫХ МАСС

В стеклянную или алюминиевую посуду цилиндрической формы емкостью около 200 мл наливают из бюретки воду до краев и определяют ее количество в  $\text{см}^3$ ; определение делают несколько раз и берут среднее арифметическое, выражающее внутренний объем сосуда в  $\text{см}^3$ .

После этого в тот же совершенно сухой сосуд вносят испытуемую массу, избегая захвата воздуха и принимая меры к тому, чтобы весь сосуд был заполнен до самого верха. Ребра ножа счищают излишек массы и взвешивают сосуд. Для более точного результата делают не менее трех определений и берут среднее арифметическое. Взвешивают на технических весах с точностью до 0,1 г.

Плотность  $D$  ( $г/см^3$ ) массы вычисляют по формуле

$$D = \frac{g}{V},$$

где  $g$  — навеска массы, г;

$V$  — объем воды в сосуде, в котором производилось определение,  $см^3$ .

## 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕНООБРАЗУЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ ПЕНООБРАЗОВАТЕЛЕЙ

Пенообразующая способность сырого яичного белка определяется следующим образом. В измерительный цилиндр емкостью 500 мл (диаметром около 5 см и высотой около 50 см) наливают 300 мл воды и вносят яичный белок (среднюю пробу) в количестве 6 г (из расчета 2 г на 100 мл воды). Температура воды должна быть 18°C.

Цилиндр закрывают хорошо притертой стеклянной или плотно пригнанной резиновой пробкой и содержимое его энергично взбалтывают в течение 1 мин (по песочным часам). Затем цилиндр ставят на стол и через несколько секунд отмечают высоту слоя образовавшейся пены.

Доброрастворимый белок с нормальной пенообразующей способностью должен давать в этих условиях слой пены высотой не менее 5—6 см, не исчезающий и заметно не опадающий в течение 15—20 мин.

Для определения пенообразующей способности белкового препарата ВНИРО применяется следующая методика. Приготавливают раствор препарата, отвешивая с точностью до 0,1 г в стеклянном стакане такое количество его, чтобы в навеске содержалось 6 г сухих веществ.

Навеску переносят в ступку, прибавляют 12 мл дистиллированной воды и растирают пестиком до полной однородности. Дают постоять полчаса, после чего массу переносят в мерный цилиндр на 500 мл с притертой пробкой, смывают дистиллированной водой остатки в тот же цилиндр и доводят водой до объема 300 мл.

Затем содержимое цилиндра непрерывно взбалтывают в течение 1 мин. После этого ставят цилиндр на стол и, как только все пузырьки поднимутся из жидкости (через несколько секунд), отмечают по линейке высоту объема пены в миллимет-

рах. Первоначальная высота раствора препарата должна быть также определена.

Пенообразующую способность  $\Pi$  препарата вычисляют как отношение высоты пены к высоте раствора (в %) по формуле

$$\Pi = \frac{B_{\text{п}}}{B_{\text{р}}} 100,$$

где  $B_{\text{п}}$  — высота пены, мм;

$B_{\text{р}}$  — высота раствора, мм.

Одновременно определяют стойкость пены. Для этого измеряют высоту пены после 15-минутной выдержки в спокойном состоянии.

Стойкость пены  $C$  вычисляют как отношение высоты пены после 15 мин выстойки к первоначальной высоте пены (в %) по формуле

$$C = \frac{B_{\text{п.с}}}{B_{\text{п}}} \cdot 100,$$

где  $B_{\text{п}}$  — высота пены первоначальная, мм;

$B_{\text{п.с}}$  — высота пены после 15 мин выстойки, мм.

#### **9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА СОСТАВНЫХ ЧАСТЕЙ И ВЕСА НЕТТО ВАРЕНЬЯ**

Из средней пробы варенья отвешивают в химическом стакане порцию не менее 200 г с точностью до 0,1 г, подогревают на водяной бане до 60 °С и переносят на сито, имеющее четыре отверстия на 1 см<sup>2</sup>. В течение 5 мин дают сиропу стекать во взвешенную фарфоровую чашку, которую затем взвешивают вместе с сиропом, и вычисляют весовое соотношение между сиропом и ягодами варенья.

Если варенье расфасовано в мелкую тару, то исследуется содержимое всей банки.

## Глава IV

### ПРОИЗВОДСТВО ШОКОЛАДА И ПОРОШКА КАКАО

При внутризаводском контроле сырье, применяемое в шоколадном производстве, подвергается в основном органолептическому контролю; разжижители (лецитин, фосфатиды) проверяют на разжижающую способность.

Наиболее ответственными участками производства являются: обжарка бобов какао и ядер орехов, дробление бобов какао, вальцевание и формование готового шоколада. Кроме органолептических испытаний, проверяется содержание сухих веществ (после обжарки), засоренность крупки какавеллой (при дроблении), степень измельчения (после вальцевания) и пр.

В готовом порошке какао контролируют сухие вещества, степень измельчения и содержание ферропримесей.

В прилагаемой табл. 20 перечислены участки производства, где проводится соответствующий контроль, с указанием частоты определений, что контролируется и каким методом.

После таблицы описываются специфические методы исследования: определение степени измельчения шоколада по способу Реутова, определение разжижающей способности разжижителей, температуры плавления и застывания жиров, степени измельчения и кислотности порошка какао.



# 1. ГЛАВНЕЙШИЕ УЧАСТКИ ПРОИЗВОДСТВА ШОКОЛАДА И ПОРОШКА КАКАО, ПОДЛЕЖАЩИЕ КОНТРОЛЮ, И МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

Т а б л и ц а 20

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
Сырье, поступающее в цех	Каждая партия	Внешний вид, вкусовые свойства	Органолептический	
1. Бобы какао и ядра орехов	То же	Вкус, запах	»	
2. Сахар-песок и сахарная пудра	»	Содержание механических примесей	Просмотр и растворение в воде	
3. Жиры и масла	»	Вкус, запах	Органолептический	
4. Молоко сухое	»	То же	»	
5. Разжижители	»	Вкус, запах, консистенция	»	
Обжарка бобов какао и ядер	Разжижающая способность	Разжижающая способность	Вискозиметром при 40 °С	Стр. 189
6. Обжаренные бобы какао и ядра	Не реже 3 раз в смену	Качество обжарки; внешний вид, запах, вкус	Органолептический	Стр. 31, 62
		Содержание сухих веществ	Сушка при 130 °С или на приборе Чижовой	

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
Дробленые бобов				
7. Крупка какао	Выборочно не реже 3 раз в смену	Засоренность какавеллой	Выборка из навески, взятой из средней пробы, в количестве 25—50 г	Стр. 212
8. Шоколадная масса после последнего вальцевания и разводки	—2 раза в смену	Степень измельчения	Прибором Реутова	Стр. 212
9. Готовый шоколад	По каждому сорту не менее 1 раза в смену	Вкус, запах, внешний вид, разработка	Органолептический	Стр. 212
		Степень измельчения	Прибором Реутова	Стр. 31
		Масса одной плитки	Выборочно, взвешивание не менее пяти плиток	Стр. 31
10. Готовый порошок какао	Периодически Не менее 1 раза в смену	Влажность Вкус, запах, цвет	Высушивание при 130 °С Органолептический	Стр. 31, 65
		Содержание сухих веществ	Сушка при 130 °С или на приборе Чижовой	Стр. 219
		Степень измельчения Содержание ферропримесей	Просеивание через сито Магнитом	Стр. 163

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ ШОКОЛАДА

Качество разработки шоколадных масс характеризуется степенью их измельчения.

В свою очередь степень измельчения характеризуется размерами частиц составных частей шоколада — сахара, бобов какао.

Самым простым методом определения степени измельчения шоколада является массовый метод, заключающийся в обезжи-

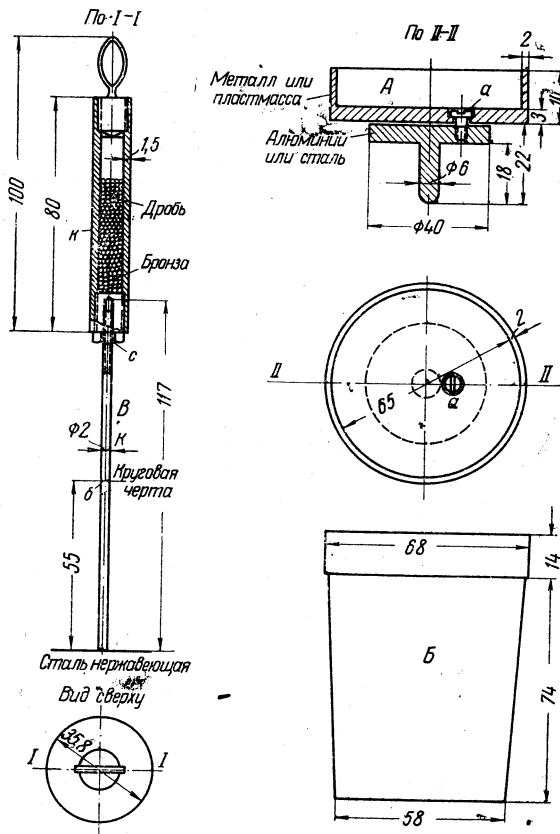


Рис. 52. Части к аналитическим весам для определения степени измельчения шоколада по Реутову.

ривании измельченной шоколадной массы и просеивании обезжиренных частиц через тонкое шелковое сито № 60. Хорошо измельченный шоколад не должен оставлять остатка на сите. Этот способ отличается достаточной точностью в случае применения петролейного эфира.

Способ, разработанный во ВНИИКП Реутовым, позволяет объективно и достаточно точно определять степень измельчения по массе осадка, выпадающего из взвеси шоколада в растворителе на диск, подвешенный к весам.

В качестве прибора для определения массы осадка пользуются аналитическими весами с арретиром Менделеева (при арретировании коромысло весов не опускается).

Весы приспособливают следующим образом. Изменяя центр тяжести коромысла опусканием грузика на стрелке весов или над опорой коромысла, делают чувствительность весов такой, чтобы от нагрузки 10 мг стрелка отходила на 10 делений шкалы  $\pm 1$  деление.

Снимают с весов правую чашку, вынимают нижний арретир и на его место вставляют подставку *A* для стакана (рис. 52).

В подставке устанавливают стакан *B* и опускают в него подвешенный к весам диск со стержнем *B*, масса которого равна массе снятой чашки. Стакан должен быть установлен так, чтобы подвешенный диск находился точно в центре; центрирование стакана достигается вращением винта *a* в подставке.

В качестве растворителя жира применяется керосин, плотность которого 0,832—0,838 г/см<sup>3</sup> при 20 °С. Керосин должен быть прозрачным, без признаков каких-либо взвешенных частиц. Перед испытанием следует произвести градуировку шкалы весов. Для этого в стакан наливают до нижнего края полоски 200 мл керосина температурой 20 °С и опускают в него диск со стержнем, который подвешивают затем к коромыслу весов. Круговая отметка *b* на стержне диска должна совпадать с уровнем керосина; если этого нет, то указанного положения достигают путем передвижения стержня с диском в винтовой нарезке *c* цилиндра *K*.

Так как при погружении в керосин вес диска уменьшится, то на крючок весов, на котором подвешен стержень, помещают кусок проволоки для восстановления равновесия, после чего эту проволоку кладут в цилиндр стержня и в дальнейшем точное равновесие регулируют обычным рейтером на 10 мг.

Затем, изменяя рейтером (10 мг) нагрузку на правое плечо коромысла, наблюдают, на сколько делений отошла стрелка весов от нулевого положения, и на основании этого определяют цену деления шкалы. Если, например, рейтером дана нагрузка 8 мг, а стрелка отклонилась на четыре деления, то цена одного деления весов равна  $8:4=2$  мг. Таких определений делают несколько при разном положении рейтера и берут среднее арифметическое.

Степень измельчения определяют следующим образом. Установив равновесие (диск должен быть погружен в стакан, наполненный 200 мл керосина), керосин выливают из стакана, а туда помещают взятую на технических весах навеску тонко

наскобленного шоколада в количестве 2 г (из расчета 1 г на 100 мл керосина), приливают около 5 мл керосина и, погрузив дно стакана в нагретую до 60—70 °С воду, размешивают шоколад в керосине стеклянной палочкой до получения однородной массы. Вынув стакан из воды и обтерев его дно, вливают примерно 150 мл керосина и хорошо перемешивают. Затем вынимают палочку, смывая с нее частицы керосином, помещают в стакан термометр, охлаждают содержимое стакана до 20 °С, погружая дно стакана в холодную воду, вынимают термометр, ополаскивают его керосином и доводят общий объем керосина в стакане до 200 мл (доливаемый керосин должен иметь температуру 20 °С).

Ставят стакан на подставку весов, в раствор помещают диск со стержнем, подвешивая его к коромыслу весов.

Чтобы сделать определение, с коромысла снимают диск и, не вынимая его из раствора, перемешивают содержимое стакана, быстро подвешивают диск и немедленно перевертывают двухминутные песочные часы.

Примерно через 1 мин медленно опускают арретир, наблюдая за положением стрелки весов. Если она отклоняется далее третьего деления, то подняв арретир, на чашку весов кладут разновеску 10 мг. Перед самым концом второй минуты опускают арретир и отсчитывают, на сколько делений отклонялась стрелка. Если стрелка показывает более пяти делений, то на чашку весов кладут еще 10 мг или более, чтобы при повторном определении стрелка после 2 мин была возможно ближе к нулевому делению шкалы.

Повторное определение массы осадка делают в том же порядке, только арретир опускают сразу же по истечении 2 мин. Для проверки в том же растворе проводят третье определение, которое в нормальных условиях работы не должно отличаться от второго определения более чем на 2 мг.

Масса осадка  $A$  будет равна массе  $P$  разновесок в миллиграммах, положенных на чашку весов, плюс число делений шкалы  $n$ , умноженное на цену деления  $c$  шкалы в миллиграммах:

$$A = P + nc.$$

Степень измельчения шоколада показывает массовый процент содержания в обезжиренном материале частиц, размеры которых меньше 35 мкм (т. е. хорошо измельченных).

Степень измельчения  $z$  вычисляется по формуле

$$z = 100 - \frac{0,4A}{1 - 0,01F},$$

где  $A$  — найденная масса осадка, мг;

$F$  — содержание жира в испытуемом шоколаде, %;

0,4 — коэффициент для перечисления массы осадка в про-

центное содержание крупных частиц (размеры которых больше 35 мкм) в обезжиренном веществе.

*Пример.* Аналитические весы приспособлены для определения степени измельчения шоколада и имеют цену деления  $c=2$  мг.

При определении массы осадка получены следующие данные: масса разновесок  $P=10$  мг, число делений шкалы весов  $n=1$ . Содержание жира в шоколаде 34%.

Масса осадка  $A=10+1 \cdot 2=12$  мг.

Степень измельчения

$$z = 100 - \frac{0,4 \cdot 12}{1 - 0,01 \cdot 34} = 92,8 \approx 93 \%$$

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗЖИЖАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ РАЗЖИЖИТЕЛЕЙ

Для снижения вязкости шоколадных масс и уменьшения расхода масла какао в производстве применяются различные поверхностно-активные вещества, называемые разжижителями: лецитин, представляющий собой сложное органическое соединение, присутствующее в растительных маслах; фосфатиды, получаемые в результате обработки отходов при рафинировании растительных масел; синтетические эмульгаторы — гидрофильные липиды на полиглицерине. При введении этих разжижителей в количестве 0,2—0,4% по весу шоколадной массы последняя снижает свою вязкость без добавления масла какао.

Чтобы определить разжижающую способность какого-либо разжижителя, можно использовать любой вискозиметр.

При пользовании техническим вискозиметром Реутова поступают так, как описано при определении вязкости шоколадной глазури (стр. 189).

Для испытания разжижителя берут около 500 г шоколадной массы и при температуре 40—50 °С тщательно и энергично перемешивают ее в течение 10—15 мин. Затем в стакан вискозиметра отвешивают 250 г размешанной шоколадной массы и при 40 °С определяют ее первоначальную вязкость.

После этого на небольшой ложечке на технических весах отвешивают разжижитель — или лецитин 1 г (0,4%), или фосфатиды 0,75 г (0,3%), или гидрофильный липин 0,75 г (0,3%) — и вносят в шоколадную массу, хорошо перемешивая ее ложечкой. Определяют вязкость при 40 °С.

Отношение первоначальной вязкости  $\gamma_1$  к вязкости шоколадной массы с разжижителем  $\gamma_2$  выражает разжижающую способность испытуемого разжижителя (отвлеченное число).

Практически лучше и удобнее разжижающую способность разжижителя выражать в процентах масла какао, которое следует добавить в шоколадную массу, чтобы снизить первоначальную вязкость до вязкости, даваемой соответствующим разжижителем.

В этом случае следует поступать так. В химический стакан емкостью около 100 мл помещают 20—30 г масла какао и взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г. Затем в стакан вискозиметра с 250 г шоколадной массы при температуре около 40 °С вносят небольшими порциями из химического стакана разогретое до 40—45 °С масло какао, каждый раз проверяя вязкость.

Добавление масла какао продолжают до тех пор, пока вязкость не станет одинаковой с вязкостью, полученной при применении испытуемого разжижителя. После этого взвешивают стакан с оставшимся маслом какао и по разности находят количество масла какао, израсходованное на разведение 250 г шоколадной массы. Это количество масла какао, выраженное в процентах, и будет разжижающей способностью испытуемого разжижителя.

Для получения точных результатов после каждой добавки масла какао шоколадную массу необходимо тщательно перемешивать и доводить до 40 °С перед определением вязкости.

*Пример.* Определить разжижающую способность фосфатида (сырого лецитина).

Оптимальная доза 0,3%.

Начальная вязкость шоколадной массы 30 н · сек/м<sup>2</sup>.

Вязкость с фосфатидом (на 250 г шоколада взято 0,75 г фосфатида) 14 н · сек/м<sup>2</sup>.

Для того чтобы получить такое же снижение вязкости, к 250 г шоколадной массы нужно добавить 9 г масла какао.

Разжижающая способность

$$\frac{9 \cdot 100}{250} = 3,6 \%$$

Это число характеризует испытуемый разжижитель с практической стороны и показывает, что при применении данного разжижителя на 1 т шоколадной массы можно сэкономить около 36 кг масла какао.

#### **4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ И ЗАСТЫВАНИЯ ЖИРОВ [МАСЛА КАКАО, ГИДРИРОВАННОГО ЖИРА, ЗАМЕНИТЕЛЯ МАСЛА КАКАО И ДР.]**

##### **Определение температуры плавления жира**

Различают температуру начала и конца плавления жира. Для определения температуры плавления требуются стеклянные капилляры длиной 50—60 мм, с внутренним диаметром около 1,5 мм, химический стакан емкостью 500 мл, стеклянная пробирка диаметром около 20 мм и термометр с ценой деления 0,1—0,2 °С.

Испытание проводят следующим образом: некоторое количество жира расплавляют в фарфоровой чашке на водяной бане и при температуре около 50 °С набирают в капилляр такое количество жира, чтобы высота его столбика была примерно

10 мм. Капилляры с жиром помещают на лед и выдерживают 10 мин, после чего их оставляют при комнатной температуре (около 20 °С) в течение суток. Затем капилляры укрепляют при помощи резинового колечка на конце термометра так, чтобы столбик жира находился на одном уровне с шариком термометра. Термометр с капиллярами вставляют на пробке в пробирку, которую погружают в стакан с водой, имеющей температуру около 20 °С. При постоянном перемешивании воду в стакане нагревают, вначале повышая температуру на 2 °С, а по мере приближения к точке расплавления — на 1 °С в минуту. Отмечают две точки плавления жира: начало плавления, т.е. температуру, при которой жир начал оплавляться у стенок капилляра, и конец плавления, когда наступит момент полного просветления жира в капилляре. На термометре следует укреплять два капилляра с жиром.

Воду в стакане лучше всего нагревать на пламени газовой или спиртовой горелки; нагревание на электроплитке сопряжено с трудностью регулирования нагрева, так как плитка имеет большую тепловую инерцию.

Воду в стакане перемешивают стеклянной мешалкой вручную, но лучше всего пользоваться магнитной мешалкой.

### Определение температуры застывания жира

Для определения температуры застывания жира применяют прибор Жукова (рис. 53), представляющий собой небольшой стеклянный сосуд с двойными стенками, из пространства между которыми можно выкачивать воздух при помощи водоструйного насоса.

Расплавленный жир, имеющий температуру не ниже 50 °С, наливают в прибор в количестве, равном  $\frac{1}{3}$  его объема, вставляют на пробке термометр с ценой деления 0,1—0,2 °С так, чтобы его шарик находился приблизительно в середине массы жира.

После этого перемешивают расплавленный жир, плавно перевертывают прибор дном вниз и вверх, отмечая температуру через каждые 2 мин; пробка с термометром должна быть плотно укреплена в приборе. Как только жир начнет мутнеть, прибор сейчас же помещают в воду, имеющую постоянную тем-

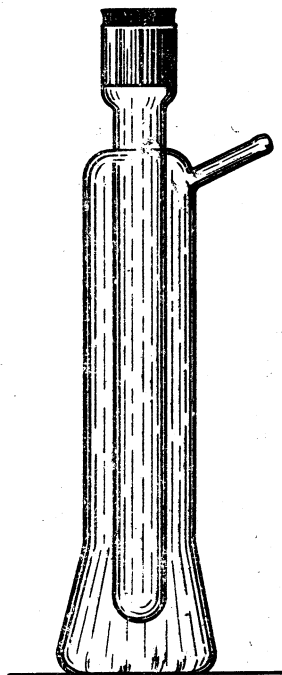


Рис. 53. Прибор для определения температуры застывания жира.



пературу  $20^{\circ}\text{C}$ , и прекратив перемешивание, через 1 мин отмечают температуру.

Температура, до этого равномерно падающая, начинает замедляться в падении, пока наконец столбик ртути термометра остановится или несколько поднимется. Та наивысшая температура, которую покажет термометр в процессе остывания жира, отмечается как температура застывания жира.

### 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТВЕРДОСТИ МАСЛА КАКАО (ПО СПОСОБУ Т. П. ЕРМАКОВОЙ И Р. Д. НОРМАНОВОЙ)

Твердость определяется прибором Воляровича—Маркова (конический пластометр КП-3). На рис. 54 показана схема устройства этого прибора.

Прибор состоит из следующих частей: конуса с углом при вершине  $45^{\circ}$ , штанги, обоймы, индикатора, механизма упора, диска для установки дополнительного груза, п-образной станины с круглой плитой, стопорным винтом, микрометрического винта, нескольких установочных винтов и пусковой кнопки.

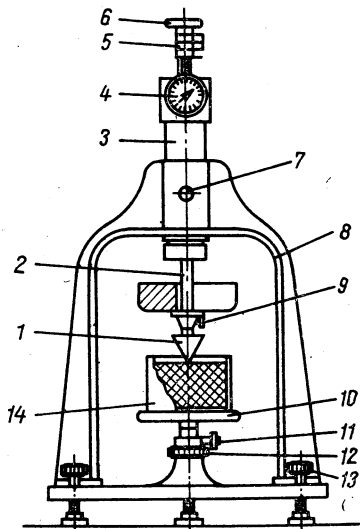


Рис. 54. Конический пластометр КП-3:

- 1 — конус; 2 — штанга; 3 — обойма; 4 — индикатор; 5 — механизм упора; 6 — диск для установки груза; 7 — пусковая кнопка; 8 — станина; 9, 11 — стопорные винты; 10 — столик; 12 — микрометрический винт; 13 — установочные винты; 14 — сосуд с испытуемой массой.

Твердость определяется следующим образом: химический стакан с маслом какао, расплавленным и разогретым до  $50\text{--}60^{\circ}\text{C}$ , если нужно — профильтрованным, помещают в воду, имеющую температуру  $30^{\circ}\text{C}$ . Масло какао охлаждают при перемешивании стеклянной палочкой до  $35^{\circ}\text{C}$  и заполняют им сухие металлические бюксы, имеющие диаметр 45 и высоту 15 мм. Легким постукиванием о стол удаляют из масла пузыри воздуха, после чего бюксы с маслом помещают в сосуд с водой, имеющей температуру  $22\text{--}24^{\circ}\text{C}$ , на 1 ч, затем, вынув бюксы из воды, оставляют их стоять при комнатной температуре в течение суток.

Через сутки бюксы с маслом снова помещают в сосуд с водой при температуре  $20^{\circ}\text{C}$  на 1 ч, затем их вынимают из воды и слегка вытирают фильтровальной бумагой. После этого бюксы с маслом помещают на столик прибора таким образом, что-

бы центр жира находился под острием конуса. При помощи стопорного и микрометрического винтов доводят поверхность жира до соприкосновения с вершиной конуса. Помещают груз на верхний диск и нажимом кнопки освобождают штангу с грузом.

Пробу выдерживают под нагрузкой точно 1 мин, после чего по индикатору отсчитывают глубину погружения конуса.

Груз подбирают такой, чтобы глубина погружения конуса была в пределах 0,7—0,8 см.

«Твердость», или правильное «предельное напряжение сдвига», рассчитывают по формуле

$$Q = K \frac{P}{h^2},$$

где  $Q$  — твердость,  $г/см^2$ ;

$K$  — константа прибора, при 45 °С равная 0,416;

$P$  — нагрузка,  $г$ ;

$h$  — глубина погружения конуса,  $см$ .

Определение проводят с тремя параллельными пробами и берут среднее арифметическое.

## 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТЕПЕНИ ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ ПОРОШКА КАКАО

Порошок какао при изготовлении просеивают через сито, имеющее 40×40 отверстий на 1  $см^2$ . При контроле степени измельчения порошка какао также пользуются ситом с 1600 отверстиями на 1  $см^2$ .

Такое сито диаметром 50 мм можно изготовить из соответствующей бронзовой или шелковой сетки. В сито помещают мягкую (рисовальную) кисточку (рис. 55) и все вместе взвешивают с точностью до 0,01 г (тара). 5 г порошка какао, взвешенного с точностью до 0,01 г, помещают в сито и просеивают, слегка его потряхивая и проводя кисточкой по сити. Конец просеивания узнают по прекращению появления на белой бумаге темных частичек какао. После просеивания сито взвешивают вместе с остатками и кисточкой, выражая результат в процентах.

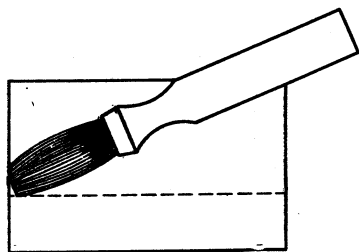


Рис. 55. Сито с кисточкой.

## 7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ ПОРОШКА КАКАО

В стакан емкостью около 200 мл помещают навеску порошка какао в количестве 2 г, взятую с точностью до 0,01 г. Навеску заваривают 100 мл кипящей дистиллированной воды и

тщательно размешивают стеклянной палочкой. После 10-минутного стояния содержимое охлаждают погружением стаканчика в воду при 18 °С и сейчас же титруют 0,1 н. раствором едкой щелочи в приборе Евстигнеева для электрометрического титрования с хингидроном (стр. 125). Для получения сходных результатов при параллельных определениях необходимо, чтобы время стояния раствора от момента заварки навески до титрования было одно и то же (примерно 20 мин).

При отсутствии прибора для электрометрического титрования поступают так: 2—3 г порошка какао, отвешенные с точностью от 0,01 г, растирают в ступке с 25 мл горячей воды в течение 2—3 мин, после чего все переносят количественно в мерную колбу на 250 мл, взбалтывают в течение 5 мин, охлаждают, разбавляют дистиллированной водой до метки и фильтруют через складчатый фильтр.

Из фильтрата берут пипеткой 50 мл, переносят в коническую колбу емкостью около 750 мл, приливают туда же примерно 450 мл прокипяченной дистиллированной воды, предварительно нейтрализованной по фенолфталеину, и титруют 0,1 н. раствором едкой щелочи.

Кислотность при визуальном титровании выражают в градусах и вычисляют по формуле

$$x = \frac{Kn \cdot 250 \cdot 100}{50g \cdot 10} = \frac{Kn \cdot 50}{g},$$

где  $K$  — поправочный коэффициент к титру 0,1 н. щелочи;  
 $n$  — количество 0,1 н. раствора едкой щелочи, пошедшее на титрование, мл;  
 $g$  — навеска порошка какао, г.

*Пример.* Навеска порошка какао взята в количестве 3,5 г в мерную колбу на 250 мл; для титрования взято 50 мл; пошло 0,7 мл 0,1 н. едкой щелочи при  $K=1$ .

Находим кислотность

$$x = \frac{0,7 \cdot 50}{3,5} = 10,0^\circ.$$

## 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА СУХОГО ОБЕЗЖИРЕННОГО МОЛОЧНОГО ОСТАТКА (СОМО) И САХАРОВ В МОЛОЧНОМ ШОКОЛАДЕ

Метод основан на окислении йодом в присутствии щелочи сахаров, находящихся в шоколаде, до и после инверсии.

До инверсии йод окисляет лактозу, а после инверсии окисляет глюкозу инвертного сахара и глюкозу инвертированной лактозы.

Методика определения следующая.

10 г тонко наскобленного молочного шоколада растворяют в химическом стакане емкостью около 250 мл в воде, нагретой

до температуры около 50 °С, и количественно переносят в мерную колбу емкостью 500 мл, смывая содержимое стакана; общий объем воды должен быть около 200—250 мл. Приливают 10 мл раствора сульфата меди (можно взять для этого раствор Фелинга I, содержащий в 1 л 69,28 г перекристаллизованной  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) и 4 мл 1 н. раствора NaOH.

Содержимое мерной колбы хорошо взбалтывают, если надо охлаждают, доливают водой до метки, снова перемешивают и через 10—15 мин фильтруют в сухую колбу (если колба влажная, то ее споласкивают 2—3 раза малыми порциями фильтрата). 1 мл фильтрата соответствует 0,02 г исследуемого шоколада.

**Определение сахаров после инверсии.** 25 мл фильтрата (соответствуют 0,5 г шоколада) пипеткой вносят в коническую колбу емкостью около 250 мл, прикрывают пробкой с продольной прорезью для сообщения с воздухом и с термометром. Прибавляют 2,5 мл раствора соляной кислоты (120 мл HCl плотностью 1,19 на 200 мл воды), перемешивают, нагревают на водяной бане до 67—69 °С и при этой температуре выдерживают точно 10 мин, после чего быстро охлаждают, прибавляют 1—2 капли метилоранжа (раствор 0,2 г в 100 мл) и нейтрализуют полученный раствор 1 н. раствором едкой щелочи до слабокислой реакции (цвет жидкости из розового делается оранжево-желтым).

В полученную жидкость приливают 25 мл 0,1 н. раствора йода и при перемешивании — 37,5 мл 0,1 н. раствора едкого натра. Закрыв пробкой, колбу помещают на 20 мин в темное место, после чего приливают 8 мл 0,5 н. раствора HCl и выделившийся йод оттитровывают 0,1 н. раствором гипосульфита в присутствии 1 мл 1%-ного раствора крахмала, добавляемого в самом конце титрования (когда раствор делается светло-желтым).

**Определение сахаров до инверсии.** Снова берут 25 мл фильтрата, приготовленного, как указано выше, из 10 г навески шоколада; приливают 25 мл 0,1 н. раствора йода и 37,5 мл 0,1 н. едкого натра. Через 20 мин после выстойки в темном месте приливают 8 мл 0,5 н. HCl и выделившийся йод оттитровывают 0,1 н. раствором гипосульфита.

Для установления соотношения 0,1 н. йода и 0,1 н. гипосульфита проводят холостой опыт в условиях, описанных выше при определении сахаров до инверсии, взяв 25 мл воды вместо 25 мл фильтрата.

**Вычисление результатов определений.** Количество лактозы  $L$  (в %) вычисляют по формуле

$$L = \frac{(P - n) K \cdot 18,01 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot 10 \cdot 1000} = (P - n) K \cdot 3,602.$$

Количество сахарозы  $S$  % вычисляют по формуле

$$S = \frac{(n - m) K \cdot 17,1 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot 10 \cdot 1000} (n - m) K \cdot 3,42,$$

где  $K$  — коэффициент нормальности гипосульфита;

$n$  — количество гипосульфита, пошедшее на оттитровывание избытка йода, при определении сахара до инверсии;

$m$  — то же при определении сахара после инверсии;

$P$  — количество гипосульфита, идущее на 25 мл 0,1 н. йода при холостом опыте, мл;

18,01 — миллиграмм-эквивалент лактозы  $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$ ;

17,1 — миллиграмм-эквивалент сахарозы  $C_{12}H_{22}O_{11}$ .

Чтобы получить более точные результаты, следует ввести поправки, учитывая, что небольшое количество йода идет на окисление присутствующих в молоке других органических соединений и в том числе сахарозы.

Для лактозы указанная поправка равна 3%, а для сахарозы — 1% от вычисленного количества того и другого сахара; эти поправки вычитают из полученного процентного содержания сахарозы и лактозы.

В испытуемом шоколаде процент СОМО вычисляют, пользуясь табл. 21, по полученным данным содержания в нем лактозы.

Таблица 21  
Процентное содержание сухого обезжиренного молочного остатка  
в зависимости от содержания лактозы

Лактоза	СОМО	Лактоза	СОМО	Лактоза	СОМО	Лактоза	СОМО
0,19	0,36	3,62	6,8	7,04	13,3	10,47	19,7
0,38	0,72	3,81	7,2	7,23	13,7	10,66	20,1
0,57	1,08	4,00	7,6	7,43	14,0	10,85	20,4
0,76	1,44	4,19	7,9	7,62	14,4	11,04	20,8
0,95	1,80	4,38	8,3	7,81	14,8	11,23	21,1
1,14	2,20	4,57	8,6	8,00	15,1	11,42	21,5
1,33	2,50	4,76	9,0	8,19	15,5	11,61	21,8
1,52	2,9	4,95	9,4	8,38	15,8	11,80	22,2
1,71	3,2	5,14	9,7	8,57	16,2	11,99	22,5
1,90	3,6	5,33	10,1	8,76	16,6	12,18	22,9
2,09	4,0	5,52	10,4	8,95	16,9	12,37	23,2
2,28	4,3	5,71	10,8	9,14	17,3	12,56	23,6
2,48	4,7	5,90	11,2	9,33	17,6	12,75	23,9
2,67	5,0	6,09	11,5	9,52	18,0	12,90	24,3
2,86	5,4	6,28	11,9	9,71	18,3	13,13	24,6
3,05	5,8	6,47	12,2	9,90	18,7	13,32	25,0
3,24	6,1	6,66	12,6	10,09	19,0	13,54	25,3
3,43	6,5	6,85	13,0	10,28	19,4	13,70	25,7

## Глава V

### ПРОИЗВОДСТВО ДРАЖЕ И ХАЛВЫ

Контроль производства драже лишь незначительно отличается от контроля производства карамели. Здесь, как и в карамельном производстве, кроме органолептического контроля, определяется содержание сухих веществ (сахаро-паточные и поливочный сиропы, карамельная масса, конфетные массы, накатка, готовое драже); редуцирующие вещества контролируются в сахаро-паточном и поливочном сиропах, карамельной массе, готовом драже; сахарная пудра контролируется на степень измельчения.

При производстве халвы сырье в основном проходит в цехе органолептический контроль. Раствор поваренной соли для солонора и раствор мыльного корня проверяют на плотность, в обжаренных ядрах кунжута и ядрах других масличных культур контролируют содержание влаги после обжарки; после растирания в них определяют содержание жира; карамельную массу в основном проверяют на содержание редуцирующих и сухих веществ.

Готовая халва контролируется по показателям стандарта или РТУ.

Участки контроля при производстве драже и халвы с указанием частоты определений и методов перечисляются в табл. 22.

После таблицы описываются специфические методы определения: количества накатки в корпусном драже, количества лужги в подсолнечной халве и подбелковой массе.

# 1. ГЛАВНЕЙШИЕ УЧАСТКИ ПРОИЗВОДСТВА ДРАЖЕ И ХАЛВЫ, ПОДЛЕЖАЩИЕ КОНТРОЛЮ, И МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

Таблица 22

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
<b>Производство драже</b>				
Сырье и материалы, поступающие в цех				
1. Сахар, патока, фруктово-ягодные заготовки, ядра орехов и т. п. Полуфабрикаты	Каждая партия	См. «Карамельное и конфетное производство»		
2. Сахаро-паточный сироп без инверта и с инвертом	Каждая партия	Содержание сухих веществ	Рефрактометр	Стр. 46
3. Инвертный и поливинильный сиропы	Каждая партия	Содержание редуцирующих веществ	Меднощелочной или феррицианидный метод	Стр. 81—82, 88—90
4. Карамельная масса	Каждая партия	Содержание сухих веществ	Рефрактометр	Стр. 46
5. Конфетные массы для корпусов	Каждая партия	Содержание редуцирующих веществ	См. «Сахаро-паточный сироп»	
	Каждая партия	Содержание сухих веществ	Рефрактометр	Стр. 46
	Каждая партия	Содержание редуцирующих веществ	Меднощелочной или феррицианидный метод	Стр. 81—82, 88—90
6. Сахарная пудра	Каждая партия	Содержание сухих веществ	Рефрактометр в фруктовых и ликерных (если нет алкоголя), в остальных — сушка при 130 °С или на приборе Чижовой	Стр. 46, 65
Вкусовые свойства	Не реже 1 раза в смену	Содержание механических примесей	Органолептический	
Содержание механических примесей		Содержание механических примесей	Отмучивание с водой, просмотр	
Степень измельчения			Растворение в воде	
			Просеивание	

Продолжение табл. 22

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
7. Корпуса, подготовленные к глянцовке	1 раз в смену по каждому сорту	Содержание сухих веществ в накатке	Рефрактометром после приготовления раствора снятой накатки	Стр. 46
Готовые изделия	Не менее 1 раза в смену по каждому сорту	Содержание сухих веществ	Рефрактометром (если нет спирта) в ликерных, помадных, фруктовых, карамельных и бескорпусных изделиях; прочие изделия сушкой при 130 °С или на приборе Чижовой	Стр. 46, 65
		Содержание редуцирующих веществ	Меднощелочной или феррицианидный метод	Стр. 81—82, 88—90
		Кислотность	Титрование	Стр. 124, 125
		Соотношение корпуса и накатки	Косвенный метод	Стр. 181
		Число штук в 1 кг	Счет и взвешивание	
		Вкус, запах, цвет	Органолептический	
		Содержание механических примесей	Растворение в воде и отмучивание	

Производство халвы

1. Сырье, поступающее в цех: сахар, патока, кунжут, ядра подсолнечника, арахиса и др.	Каждая партия	Вкусовые свойства, содержание механических примесей	Органолептический	
2. Раствор поваренной соли	То же	Относительная плотность	Ареометром	
3. Экстракт мыльного корня	Каждая приготовленная партия	То же	То же	



Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
4. Обжаренные ядра кунжута, подсолнечного семени, арахиса	Не менее 1 раза в смену	Влажность	Сушка при 130 °С или на приборе Чижовой	Стр. 31,65
5. Тертые ядра кунжута, подсолнечного семени, арахиса	Не менее 1 раза в смену	Качество обжарки Жир	Органолептический Рефрактометр или по расчёту, если жир был определён при приемке	Стр. 46
6. Карамельная масса	Не менее 2 раз в смену	Наличие лузги в тертом подсолнухе Содержание сухих веществ Содержание редуцирующих веществ	Отмывание после обработки щелочью Рефрактометр См. «Карамельное производство»	Стр. 227
7. Готовая халва	Не менее 1 раза в смену по каждому сорту	Содержание сухих веществ Количество жира Содержание редуцирующих веществ	Сушка при 130 °С или на приборе Чижовой Рефрактометр	Стр. 31,65
	Периодически Каждый сорт посменно	Засоренность подсолнечной халвы лузгой Вкус, запах, консистенция, структура	Меднощелочной или феррицианидный метод Отмывание после обработки щелочью Органолептический	Стр. 227

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА НАКАТКИ В КОРПУСНОМ ДРАЖЕ-

Количество накатки (вместе с гляncем) может быть определено непосредственно взвешиванием некоторого количества штук корпусов до и после накатки.

При исследовании готового драже или взятого из торговой сети поступают так же, как и при определении соотношения оболочки и начинки в карамели косвенным методом (стр. 181).

## 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ЛУЗГИ В ПОДСОЛНЕЧНОЙ ХАЛВЕ ИЛИ ПОДБЕЛКОВОЙ МАССЕ

10 г подбелковой массы или халвы помещают в коническую колбу емкостью около 500 мл, приливают 200 мл 2%-ного раствора едкого натра, нагревают до кипения и кипятят 15 мин. При кипячении жидкость сильно вспенивается и может быть выброшена из колбы, поэтому нагреватель следует приспособить так, чтобы его можно было отводить в сторону. Пользоваться электроплиткой здесь, конечно, нельзя.

Перед нагреванием на колбе отмечают уровень жидкости.

После кипячения содержимое колбы доливают водой до метки, дают осадку отстояться и жидкость осторожно сливают с осадка в стакан, избегая переноса осадка.

В колбу опять наливают около 200 мл воды температурой 50—60 °С, взбалтывают и все содержимое выливают в другой стакан.

Если в первом стакане на дне будет обнаружена лузга, то жидкость сливают до уровня лузги и оставшуюся лузгу переносят во второй стакан.

Лузгу промывают путем декантации 4—5 раз, беря каждый раз около 200 мл теплой воды. После этого лузгу переносят в фарфоровую чашку, смывая ее водой, выпаривают воду на водяной бане досуха, остаток из чашки переносят в сухую взвешенную бюксу, сушат в течение часа при 120—130 °С, охлаждают и взвешивают.

При обработке щелочью экстрактивные вещества лузги переходят в раствор, и выход лузги, как установлено экспериментально, составляет в среднем 60%.

С учетом этой поправки количество лузги (в %) в халве или подбелковой массе можно вычислить по формуле

$$x = \frac{a \cdot 100}{10 \cdot 0,6} = 16,7 a,$$

где  $a$  — вес лузги в бюксе, г.

## Глава VI.

### ПРОИЗВОДСТВО МУЧНЫХ КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЙ

При производстве мучных кондитерских изделий сырье, поступающее в цех, подвергается контролю на содержание механических примесей и сухих веществ; такому же контролю подвергаются полуфабрикаты: крошки, тесто, сиропы, помада, желе.

В готовых изделиях контролируется содержание сухих веществ, сахара и жира, щелочность, проверяется соотношение полуфабриката и отделки.

В табл. 23, помещенной ниже, перечисляются, начиная с поступающего в цех сырья, полуфабрикаты и готовые мучные кондитерские изделия, подлежащие контролю, с указанием частоты определений различных показателей и рекомендуемых методов контроля.

Из специфических методов контроля, имеющих отношение к мучным изделиям, приводится описание методов определения количества сырой клейковины в пшеничной муке, водопоглотительной способности муки, определения сортов крахмала при помощи микроскопа, количества соли в сливочном масле и в печенье, набухаемости галет и пористости печенья; дается метод определения соотношения отделки и выпеченного полуфабриката в тортах и пирожных.

**1. ГЛАВНЕЙШИЕ УЧАСТКИ ПРОИЗВОДСТВА ПЕЧЕНЬЯ, ПРЯНИКОВ, ВАФЕЛЬ, СДОБЫ, ПИРОЖНЫХ И ТОРГОВ, ПОДЛЕЖАЩИЕ КОНТРОЛЮ, И МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ**

Таблица 23

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
<b>Производство печенья, сдобы, галет и пряников</b>				
Сырье, поступающее в цех, и полуфабрикаты 1. Мука пшеничная.	Каждая партия	Содержание сухих веществ	Сушка при 130°С в течение 40 мин или на приборе Чижовой	Стр. 31, 65
	Не менее 1 раза в смену	Количество сырой клейковины Вкус, запах Содержание механических и ферропримесей Содержание ферропримесей, посторонних примесей Сухие вещества Вкусовые свойства Механические примеси	Отмывание Органолептический Просмотр, отмучивание, магнитом Магнитом, просеивание, растворение в воде Рефрактометром Органолептический Просмотром, растворением в воде Органолептический	Стр. 234
2. Сахар-песок, сахарная пудра 3. Пагока, фруктовые заготовки, мед	Каждая партия	Вкус, запах	То же	
4. Жир: сливочное масло, маргарин 5. Яйца и яйцапродукты	Каждая партия То же	Содержание сухих веществ	То же Сушка; ориентировочно — рефрактометром Рефрактометром Медношелочной или феррианидный метод	Стр. 46 Стр. 81—82, 98—99
6. Инвертный сироп	»	То же Содержание редуцирующих веществ		

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
7. Начинки разные	Не менее 1 раза в смену	Содержание сухих веществ	Фруктовые, помадные—рефрактометром; прочие — сушкой при 130 °С или на приборе Чижовой	
8. Крошка	Не менее 3—4 раз в смену	Вкус, запах, консистенция и т. п.	Органолептический	
9. Раствор соли	Каждая ириготовленная порция	Содержание металлических примесей	Магнитом, просмотр	
10. Тесто	Не менее 1 раза в смену по каждому штампу	Относительная плотность	Ареометром	
Готовые изделия	Не менее 2 раз в смену по каждому сорту	Запах, консистенция, структура и т. п.	Органолептический	Стр.31,65
		Влажность	Высушивание или на приборе Чижовой	Стр.31,65
		Содержание сухих веществ	Сушка при 130 °С в течение 40 мин или на приборе Чижовой	Стр. 130
		Щелочность	Титрование	
		Содержание сахара, жира	По расчету	
		Вкус, запах, нористость, структура, внешний вид	Органолептический	

## Производство вафель

Сырье, поступающее в цех, и полуфабрикаты

- Мука, сахарная пудра, жиры

Каждая партия

См. «Производство печеня»

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
2. Яичный желток	1—2 раза в смену	Вкус, запах Содержание сухих веществ	Органолептический	Стр. 31, 65
3. Тесто	То же	»	Высушивание; ориентировочно—рефрактометром	Стр. 31, 65
4. Листы вафельные (облатки)	Не менее 1 раза в смену	Вкус, запах, внешний вид	То же	
5. Готовые изделия	Не менее 1 раза в смену по каждому сорту	Соотношение облаток и начинки Кислотность Содержание сахара, жира Содержание сухих веществ	Органолептический Косвенный; ориентировочно—прямой метод Титрование По расчету Высушивание или на приборе Чижовой	Стр. 181 Стр. 124, 125 Стр. 31, 65
<b>Производство пирожных, тортов</b>				
Сырье, поступающее в цех 1. Мука пшеничная	Каждая партия	Влажность Количество сырой клейковины Вкус, запах и пр. Содержание механических примесей	Сушка или на приборе Чижовой Отмывание Органолептический Промомер, просеивание	Стр. 31, 65 Стр. 234
2. Сахар и сахарная пудра	Не менее 1 раза в смену по каждой партии	Содержание ферропримесей Содержание посторонних примесей Содержание ферропримесей	Магнитом Просеивание, растворение в воде Магнитом	Стр. 163 Стр. 163

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
3. Коровье масло, маргарин	Каждая партия	Влажность	Нагревание навески в чашке до прекращения потрескивания	
4. Яйца, мелаиж, белки, желтки	То же	Вкус, запах	Органолептический	
5. Молоко, сливки	»	Влажность	Высушивание; ориентировочно—рефрактометром	
6. Молоко сгущенное	»	Вкус, запах	Органолептический	Стр. 124.
7. Крахмал картофельный	»	Кислотность	То же	125
8. Подварки, фруктово-ягодные иачинки, варенье, цукаты	Каждая партия по сортам	Вкус, запах, растворимость в воде	Титрование	Стр. 124, 125
9. Ядра орехов и кофе жареный	Каждая партия	Влажность	Высушивание или на приборе Чижовой	Стр. 31, 65
		Запах, загрязненность	Органолептический	
		Содержание металлических примесей	Магнитом	
		Содержание сухих веществ	Рефрактометром или сушка при 130 °С, или на приборе Чижовой	
		Вкусовые свойства	Органолептический	
		Содержание механических посторонних примесей	Просмотр, растворение в воде	
		Вкусовые свойства	Органолептический	

Объекты контроля	Как часто проводится контроль	Что контролируется	Метод контроля	Ссылка на метод
10. Порошок какао	Каждая партия	Содержание механических и ферропримесей	Просеивание, магнитом	Стр. 46, 31
Полуфабрикаты	То же	Содержание сухих веществ	Сахарные и инвертный—рефрактометром, прочие—сушка при 130 °С	Стр. 60, 31, 65
11. Сыропы разные	То же	То же	По Кульману или сушка при 130 °С, или на приборе Чижовой	Стр. 46
12. Кремы	1—2 раза в смену по сортам	»	Рефрактометром	Стр. 31, 65
13. Помада	1—2 раза в смену	»	Высушивание при 130 °С или на приборе Чижовой	Стр. 46
14. Тесто разное	1 раз в смену по сортам	»	Рефрактометром	Стр. 31, 65
15. Желе	1 раз в смену	»	Сушка при 130 °С или на приборе Чижовой	Стр. 31, 65
Готовые изделия	По каждому сорту или группе	Соотношение полуфабриката и отделки	Расчет, в отдельных случаях аналитический метод	Стр. 239
16. Пирожные, торты и пр.	По каждому сорту или группе	Содержание сахара и жира	Взвешивание	Стр. 239
		Вес 1 шт.	Органолептический	
		Вкус, запах, внешняя характеристика		



## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА СЫРОЙ КЛЕЙКОВИНЫ В ПШЕНИЧНОЙ МУКЕ

Навеску муки в количестве 25 г в фарфоровой чашке замешивают с половинным количеством водопроводной воды. Замешивание ведут до тех пор, пока тесто не станет совершенно однородным; приставшие к пальцам частицы теста счищают ножом и присоединяют к общей массе. По окончании замеса тесто оставляют в покое на 30 мин, чтобы мука равномерно пропиталась водой.

Затем в какую-нибудь чашку (хорошо пользоваться эмалированной или алюминиевой чашкой диаметром около 15—20 см) наливают воду температурой 15—20 °С, погружают в нее тесто и начинают отмывать крахмал, разминая тесто пальцами и наблюдая, чтобы кусочки его не отрывались. По мере накопления отмытого крахмала промывную воду меняют не менее 3—4 раз, процеживая ее через частое проволочное сито для улавливания кусочков клейковины, которые собирают и присоединяют к общей массе.

По мере отмывания крахмала клейковина, вначале мягкая и рвущаяся, становится более крепкой и упругой, поэтому в дальнейшем отмывание крахмала можно вести более энергично и до тех пор, пока не прекратится помутнение промывной воды.

После этого в стакан с чистой водой отжимают из комка отмытой клейковины несколько капель воды; если не будет наблюдаться мути, то отмывание считается законченным.

Отмытую клейковину хорошо отжимают руками и взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г. После взвешивания клейковину промывают еще раз в течение нескольких минут, отжимают и снова взвешивают. Разница в массе не должна превышать 0,05 г. Полученное количество сырой клейковины (в г) умножают на 4 (при навеске 25 г) и получают процент сырой клейковины.

Отмытую клейковину оценивают органолептически по цвету, растяжимости и эластичности.

Хорошая мука дает клейковину светло-желтого цвета; темная клейковина обычно получается из плохой муки.

Растяжимость клейковины определяют путем растягивания клейковинного жгутика над линейкой с делениями до момента его разрыва. Если жгутик, растягиваясь до 20 см, рвется, то растяжимость клейковины считается малой, если разрыв происходит до 30—35 см, растяжимость считается средней, до 80 см — большой. Если при большой растяжимости вытянутая клейковина сокращается слабо, то это свидетельствует о пониженном качестве ее.

Под эластичностью клейковины понимают способность растянутого клейковинного жгутика принимать первоначальный

размер после того, как на него перестанут действовать растягивающие усилия.

Эластичные свойства клейковины находятся в обратной зависимости от ее растяжимости.

Крепкая клейковина, сопротивляющаяся разрыву и в то же время эластичная, характеризует хорошие хлебопекарные качества муки; мягкая неэластичная клейковина, чрезмерно растяжимая — верный признак слабой муки, муки пониженных хлебопекарных достоинств.

### 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОРТА КРАХМАЛА МИКРОСКОПОМ

Строение крахмальных зерен, их форма и величина дают возможность выяснить природу крахмала, а следовательно, и его свойства и установить пригодность его для той или иной цели.

Определение формы, величины и структуры крахмальных зерен производится при помощи микроскопа (рис. 56).

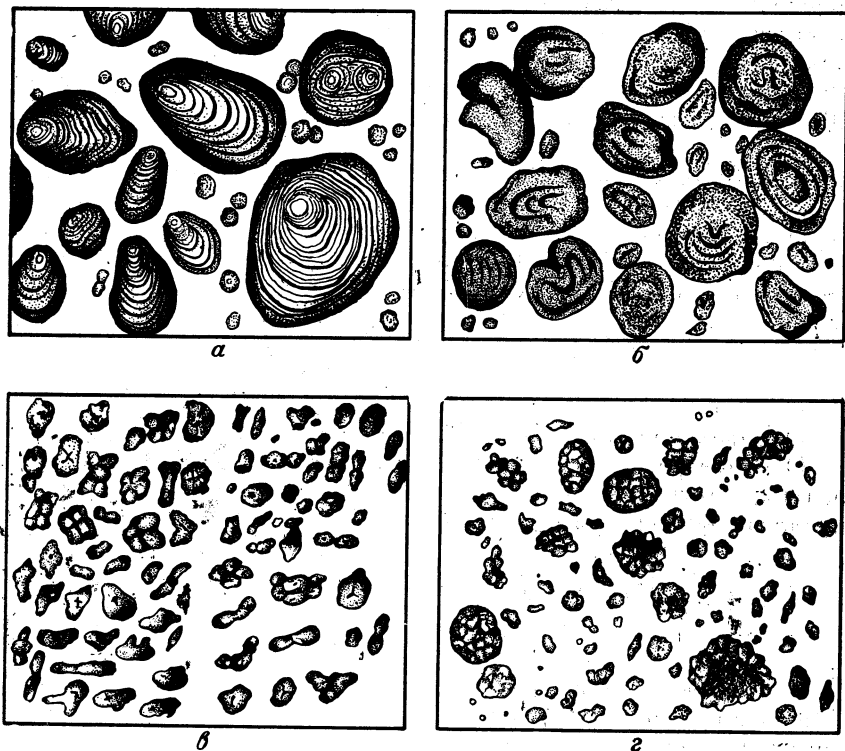


Рис. 56. Зерна крахмала под микроскопом:  
а — картофельного; б — пшеничного; в — кукурузного; г — рисового.

Для этого стеклянной палочкой помещают на предметное стекло каплю разведенного в воде исследуемого крахмала и накрывают покровным стеклом. Избыток воды удаляют кусочком фильтровальной бумаги, прикладываемым к краю покровного стекла.

Чтобы отличить крахмальные зерна от других примесей, препарат окрашивают слабым раствором йода в йодистом калии; при этом крахмальные зерна окрашиваются в синий и голубой цвета.

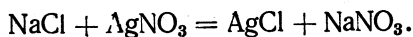
Окрашивание проводят так. На предметное стекло у одного из краев покровного стекла помещают каплю йодного раствора, а к противоположному краю прикладывают полоску фильтровальной бумаги. В силу капиллярности под покровное стекло проникает йодный раствор и окрашивает крахмальные зерна.

Тот или иной вид крахмала характеризуется величиной крахмальных зерен, их формой, расположением трещинок на них.

Зерна картофельного крахмала имеют чечевицеобразную форму в виде раковины, величина их около 70 мкм; зерна пшеничного крахмала — почти круглые, частично с трещинками, величина зерен до 36 мкм; зерна кукурузного крахмала мельче пшеничного — 10—25 мкм, форма их угловатая; зерна рисового крахмала мельче кукурузного (размер их не более 10 мкм), угловатые, похожие на кристаллы.

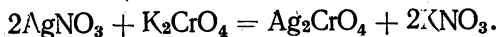
#### 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА СОЛИ В СОЛЕНОМ СЛИВОЧНОМ МАСЛЕ

Определение количества поваренной соли основано на свойстве раствора азотнокислого серебра образовывать с раствором хлористого натрия нерастворимый осадок хлористого серебра:



Определение проводится объемным методом.

О конце реакции узнают по образованию кирпично-красного осадка, получающегося при взаимодействии свободного азотнокислого серебра с раствором хромовокислого калия:



Если взять раствор хлористого натрия, прибавить к нему несколько капель раствора хромовокислого калия и начать приливать раствор азотнокислого серебра, то вначале будет выпадать творожистый белый осадок хлористого серебра; как только все ионы хлора будут удалены из раствора, следующая

капля раствора азотнокислого серебра вступит в реакцию с хромовокислым калием, образовав осадок хромовокислого серебра кирпично-красного цвета. Реакция проводится в нейтральной или слабощелочной среде.

Для титрования берут 0,1 н. раствор азотнокислого серебра и насыщенный раствор хромовокислого калия.

Определение проводится так. Отвешивают 5 г сливочного масла с точностью до 0,01 г, помещают его в делительную воронку емкостью около 100 мл, приливают пипеткой 50 мл воды, нагретой до 50—55 °С, дают маслу растопиться, сильно взбалтывают в течение 1—2 мин, дают жиру подняться и остыть, после чего большую часть водной вытяжки сливают в химический стакан емкостью около 100 мл. Затем берут пипеткой 10 мл вытяжки, прибавляют три капли насыщенного раствора хромовокислого калия и титруют 0,1 н. раствором азотнокислого серебра до появления кирпично-красного окрашивания.

1 мл 0,1 н. раствора азотнокислого серебра соответствует 0,00585 г хлористого натрия.

Количество соли (в %) вычисляют по формуле

$$x = \frac{Kn \cdot 0,00585 \cdot 50 \cdot 100}{10g} = \frac{Kn \cdot 2,925}{g},$$

где  $K$  — коэффициент нормальности 0,1 н. раствора азотнокислого серебра;

$n$  — количество 0,1 н. азотнокислого серебра, пошедшего при титровании, мл;

$g$  — навеска масла, г.

*Пример.* Навеска масла 5,02 г обработана 50 мл воды; взято 10 мл для титрования; поправочный коэффициент 0,1 н. раствора  $\text{AgNO}_3$  равен 0,9890. При титровании пошло 3,4 мл 0,1 н. раствора азотнокислого серебра. Определить содержание соли в масле:

$$x = \frac{0,9890 \cdot 3,4 \cdot 2,925}{5,02} = 1,95 \%$$

## 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ПОВАРЕННОЙ СОЛИ В ПЕЧЕНЬЕ

Количество поваренной соли в печенье определяют тем же методом, что и в сливочном масле, только навеску печенья предварительно сжигают.

Для этого берут около 10 г подготовленной пробы печенья, взвешенного с точностью до 0,01 г, помещают навеску в фарфоровый тигель или фарфоровую чашку и осторожно сжигают до полного обугливания.

Уголь, если он спекся, раздавливают пестиком, после чего обливают небольшим количеством горячей воды, перемешивают и фильтруют в коническую колбу емкостью около 200 мл.

Извлечение небольшими порциями горячей воды проводят не менее 4 раз.

Общий объем жидкости не должен превышать 75 мл. Дают жидкости в колбе остыть, после чего титруют 0,1 н. раствором азотнокислого серебра по способу, описанному выше.

Количество соли в процентах вычисляют по формуле

$$x = \frac{Kn \cdot 0,00585 \cdot 100}{g} = \frac{0,585Kn}{g}$$

## 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАБУХАЕМОСТИ ГАЛЕТ

Набухаемостью называется отношение веса намокшей за определенный промежуток времени галеты к весу сухой галеты, выраженное в процентах.

Для определения набухаемости галету разламывают пополам, обе половинки взвешивают на технических весах с точностью до 0,01 г и погружают в стакан с водой при комнатной температуре так, чтобы они находились под водой. Через 5 мин обе половинки вынимают, лишнюю влагу с поверхности удаляют фильтровальной бумагой или ватой и взвешивают.

Если масса галеты до намокания равна  $g_1$ , после намокания  $g_2$ , то набухаемость галет  $P$  можно вычислить по формуле

$$P = \frac{g_1}{g_2} 100.$$

## 7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ПЕЧЕНЬЯ, ПРЯНИКОВ И ГАЛЕТ

Метод основан на погружении в воду изделия, предварительно взвешенного и покрытого слоем парафина. По изменению массы запарафинированного изделия в воздухе и воде определяют его объем и плотность.

Определение проводят следующим образом. Отбирают среднюю пробу выпеченного изделия, готового к упаковке, из которой берут одно изделие, например галету, взвешивают на специальных технических весах с точностью до 0,01 г и погружают на мгновение в фарфоровую чашку с расплавленным парафином, имеющим температуру, близкую к началу застывания. После застывания парафина на поверхности галеты последнюю снова взвешивают и по разности определяют массу парафина.

Запарафинированную галету помещают в специальную подвеску Сигалья, изготовленную из латунной или железной луженой проволоки (рис. 57).

Одна сторона подвески в виде стерженька  $I$  вынимается из петель для помещения

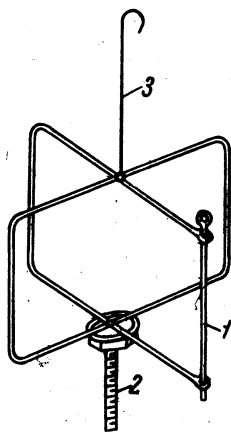


Рис. 57. Подвеска для определения плотности печенья, пряников и галет.

внутри изделия. В центре к нижней части подвески припаян небольшой болтик 2, на который можно навинчивать гайки в том случае, если подвеска с изделием всплывает при погружении в воду. Объем, занимаемый подвеской, и ее массу необходимо определить заранее.

Подвеску с галетой укрепляют проволочкой 3 на крючке коромысла приспособленных для этой цели технических весов. Под галету подводят стакан с дистиллированной водой, имеющей температуру 20 °С, погружают подвеску с галетой в воду и взвешивают.

По разнице массы галеты в воздухе и в воде (с учетом массы и объема парафина и подвески) определяют массу и объем галеты.

Плотность галеты  $D$  ( $г/см^3$ ) можно вычислить по формуле

$$D = \frac{a}{\frac{k - k_1}{d} - \left( \frac{b - b_1}{d} + \frac{a_1 - a}{d_1} \right)},$$

- где  $a$  — масса галеты в воздухе,  $г$ ;  
 $a_1$  — масса запарафинированной галеты в воздухе,  $г$ ;  
 $d$  — плотность воды при 20 °С;  
 $d_1$  — плотность парафина (в среднем 0,9  $г/см^3$ );  
 $b$  — масса подвески в воздухе,  $г$ ;  
 $b_1$  — масса подвески в воде,  $г$ ;  
 $k$  — масса подвески с запарафинированной галетой в воздухе,  $г$ ;  
 $k_1$  — масса подвески с запарафинированной галетой в воде,  $г$ .

На основе экспериментальных данных, полученных на фабрике «Большевик», можно дать следующую характеристику пористости печенья и пряников (табл. 24).

Таблица 24

Характеристика пористости печенья и пряников в зависимости от их плотности

Пористость	Плотность, $г/см^3$		
	печенья сахарного	печенья затяжного	пряников
Хорошая	Не более 0,60	Не более 0,55	Не более 0,56
Средняя	Не более 0,63	Не более 0,58	Не более 0,62
Плохая	0,64 и выше	0,59 и выше	0,63 и выше

## 8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СООТНОШЕНИЯ ЗАГОТОВКИ И ПОЛУФАБРИКАТА В ТОРТАХ И ПИРОЖНЫХ

Определить количество отделки и мучнистого полуфабриката в торте или пирожном довольно трудно; трудности усугубляются тем, что, кроме рецептов на эти изделия, пока нет нор-

мативов, указывающих допускаемые пределы отклонений составных частей.

Определить соотношение видимых составных частей, например крема и бисквита в пирожном или торте, можно несколькими способами.

Способ, применяемый на производстве, — по фактическому расходу полуфабрикатов — дает лишь общую картину соотношения их, но не конкретизирует их по сортам.

Лучшим будет косвенный метод, описанный выше для определения составных частей карамели или конфет (стр. 181). Показатель, который в данном случае нужно определить, может быть любой: влажность, жир, сахар. Мы рекомендуем пользоваться показателем влажности, определяя его по методу высушивания при  $130^{\circ}\text{C}$  в течение 50 мин с песком или на приборе К. Н. Чижовой с применением пластинок и взвешиванием в горячем состоянии по способу ВНИИКП (способ Б. В. Кафки). В последнем случае одно определение займет не более 10—15 мин.

Методика заключается в следующем. Берут не менее трех пирожных; в одном осторожно, не задевая мучную часть, отбирают отделку, в другом — мучную часть, а третье измельчают целиком. В каждой пробе определяют влажность и вычисляют соотношение отделки и полуфабриката по формуле, приведенной на стр. 182.

## 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ЙОДА В ПРОДУКТАХ КОНДИТЕРСКОГО ПРОИЗВОДСТВА

2—10 г тонко измельченного материала смешивают в тигле с двойным количеством поташа и смачивают водой. Смесь высушивают (лучше пользоваться инфракрасной лампой), а затем осторожно обугливают до прекращения выделения летучих веществ. После этого массу прокаливают в муфеле при  $550^{\circ}\text{C}$  в течение 45—60 мин. Прокаленный остаток смешивают с 15—20 мл воды, раздавливают стеклянной палочкой, осторожно кипятят некоторое время и количественно фильтруют в коническую колбу емкостью 200 мл, промывая фильтр 5—6 раз горячей водой. Фильтрат осторожно подкисляют серной кислотой по индикаторной бумаге до прекращения выделения  $\text{CO}_2$ . Кислый раствор переносят в делительную воронку, прибавляют 15 мл  $\text{CCl}_4$  и 5 мл 10%-ного раствора  $\text{NaNO}_2$  и все встряхивают в делительной воронке в течение 1 мин. Окрасившийся йодом слой  $\text{CCl}_4$  сливают в кювету фотоэлектроколориметра (рекомендуется фотоэлектроколориметр ФЭК-М или ФЭК-56) и проводят колориметрирование при зеленом свето-фильтре (определяют оптическую плотность).

Для построения калибровочной кривой пользуются стандартным раствором КJ, содержащим 0,02 мг йода в 1 мл.

Для этого в несколько делительных воронок (не менее 5) наливают по 50 мл воды и соответственно 1; 2; 5; 10 и 20 мл стандартного раствора КJ. Остальные реактивы ( $H_2SO_4$  для подкисления,  $NaNO_2$ ,  $CCl_4$ ) добавляют в последовательности, указанной выше. После экстрагирования йода получают окрашенные растворы  $CCl_4$ , содержащие 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; и 0,4 мг йода в 1 мл, которые колориметрируют при зеленом свето-фильтре, применяя кювету 1 см. Калибровочную кривую строят на миллиметровке, откладывая на оси абсцисс миллиграммы йода, а на ординате — значения оптической плотности.

По этой кривой рассчитывают содержание йода в продукте. Стандартный раствор КJ готовят растворением в воде 1,3080 г х.ч. этой соли в мерной колбе емкостью 1 л; 10 мл этого раствора разбавляют водой в мерной колбе на 500 мл до метки. 1 мл этого раствора содержит 20 мкг йода.

Во всех случаях следует пользоваться дважды перегнанной водой.

#### **10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ЯИЦ (МЕЛАНЖА) В ПЕЧЕНЬЕ, БИСКВИТЕ ВАФЕЛЬНЫХ ЛИСТАХ И БУЛОЧНЫХ ИЗДЕЛИЯХ<sup>1</sup>**

Метод основан на определении в изделиях свободных стеролов массовым способом в виде дигитонидов (соединения стеролов с дигитонином).

Для определения требуются: ацетон, серный эфир (обезвоженный), хлороформ, бензол, спирт-ректификат и свежеприготовленный 0,5%-ный раствор дигитонина в спирте крепостью 80% об.; для ускорения растворения дигитонина спирт нагревают до 50—70 °С. Спирт нужной концентрации готовят добавлением 22,5 мл воды к 100 мл спирта крепостью 96% об.

Для определения берут подготовленную лабораторную пробу, освобожденную от всяких включений (изюм, цукаты, повидло и т. п.) и поверхностной отделки. В булочных изделиях и бисквите анализируют только мягкую часть (мякиш), печенье и вафельные листы исследуют целиком. Подготовленная к анализу проба подвергается измельчению, если надо — с просеиванием через сито с ячейками размером 0,5 мм, после чего пробу помещают в банку и плотно закрывают.

Для определения стеролы экстрагируют либо спирто-бензольной смесью (1 : 1), либо ацетоном.

Ацетоновый способ — более быстрый, приводится ниже. Для печенья берут навеску 5 г (с точностью до 0,01 г), а для бисквита — 1 г (с точностью до 0,001 г). Для сдобных сортов

<sup>1</sup> Способ А. В. Мильского и А. Я. Гайдукович.



печенья, содержащих большой процент меланжа и жира (печенье «Домашнее», «Сдобное сахарное», «Мозаика») берут навеску 2 г, для вафельных листов — 3 г.

Навеску помещают в коническую колбу емкостью около 200 мл с обратным холодильником на шлифе, приливают ацетон в количестве 20 мл на каждый грамм навески, колбу помещают в водяную баню и экстрагируют стеролы в течение 1 ч при анализе печенья и 40 мин при анализе бисквита при умеренном кипении растворителя.

По окончании экстрагирования содержимое колбы охлаждают под краном до комнатной температуры и фильтруют через стеклянный фильтр № 3. Колбу и фильтр промывают 3—4 раза небольшими порциями ацетона, после чего ацетон отгоняют из фильтрата не до конца, а оставляя 5—10 мл экстракта.

Для осаждения стеролов дигитонином к полученным 5—10 мл ацетонового экстракта, содержащего извлеченные из навески стеролы, добавляют 5—6 мл свежеприготовленного 0,5%-ного раствора дигитонина (на 1 мг предполагаемого содержания холестерина следует прибавить от 1 до 2 мл раствора дигитонина).

Содержимое в колбе взбалтывают и выпаривают на водяной бане досуха (под тягой), к остатку добавляют 50 мл горячей воды, взбалтывают, слабо кипятят 2—3 мин для растворения избытка дигитонина.

Охладив затем жидкость примерно до 60°C, добавляют 25 мл ацетона, снова нагревают на водяной бане до кипения и в горячем состоянии фильтруют при слабом отсасывании через предварительно высушенный и взвешенный стеклянный фильтр (тигель) № 3. Фильтрацию следует вести малыми порциями, поддерживая фильтруемую жидкость в горячем состоянии на водяной бане.

После того как отфильтруют примерно 40 мл жидкости, в колбу добавляют 25 мл ацетона, подогревают и продолжают фильтровать, время от времени взмучивая осадок на фильтре стеклянной палочкой. Фильтрацию заканчивают, последовательно промывая колбочку, а затем и осадок на фильтре 8 мл ацетона, 15 мл серного эфира, 10 мл хлороформа и снова 15 мл эфира.

Перед каждым заполнением фильтра промывающей жидкостью отсасывание прерывают.

Затем фильтр (тигель) снаружи тщательно вытирают и высушивают в сушильном шкафу при 100—105°C в течение 30—40 мин.

Охладив фильтр в эксикаторе, его взвешивают с точностью до 0,0002 г. После этого вычисляют количество стеролов в 100 г исследуемого продукта в пересчете на сухое вещество, предварительно умножив массу осадка на коэффициент 0,243.

Так как различные виды применяемого сырья также содержат стеролы, то, учитывая рецептурные дозировки, необходимо вычитать количество стеролов сырья и эту величину вычесть из общего количества стеролов, полученного по описанному выше методу.

В табл. 25 приводятся данные, характеризующие количество стеролов в различных видах сырья.

Разность между найденной аналитической величиной стеролов (общее содержание стеролов) и рассчитанной величиной (кроме яиц) пересчитывается на количество яиц в продукции (в сухом веществе), принимая во внимание, что 1 г сухого вещества яиц (меланжа) содержит 21 мг стеролов, а 1 г сухого вещества желтков — 34 мг стеролов.

Таблица 25

[Содержание стеролов в 100 г сухого вещества в зависимости от вида сырья]

Сырье	Содержание стеролов, мг %	Сырье	Содержание стеролов, мг %
Желтки куриного яйца . . .	3400	Ядра лещинного ореха и кешью . . . . .	100
Куриное яйцо . . . . .	2100	Молоко	
Фосфатид подсолнечный (концентрат) . . . . .	700	цельное и сухое . . . . .	100
Дрожжи . . . . .	250	обезжиренное и сухое	
Коровье масло . . . . .	300	обезжиренное . . . . .	20
Маргарин сливочный . . . . .	230	сгущенное цельное с сахаром . . . . .	49
Маргарин и кухонные жиры	200	сгущенное обезжиренное с сахаром . . . . .	7,5
Ядра грецкого ореха и миндаля . . . . .	150	Какао порошок . . . . .	50
Мука пшеничная высшего и I сорта . . . . .	7,5		

Формула для расчета результатов анализа будет иметь следующий вид:

$$x = \left[ \frac{a \cdot 0,243 \cdot 100 \cdot 1000 \cdot 100}{g(100 - W)} - S \right] : 21,$$

где  $x$  — содержание сухого вещества яйцепродуктов в сухом веществе исследуемого изделия, %;

0,243 — коэффициент для пересчета массы осадка (дигитонидов) на количестве стеролов во взятой навеске;

$g$  — навеска изделия, г;

$W$  — влажность изделия, %;

S — количество стеролов, содержащихся в 100-г сухого вещества исследуемого изделия за счет сырья (кроме яиц), мг;

a — масса осадка дигитонидов стеролов после сушки, г;

21 — количество стеролов, содержащихся в 1 г сухого вещества яиц (меланжа), мг.

Если требуется произвести пересчет на количество желтков, то вместо 21 мг делят на 34 мг.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать (% на сухое вещество яиц):

для печенья и булочных изделий . . . . .	0,2
для вафельных листов . . . . .	0,3
для бисквита . . . . .	0,5

*Пример.* Анализируется печенья «К чаю». Навеска печенья 5,000 г. Масса осадка дигитонидов стерола 0,0110 г. Влажность печенья 5%.

Общее количество стеролов, мг/100 г сухого вещества печенья, будет

$$\frac{0,0110 \cdot 0,243 \cdot 100 \cdot 1000 \cdot 100}{5(100 - 5)} = 56,27 \text{ мг.}$$

При расчете количество стеролов в сырье (кроме яиц) по рецептуре для данного печенья, т.е. в муке, маргарине, молоке, составило 26,34 мг/100 г сухих веществ.

Следовательно, на долю яиц на 100 г сухого вещества печенья приходится

$$56,27 - 26,34 = 29,93 \text{ мг стеролов,}$$

а это количество стеролов соответствует

$$\frac{29,93}{21} = 1,43 \% \text{ сухого вещества яиц (меланжа).}$$

**Примечание.** Помимо техники определения, на точность влияют естественные колебания в содержании стеролов в компонентах рецептуры, поэтому если отклонения результатов анализа от расчетных данных не превышают 0,3% на сухое вещество яиц для печенья и булочных изделий, 0,5% — для вафельных листов и 1,0% — для бисквита, то эти отклонения не следует считать нарушением рецептуры.

# Раздел третий

## ОСНОВНЫЕ РЕАКТИВЫ И ИХ ПРИГОТОВЛЕНИЕ

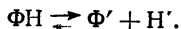
### Глава I

#### ИНДИКАТОРЫ

Реактивы, применяемые для определения конца реакции, называются индикаторами.

Эти реактивы большей частью являются красящими веществами, относящимися к очень слабым кислотам или слабым основаниям; есть индикаторы бесцветные, как, например, фенолфталеин в нейтральной или кислой среде; он дает окраску только в щелочной среде. Чтобы индикатор мог функционировать, он должен в недиссоциированном состоянии иметь другой цвет, чем цвет его ионов.

Разберем это на следующем примере. Фенолфталеин является очень слабой кислотой, диссоциирующей при растворении в воде на ионы в крайне слабой степени. Схематически это можно изобразить так:



Электрически нейтральная молекула фенолфталеина ФН бесцветна; бесцветен и водный раствор его. Ион Ф' имеет красный цвет, но этих ионов из-за ничтожной диссоциации очень мало и все они уравновешены ионами Н'. Однако стоит только прибавить к раствору ничтожное количество сильного основания, например NaOH, которое хорошо диссоциирует на Na<sup>·</sup> и OH<sup>'</sup>, как раствор примет красную окраску.

Объясняется это тем, что ионы OH<sup>'</sup>, встречаясь с ионами Н', образуют почти недиссоциированную воду; благодаря этому новые молекулы ФН распадутся на ионы Ф' и Н', пока, наконец, в растворе не окажется столько Ф'-ионов, что красная окраска станет заметной.

Количество индикаторов, применяемых при титровании, очень велико; мы назовем лишь те из них, которые обычно применяются в практике лабораторного контроля.

**Фенолфталеин.** Применяется для титрования неорганических и органических кислот и сильных оснований; для аммиака он непригоден; непригоден он и для титрования углекислых щелочей.

Для пользования фенолфталеином как индикатором 1 г его растворяют в 100 мл 95—96%-ного спирта. Раствор фенолфталеина от щелочей краснеет, от кислот — обесцвечивается.

**Метилоранж.** Представляет собой слабую кислоту (сульфокислоту диметиламиноазобензола) или ее натриевую соль; применяется для титрования сильных кислот, сильных и слабых оснований. В нейтральном и щелочном растворе имеет желтую окраску, в кислом — розовую.

Если титровать при метилоранже фосфорную кислоту, то переход розовой окраски в желтую наступает после нейтрализации  $\frac{1}{3}$  всего количества фосфорной кислоты (фосфорная кислота трехосновная). При титровании сернистой кислоты окраска изменяется после нейтрализации половины всей кислоты.

Готовят водный раствор метилоранжа, содержащий 0,1—0,2 г этого индикатора в 100 мл дистиллированной воды; вода должна быть горячая. После охлаждения раствор фильтруют.

**Лакмус.** Применяется для титрования органических и сильных неорганических кислот, едких щелочей и гидратов окисей щелочноземельных металлов и аммиака; с лакмусом можно титровать карбонаты, но только при нагревании. Красящее начало лакмуса — азолитмин. В продаже лакмус имеется в виде небольших кубиков в смеси с углекислым калием.

Пользоваться продажным лакмусом не рекомендуется, так как находящиеся в нем примеси дают нечистую окраску раствора.

Очистку лакмуса производят следующим образом. Кусочки лакмуса помещают в колбу, прибавляют спирт крепостью 85% об., при частом помешивании нагревают на водяной бане и сливают раствор. Эту операцию повторяют 3 раза, удаляя путем выщелачивания посторонние нечувствительные красящие вещества. После этого остаток в колбе выщелачивают горячей водой, сливая жидкость в цилиндр.

Спустя несколько дней прозрачный раствор из цилиндра сливают сифоном. Раствор упаривают до  $\frac{2}{3}$  первоначального объема и насыщают уксусной кислотой для разложения имеющейся углекислой соли калия. Затем жидкость выпаривают до сиропообразной консистенции и приливают большое количество спирта консистенцией 90% об.; при этом выпадает синее красящее вещество и уксуснокислый калий. Осадок отфильтровывают, промывают спиртом и растворяют в воде из такого расчета, чтобы три капли полученного раствора явственно окрашивали 50 мл воды.

Переход красной окраски лакмуса к синей происходит при рН 6, а синей окраски к красной при рН 7.

Лакмусовые индикаторные нейтральные бумажки готовят погружением фильтровальной бумаги в нейтральный раствор лакмуса (фиолетовый). Для получения красной или синей

лакмусовой бумаги к нейтральному раствору лакмуса прибавляют либо разбавленную серную кислоту, либо разбавленную едкую щелочь до покраснения или до посинения.

После пропитки бумагу высушивают.

Раствор лакмуса следует сохранять в склянке с ватной пробкой; в герметически закрытой таре лакмус плесневеет и приходит в негодность.

**Бромтимоловый синий.** Применяется при определении щелочности печени, при титровании аммиака, при определении азота.

В щелочном растворе имеет голубую окраску, в кислом — желтую; промежуточная окраска зеленая.

Готовят раствор из расчета 1 г красителя в 100 мл спирта.

**Метиленовая синяя.** Применяется при определении редуцирующих сахаров в процессе титрования раствором редуцирующего сахара жидкости Фелинга или щелочного раствора феррицианида. Служит для определения конца реакции при окислении указанными реактивами редуцирующего сахара. В случае наличия ничтожного избытка редуцирующего сахара при кипячении в щелочной среде метиленовая синяя обесцвечивается.

Готовят водный раствор индикатора, содержащий 1 г красителя в 100 мл воды; после растворения сини и охлаждения жидкость фильтруют.

**Раствор крахмала.** Применяется как индикатор при йодометрическом титровании.

Раствор крахмала готовят из расчета 1 г в 100 мл воды. Навеску крахмала помещают в ступку или чашку, прибавляют немного воды, растирают в кашу пестиком и все медленно переносят в стакан с кипящей водой. Смесь кипятят около 1 мин, охлаждают и сливают в сосуд. Полученный раствор может храниться не более недели, после чего его заменяют новым.

Чтобы предотвратить плесневение крахмального раствора, рекомендуется его консервировать поваренной солью (15—20 г в 100 мл) или прибавлением 1—2 капель ртути.

*Другой способ консервирования* — стерилизация. Бутылочки с крахмальным раствором закрывают ватной пробкой и ставят в кипящую водяную баню на 2 ч.

**Раствор хромовокислого калия.** Применяется как индикатор при определении поваренной соли титрованием раствором азотнокислого серебра.

40 г  $K_2CrO_4$  растворяют в 100 мл воды при комнатной температуре.

## ТИТРОВАННЫЕ РАСТВОРЫ И ДРУГИЕ РЕАКТИВЫ

Растворы, содержащие в единице объема известное количество вещества, называются титрованными; количество вещества в 1 мл раствора называется его титром.

Нормальным раствором называют такой раствор, в литре которого содержится 1 грамм-эквивалент соответствующего вещества.

При аналитических работах редко пользуются нормальными растворами, так как они слишком концентрированные; обычно применяют 0,5; 0,2; 0,1; 0,05 и 0,01 и даже в очень редких и специальных случаях 0,001 нормальные растворы.

Нормальные растворы удобны тем, что они реагируют один с другим в одинаковых объемах.

### ОБЩИЕ ПРАВИЛА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ТИТРОВАННЫХ РАСТВОРОВ

Для приготовления титрованного раствора определенной нормальности отвешивают соответствующее количество химически чистого вещества и растворяют его в воде в мерной колбе соответствующего объема. Навеску вещества берут из расчета того объема, который желают приготовить.

Например, для приготовления 5 л 0,1 н. раствора едкого кали, грамм-эквивалент которого равен 56,112, надо взять  $5,6112 \cdot 5 = 28,0560$  г КОН и растворить взятую навеску в таком количестве воды, чтобы объем полученного раствора равнялся 5 л.

Однако не всегда бывает возможно взять испытуемое вещество в таком количестве, чтобы получился раствор требуемой нормальности. Так, растворы едких щелочей можно приготовить лишь приблизительной нормальности, точное же содержание в них NaOH или КОН узнают только после установки титра.

Для установки титра применяют химически чистые реактивы, из которых готовят растворы точной нормальности. Например, для установки титра раствора едкой щелочи применяют химически чистую щавелевую кислоту  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ .

молекулярный вес которой равен 126,047; эта кислота двух-основная, поэтому ее грамм-эквивалент равен

$$\frac{126,047}{2} = 63,023.$$

Для установки титра серной или соляной кислоты можно пользоваться химически чистым углекислым натрием или бурой. Грамм-эквивалент углекислого натрия

$$\frac{\text{Na}_2\text{CO}_3}{2} = \frac{106}{2} = 53,$$

а буры

$$\frac{\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}}{2} = \frac{382,3}{2} = 191,15.$$

Можно пользоваться и титрованным раствором едкой щелочи, титр которой точно установлен по щавелевой кислоте.

Приготовление титрованных растворов таких кислот, как соляная, серная, азотная, уксусная, осложняется тем, что величина навески зависит от концентрации этих кислот. Приходится пользоваться специальными таблицами, в которых указана плотность кислоты и соответствующее ей содержание кислоты в процентах и в 1000 мл. Эти таблицы помещены в соответствующих справочниках [27].

Если, например, плотность серной кислоты равна 1,82 г/см<sup>3</sup> при 20°С, то 100 вес. ч. этой кислоты содержат 91 г H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, а 1 л содержит 1656 г H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Имея эти данные, легко рассчитать, какое количество серной кислоты надо взять в граммах или миллилитрах, чтобы получить раствор кислоты требуемой нормальности. В этом случае также получают растворы приближенной нормальности и требуется установка титра.

При приготовлении титрованных растворов, которые служат для установки титра, навески реактива берут на аналитических весах с точностью до 0,2 мг (щавелевая кислота, углекислый натрий, бура и т. п.).

Те реактивы, которые служат для приготовления в массовом количестве рабочих титрованных растворов (едкие щелочи, кислоты, гипосульфит и др.), титр которых приходится устанавливать, отвешивают на технических весах с точностью не более 0,1 г (едкие щелочи, серная кислота, гипосульфит и др.) или берут объемами пипеткой, мерным цилиндром (кислоты соляная, серная, уксусная и др.).

При отвешивании требуемого количества вещества на аналитических весах в качестве тары берут часовое стекло, химический стаканчик, бюксу, куда помещают навеску.



Мерная посуда применяется в виде мерных колб емкостью 100, 200, 250, 500 и 1000 мл. Колбы должны быть прокалиброваны, т. е. должен быть точно установлен и отмечен их объем.

При калибровании колб емкостью 100 и 200 мл применяют технические весы, позволяющие взвешивать с точностью до 0,01 г.

Мерная колба, как и вся мерная посуда, применяемая при титровании, должна быть абсолютно чистая, вымытая хромовой смесью и спиртовым раствором щелочи.

Чистоту посуды проверяют так. Наполняют ее доверху дистиллированной водой, а потом воду выливают. В абсолютно чистой посуде на стенках не должно оставаться капель.

Колбы калибруют следующим образом. Сухую колбу тарируют, наполняют дистиллированной водой точно до метки и взвешивают с точностью до 0,01 г, если объем колбы 100, 200 и 250 мл, и с точностью до 0,1 г, если объем колбы 500 и 1000 мл. Так как объем колб установлен при 20°C, то и воду следует брать с температурой 20°C (с отклонениями не более  $\pm 1^\circ\text{C}$ ). Объем мерной колбы  $V$  вычисляют по формуле

$$V = \frac{P}{d},$$

где  $P$  — вес воды в колбе, г;

$d$  — видимая плотность воды, при 20°C равная 0,99717.

Делают не менее трех определений и берут среднее арифметическое.

Пипетки калибруют взвешиванием воды, отмеренной пипеткой и слитой во взвешенную колбу, закрывающуюся пробкой.

При калибровании бюреток взвешивают воду, выпускаемую из бюретки в объеме по 5 мл, начиная от нуля; таким образом для бюретки на 25 мл потребуется пять последовательных взвешиваний.

Когда мерная колба прокалибрована, то навеску берут исходя из фактического объема этой колбы, а не из того объема, который обозначен на колбе.

Взятую на аналитических весах навеску переносят без потерь крайне аккуратно (или, как говорят, количественно) в мерную колбу, в горло которой вставлена стеклянная воронка тара и воронку осторожно споласкивают дистиллированной водой, пользуясь промывалкой, и доливают колбу водой до метки.

Во всех случаях применяют дистиллированную воду.

### Титрованный раствор едкой щелочи

Грамм-эквивалент  $\text{NaOH} = 40,005$ , а  $\text{KOH} = 56,112$ .

Количество  $\text{NaOH}$  или  $\text{KOH}$ , необходимое для приготовления растворов разной нормальности, указано в табл. 26.

Таблица 26

Навеска щелочи на 1 л раствора в зависимости от нормальности раствора

Нормальность раствора	Количество, г	
	NaOH	KOH
1,0	40,005	56,112
0,5	20,002	28,052
0,1	4,001	5,6112

Едкий натр и едкое кали всегда содержат на поверхности кусков углекислые соли, поэтому навеску берут в несколько большем количестве и перед растворением отвешенные куски едкой щелочи споласкивают водой.

Для приготовления 1 л 0,5 н. раствора едкой щелочи отвешивают едкого натра 23 г, едкого кали 31 г в фарфоровой чашке, обливают куски щелочи водой, сливают воду и растворяют щелочь. Полученный раствор сливают из чашки через воронку в мерную колбу емкостью 1 л. Охлаждают содержимое колбы до комнатной температуры и разбавляют водой до метки.

Присутствие остатков углекислой щелочи препятствует пользованию фенолфталеином как индикатором. Поэтому перед разбавлением раствора щелочи водой до метки в мерную колбу вносят хлористый барий в количестве 1—1,5 г на 1 л, растворенный в небольшом количестве воды. Определять титр и пользоваться таким раствором можно лишь после того, как образовавшийся  $\text{BaCO}_3$  осядет на дно склянки, на что требуется около суток.

Для установки титра пользуются химически чистой щавелевой кислотой.

Грамм-эквивалент этой кислоты равен 63,023. Готовят либо титрованный раствор соответствующей нормальности, либо берут отдельные навески.

Для приготовления раствора берут навеску щавелевой кислоты из расчета на 100 или 200 мл, величина которой в зависимости от нормальности раствора приведена в табл. 27.

При титровании берут пипеткой 20 или 25 мл раствора щавелевой кислоты соответствующей нормальности в коническую колбу емкостью 100—200 мл, прибавляют 2—3 капли фенолфталеина и титруют раствором едкой щелочи до не исчезающего слабо-розового окрашивания.

По результатам титрования вычисляют титр едкой щелочи или поправочный коэффициент.

**Навеска щавелевой кислоты в зависимости  
от нормальности раствора**

Нормальность раствора	Количество $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (в г) в мерной колбе на	
	100 мл	200 мл
1,0	6,3023	12,6046
0,5	3,1512	6,3023
0,1	0,6302	1,2605

*Пример.* Устанавливают титр 0,1 н. раствора едкого натра по 0,1 н. раствору щавелевой кислоты.

Для титрования взято 25 мл раствора щавелевой кислоты; пошло при титровании 26,1 мл 0,1 н. раствора едкого натра.

Как видно, взятый раствор 0,1 н. NaOH слабее, чем точный 0,1 н. раствор.

Определяем коэффициент нормальности, или поправочный коэффициент, на который при расчетах результатов анализа умножают количество титрованного раствора в миллилитрах, затраченного при титровании.

В нашем примере этот поправочный коэффициент можно найти из равенства

$$25 = 26,1K,$$

откуда

$$K = \frac{25}{26,1} = 0,9579.$$

Соответственно титр этого раствора по NaOH будет

$$T = \frac{0,1 \cdot 0,9579 \cdot 40}{1000} = 0,003832 \text{ г.}$$

Для получения более точных результатов, не зависящих от объемов мерной колбы и пипетки, от неточности при разведении, рекомендуется пользоваться отдельными навесками реактива, применяемого при установке титра. Так, например, в приведенном нами случае вместо приготовления 100 мл 0,1 н. раствора щавелевой кислоты можно взять навеску щавелевой кислоты 0,1576 г, перенести ее в колбу для титрования, разбавить водой примерно до объема 25 мл и протитровать 0,1 н. раствором едкого натра, коэффициент нормальности которого хотят определить.

Можно поступить еще проще, так как необязательно брать навеску точно 0,1576 г. Для этого берут навеску около 0,15 г, взвешивая ее с точностью до 0,2 мг, растворяют в воде и титруют 0,1 н. раствором едкого натра.

*Пример.* Навеска щавелевой кислоты получилась равной 0,1495 г. При титровании ее раствором 0,1 н. раствором едкого натра пошло 24,8 мл.

Чтобы найти величину поправочного коэффициента, необходимо узнать

какому количеству 0,1 н. раствора щавелевой кислоты в миллилитрах соответствует навеска 0,1495 г. Это количество раствора равно

$$\frac{0,1495 \cdot 25}{0,1576} = 23,7 \text{ мл.}$$

Таким образом, коэффициент нормальности  $K$  раствора едкого натра будет равен

$$K = \frac{23,7}{24,8} = 0,9557.$$

### Титрованный раствор серной и соляной кислоты

Грамм-эквивалент серной кислоты равен 49,04, соляной кислоты — 36,468. Количество  $H_2SO_4$  и  $HCl$ , необходимое для приготовления 1 л растворов различной нормальности, указано в табл. 28.

Т а б л и ц а 28

Количество серной и соляной кислоты на 1 л раствора в зависимости от его нормальности

Нормальность приготавливае- мого раствора	Количество в 1 л раствора	
	$H_2SO_4$ , г	$HCl$ , г
1,0	49,040	36,468
0,5	24,520	18,234
0,1	4,904	3,647

Химически чистую серную или соляную кислоту берут в количестве, зависящем от их плотности. Серная кислота обычно имеет плотность при 20°C 1,82—1,84 соляная кислота — 1,18 — 1,19 г/см<sup>3</sup>.

Предположим, требуется приготовить 5 л 0,1 н. раствора серной кислоты, плотность которой равна 1,82. По таблице, указанной на стр. 356 в «Справочнике химика» [27], соответственно находим, что 100 вес. ч. этой серной кислоты содержат 91 г  $H_2SO_4$ , а 1 л ее содержит 1656 г  $H_2SO_4$ .

Таким образом, для приготовления 5 л 0,1 н. раствора серной кислоты надо взять

$$\frac{4,904 \cdot 100 \cdot 5}{91} = 26,94 \text{ г,}$$

или

$$\frac{4,904 \cdot 1000 \cdot 5}{1656} = 12,39 \text{ мл серной кислоты плотностью 1,82.}$$

Отвешенную или отмеренную по объему кислоту вливают осторожно в воду, переносят в мерную колбу емкостью 5 л и разбавляют водой до метки, споласкивая стакан водой.

Устанавливают титр кислоты по углекислому натрию или по буре.

Предположим, что мы устанавливаем титр приготовленной 0,1 н. серной кислоты по соде.

Грамм-эквивалент соды равен  $\frac{\text{Na}_2\text{CO}_3}{2} = 53$  г. Для приготовления 100 мл 0,1 н. раствора соды надо взять 0,53 г химически чистой безводной соды и растворить ее в воде в мерной колбе емкостью 100 мл.

Для титрования возьмем 25 мл, т. е.  $\frac{0,53}{4} = 0,1325$  г соды.

Титруют 0,1 н. раствором серной кислоты при индикаторе метилоранже до розового окрашивания.

Пусть на титрование пошло 24,5 мл 0,1 н. серной кислоты, коэффициент нормальности будет равен

$$K = \frac{25}{24,5} = 1,0204.$$

Если имеется 0,1 н. раствор едкой щелочи, титр которой точно установлен, то этот раствор можно использовать как стандартный для установки титра 0,1 н. раствора серной кислоты.

Для этого отмеривают из бюретки 25 мл 0,1 н. раствора едкой щелочи и титруют приготовленным раствором кислоты.

*Пример.* Для установки титра 0,1 н. раствора серной кислоты взято 25 мл 0,1 н. раствора едкого натра с поправочным коэффициентом 0,9557. Титрование было сделано с индикатором фенолфталеином.

Пошло при титровании 25,1 мл 0,1 н. раствора серной кислоты.

Требуется вычислить коэффициент нормальности к титру 0,1 н. раствора серной кислоты.

Коэффициент нормальности  $K$ , очевидно, будет равен

$$K = \frac{25 \cdot 0,9557}{25,1} = 0,9532.$$

(Умножая 25 мл едкого натра на его коэффициент нормальности, мы тем самым переводим этот объем на соответствующий объем точно 0,1 н. раствора едкого натра.)

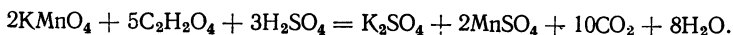
### Титрованный раствор марганцовокислого калия

Грамм-эквивалент марганцовокислого калия как окислителя в кислой среде равен 31,606 г.

Для приготовления 1 л 0,1 н. раствора надо взять 3,1606 г. Для этого отвешивают 3,2 г перманганата, растворяют его в воде, переносят в мерную литровую колбу и разбавляют водой.

до метки. Титр устанавливают через 6—8 дней по щавелевой кислоте.

Реакция окисления щавелевой кислоты идет в кислом растворе по следующему уравнению:



Для окисления 1 грамм-эквивалента щавелевой кислоты требуется  $\frac{1}{5}$  молекулы марганцовокислого калия, т. е. 31,606 г  $\text{KMnO}_4$  отвечают 63,02 г  $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

Для установки титра 0,1 н. раствора перманганата готовят точный 0,1 н. раствор щавелевой кислоты.

Для приготовления 100 мл 0,1 н. раствора щавелевой кислоты берут навеску 0,6302 г и растворяют ее в воде в мерной колбе емкостью 100 мл, доводя объем жидкости до метки.

Для установки титра берут 25 мл 0,1 н. раствора щавелевой кислоты, прибавляют 15 мл 20%-ной серной кислоты, около 50 мл горячей дистиллированной воды и из бюретки со стеклянным краном приливают раствор перманганата до тех пор, пока жидкость не окрасится в слабо-розовый цвет.

Коэффициент нормальности  $K$  вычисляя разделив взятое число миллилитров щавелевой кислоты на число миллилитров перманганата, пошедшего при титровании.

Вместо приготовления точно 0,1 н. раствора щавелевой кислоты для установки титра перманганата можно пользоваться отдельной навеской этой кислоты, взятой в количестве 0,15—0,20 г с точностью до 0,2 мг, как об этом было сказано при установке титра раствора едкой щелочи.

Титрованные растворы перманганата сохраняются без изменения очень долгое время, если приняты меры против попадания в раствор пыли и восстанавливающих паров.

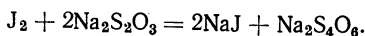
Растворы щавелевой кислоты не следует готовить в запас на длительное время.

Сохраняемость титрованного раствора щавелевой кислоты, применяемой для установки титра перманганата, можно значительно повысить путем добавления 50 мл концентрированной серной кислоты из расчета на 1 л раствора; в этом случае титр сохраняется без изменения 7—8 месяцев.

### Титрованный раствор гипосульфита

Обычно применяют 0,1 н. раствор гипосульфита при определении йодометрическим методом сахара, сернистой кислоты, редуцирующих веществ в крахмальной патоке и т. п. Во всех определениях гипосульфит применяют для титрования йода.

Между йодом и гипосульфитом происходит следующая реакция:



Таким образом, грамм-эквивалент гипосульфита в этой реакции будет равен

$$\frac{2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{2} = 248,22 \text{ г.}$$

Для приготовления 0,1 н. раствора гипосульфита берут навеску этой соли в количестве 24,822 г на 1 л воды.

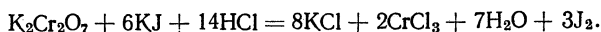
Так как углекислота воздуха разлагающе действует на раствор гипосульфита, то навеску берут в количестве 25 г на технических весах, растворяют ее в прокипяченной воде в мерной колбе на 1 л и оставляют стоять в темном месте. Титр устанавливают через 8—14 дней.

Рекомендуется сразу приготовить запас раствора в количестве не менее 5 л.

Титр гипосульфита, если раствор хорошо защищен от действия углекислоты воздуха, сохраняется без изменения долгое время; проверку титра можно делать 1 раз в 2—3 месяца.

Титр гипосульфита устанавливают по йоду, приготовляя точный 0,1 н. раствор йода или выделяя йод в растворе действием окислителей на йодистый калий в присутствии кислоты.

Последний способ применяется чаще всего и основан на следующей реакции между хромпиком (окислителем) и йодистым калием:



Из этой реакции видно, что 1 грамм-атом йода отвечает  $1/6$  грамм-молекулы двуххромовокислого калия.

Таким образом, если приготовить точный 0,1 н. раствор химически чистого хромпика, то 1 мл этого раствора будет отвечать такому количеству йода, которое содержалось бы в 1 мл 0,1 н. раствора йода.

Молекулярный вес  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  равен 294,23;  $1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 49,038$

Для приготовления 0,1 н. раствора хромпика в количестве 1 л надо взять на аналитических весах навеску 4,9038 г.

Химически чистый хромпик можно получить трехкратной перекристаллизацией из воды обычного бихромата калия; полученную влажную кристаллическую муку высушивают в фарфоровой чашке при постоянном помешивании на кипящей водяной бане, после чего сушат до постоянного веса при  $130^\circ\text{C}$ .

Титр гипосульфита устанавливают следующим образом. В коническую колбу емкостью около 0,4—0,5 л вносят 1—2 г чистого йодистого калия, прибавляют 2—3 мл воды, растворяют йодистый калий, приливают 5 мл соляной кислоты (1:5), после чего пипеткой вливают 20 или 25 мл 0,1 н. раствора хромпика. Колбу сразу же прикрывают сверху часовым стеклом, дают постоять полминуты, затем приливают 200 мл воды и титруют

выделившийся йод 0,1 н. раствором гипосульфита до получения зеленовато-желтого окрашивания. После этого прибавляют 2—3 мл раствора крахмала и продолжают титрование до перехода синей окраски в светло-зеленую. Коэффициент нормальности  $K$  вычисляют по формуле

$$K = \frac{V}{n},$$

где  $V$  — объем 0,1 н. раствора хромпика, взятый для титрования, *мл*;  
 $n$  — количество гипосульфита, пошедшего на титрование, *мл*.

### Титрованный раствор йода

Грамм-эквивалент йода равен 126,93.

Для приготовления 0,1 н. раствора йода берут навеску химически чистого йода в количестве 12,693 г на 1 л.

Так как продажный йод загрязнен хлором, бромом, иногда цианом, часто содержит воду, то его следует очистить. Для очистки берут некоторое количество продажного йода, растирают в ступке с йодистым калием из расчета 3 г  $KJ$  на 10 г препарата йода;  $KJ$ , реагируя с хлором и бромом, выделяет йод, превращаясь в калийную соль бромисто- и йодистоводородной кислоты. Смесь ссыпают в сухой фарфоровый или химический стакан, который обертывают тонким асбестовым картоном, накрывают сверху стеклянной воронкой и, поместив стакан на асбестовую сетку, нагревают над очень маленьким пламенем спиртовой или газовой горелки. Йод быстро возгоняется, оседая в виде кристаллической корки на внутренних стенках воронки. Собрав йод, его снова подвергают возгонке, но уже без йодистого калия. Кристаллы йода раздавливают в ступке, ссыпают в бюкс и ставят в эксикатор над хлористым кальцием до полной просушки на 24 ч.

Полученный химически чистый йод может идти на приготовление титрованного раствора йода.

Ввиду того что титрованный раствор йода очень быстро меняет свой титр, можно в целях рационализации работы готовить 0,1 н. раствор йода следующим образом: 100 мл 0,2 н. раствора хромпика (9,8076 г  $K_2Cr_2O_7$  в 1 л) вносят пипеткой в мерную колбу на 200 мл, прибавляют 10 г йодистого калия, растворенного в минимальном количестве воды, прибавляют 20 мл соляной кислоты (плотностью 1,19) и доводят объем водой до метки.

Полученный раствор йода будет точно 0,1 н. и не потребует установки титра.



*Пример.* Имеется раствор йода; требуется вычислить его концентрацию, если при титровании 20 мл этого раствора 0,1 н. раствором гипосульфита пошло 14,6 мл. Коэффициент нормальности гипосульфита равен 1,008.

Количество йода в 20 мл йодного раствора будет равно

$$14,6 \cdot 1,008 \cdot 0,01269 = 0,1868 \text{ г.}$$

Количество йода в 1 л йодного раствора равно

$$0,1868 \cdot 50 = 9,340 \text{ г.}$$

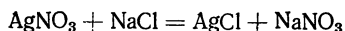
### Титрованный раствор азотнокислого серебра

Грамм-эквивалент  $\text{AgNO}_3$  равен 169,888.

Для приготовления 0,1 н. раствора берут 17 г азотнокислого серебра и растворяют в воде в мерной литровой колбе.

Титр раствора устанавливают по 0,1 н. раствору химически чистой поваренной соли; эту соль готовят из перекристаллизованного чистого хлористого натрия. Перекристаллизацию производят путем выпаривания насыщенного раствора. Высушенные кристаллы  $\text{NaCl}$ , прежде чем брать навеску, следует поместить в фарфоровый тигель и нагревать на небольшом пламени горелки до тех пор, пока не прекратится потрескивание, вызванное испарением воды, захваченной отдельными кристаллами соли.

По реакции



одна молекула азотнокислого серебра отвечает одной молекуле хлористого натрия.

Следовательно, 0,1 н. раствор хлористого натрия должен содержать 5,8454 г  $\text{NaCl}$  в 1 л.

Удобнее устанавливать титр  $\text{AgNO}_3$ , исходя из определенной навески химически чистого хлористого натрия, отвечающей содержанию  $\text{NaCl}$  в определенном объеме 0,1 н. раствора. Навеску берут на аналитических весах с точностью до 0,2 мг, растворяют примерно в 20—25 мл воды, прибавляют в качестве индикатора 2—3 капли насыщенного раствора хромовокислого калия и титруют из бюретки со стеклянным крапом 0,1 н. раствором азотнокислого серебра до появления не исчезающего при взбалтывании красновато-бурого окрашивания.

*Пример.* Для установки титра 0,1 н. раствора  $\text{AgNO}_3$  взята навеска хлористого натрия в количестве 0,15 г. При титровании пошло 25,7 мл 0,1 н. раствора азотнокислого серебра. Вычислить коэффициент нормальности  $K$  для 0,1 н. раствора  $\text{AgNO}_3$ :

$$K = \frac{1000 \cdot 0,1500}{5,845 \cdot 25,7} = 1,00.$$

Раствор  $\text{AgNO}_3$  точно децинормальный.

**Растворы для жидкости Фелинга**

Приготовление этих растворов см. стр. 69—72.

**Щелочной медноцитратный раствор (раствор Лuffфа)**

Приготовление этого раствора описано на стр. 80—81 при йодометрическом методе определения сахара.

**Щелочной раствор феррицианида (красной кровяной соли)**

Готовят два раствора.

а) Раствор красной кровяной соли. 10 г химически чистой красной кровяной соли  $K_3Fe(CN)_6$ , взятые на технических весах с точностью до 0,01 г, растворяют в воде, переносят в мерную литровую колбу и разбавляют водой до метки.

Приготовленным раствором можно пользоваться через сутки. Если образуется осадок, то раствор фильтруют.

б) 1,25 н. раствор едкой щелочи. Около 60 г чистого едкого натра (75 г едкого кали) в фарфоровой чашке споласкивают дистиллированной водой и, растворив в воде, переносят в мерную литровую колбу, разбавив водой до метки. Затем отмеривают пипеткой 25 мл в коническую колбу, прибавляют три капли метилоранжа и титруют 1,25 н. раствором щавелевой кислоты до ясно-розового окрашивания.

Так как при определениях сахаров большое значение имеет концентрация раствора щелочи, то раствор должен быть точно 1,25 н.

Если при титровании на 25 мл едкого натра пошло, например, 26,1 мл 1,25 н. раствора щавелевой кислоты, то ясно, что к каждому 25 мл раствора щелочи надо добавить 1,1 мл воды, чтобы раствор щелочи стал 1,25 н.

Так как у нас раствор щелочи был приготовлен в количестве 1 л, а для титрования мы израсходовали 25 мл этого раствора, то, следовательно, к данному раствору надо добавить воды

$$\frac{975 \cdot 1,1}{25} = 42,9 \text{ мл.}$$

Таблица I  
**Определение сухих веществ в сиропах и карамельной массе, содержащих патоку, по относительной плотности раствора**

Относительная плотность раствора 20 г в 100 мл) D 20	Процент сухих веществ в сиропах и карамельной массе с разным содержанием сухих веществ патоки				
	7,2% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 10 ч. патоки)	13,4% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 20 ч. патоки)	18,9% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 30 ч. патоки)	23,7% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 40 ч. патоки)	28% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 50 ч. патоки)
1,0517	67,21	67,12	67,05	66,99	66,93
18	35	25	18	67,11	67,06
19	48	39	31	25	19
1,0520	62	52	44	38	31
21	75	66	57	51	44
22	89	79	71	64	57
23	68,02	92	84	76	70
24	16	68,06	97	89	83
25	29	19	68,10	68,02	95
26	41	31	23	15	68,08
27	54	45	35	27	21
28	66	57	48	40	33
29	78	70	60	53	46
1,0530	91	81	73	66	59
31	69,03	94	85	78	
32	15	69,06	98	91	
33	28	18	69,10	69,04	
34	40	31	23	16	69,10
35	54	45	36	29	23
36	68	58	40	42	35
37	82	72	63	55	48
38	96	85	76	68	60
39	70,10	99	90	81	73
1,0540	23	70,12	70,03	94	86
41	37	26	16	70,07	98

Относительная плотность раствора 0 г в 100 мг) D 20	Процент сухих веществ в сиропах и карамельной массе с разным содержанием сухих веществ патоки				
	7,2 % сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 10 ч. патоки)	13,4% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 20 ч. патоки)	18,9% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 30 ч. патоки)	23,7% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 40 ч. патоки)	28% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 50 ч. патоки)
42	51	39	29	20	70,11
43	64	52	42	33.	24
44	76	65	54	45	37
45	88	77	67	58	50
46	71,01	89	80	71	63
47	13	71,02	93	83	76
48	25	14	71,05	96	87
49	38	27	18	71,09	71,01
1,0550	50	39	31	22	12
51	63	52	43	34	27
1,0552	71,76	71,65	71,56	71,47	71,40
53	90	78	69	60	52
54	72,03	92	82	73	65
55	17	72,05	95	86	77
56	30	18	72,08	99	90
57	43	31	21	72,11	72,02
58	57	44	34	24	15
59	70	58	47	37	28
1,0560	82	71	60	50	41
61	95	83	72	63	54
62	73,07	96	85	76	67
63	20	73,08	98	89	80
64	32	21	73,10	73,02	93
65	44	33	23	14	73,06
66	57	46	36	27	19
67	69	58	49	40	32
68	82	71	61	52	45
69	96	85	74	65	58
1,0570	74,10	99	88	78	70
71	23	74,12	74,00	91	83
72	37	26	13	74,04	95
73	51	40	27	17	74,08
74	65	54	40	30	20
75	79	67	53	42	33
76	93	79	66	55	45
77	75,05	91	77	66	56
78	17	75,02	89	78	67

Относительная плотность раствора (20 г в 100 мл) D <sub>20</sub> <sup>20</sup>	Процент сухих веществ в сиропах и карамельной массе с разным содержанием сухих веществ патоки				
	7,2% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 10 ч. патоки)	13,4% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 20 ч. патоки)	18,9% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 30 ч. патоки)	23,7% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 40 ч. патоки)	28% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 50 ч. патоки)
79	29	14	75,00	90	78
1,0580	41	26	12	75,01	89
81	53	38	23	12	75,00
82	65	49	34	23	11
83	77	61	46	34	22
84	89	73	57	45	33
85	76,01	84	69	56	44
86	16	99	84	71	59
87	30	76,13	98	87	74
88	45	28	76,13	76,00	89
89	59	42	28	15	76,04
1,0590	74	57	43	30	19
91	88	71	57	45	34
92	77,03	81	72	59	48
93	17	77,01	87	74	63
94	29	14	77,00	87	76
95	42	26	13	77,00	89
96	54	39	26	13	77,02
97	67	52	39	26	16
98	79	65	52	40	29
99	91	77	65	53	42
1,0600	78,04	77,90	77,77	77,66	77,55
01	16	78,03	90	79	69
02	29	15	78,03	92	82
03	43	29	16	78,05	97
04	57	42	30	18	78,10
05	71	56	43	31	22
06	85	69	56	44	35
07	99	83	70	57	48
08	79,12	97	83	70	60
09	26	79,10	96	83	72
1,0610	40	24	79,09	96	84
11	52	36	22	79,09	97
12	65	49	34	21	79,10
13	77	61	47	34	22
14	90	74	59	47	35
15	80,02	86	72	60	48
16	14	98	85	72	60
17	27	80,11	97	85	74
18	39	23	80,10	98	86
19	52	36	22	80,10	99
1,0620	65	49	35	23	80,11
21	78	62	48	36	25
22	91	74	60	48	37
23	81,03	87	73	61	50
24	16	81,00	86	74	63
25	29	13	99	87	76
26	42	26	81,12	81,00	89

Относительная плотность раствора (20 г в 100 мл) D <sub>20</sub> <sup>20</sup>	Процент сухих веществ в сиропах и карамельной массе с разным содержанием сухих веществ патоки				
	7,2% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 10 ч. патоки)	13,4% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 20 ч. патоки)	18,9% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 30 ч. патоки)	23,7% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 40 ч. патоки)	28% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 50 ч. патоки)
27	55	38	24	12	81,04
28	67	51	37	25	14
29	80	64	50	38	27
1,0630	94	77	63	51	39
31	82,07	90	76	63	52
32	21	82,03	89	76	64
33	34	17	82,02	89	77
34	47	30	15	82,02	89
35	61	43	28	14	82,02
36	74	56	41	27	14
37	87	69	54	40	27
38	83,00	82	67	53	40
39	13	95	80	66	53
1,0640	26	83,08	93	79	66
41	39	21	83,06	92	80
42	51	34	19	83,05	93
43	64	47	32	18	83,06
44	77	60	45	31	19
45	90	73	57	44	32
46	84,04	86	71	57	45
47	17	99	84	70	58
48	31	84,13	97	83	70
49	44	26	84,10	96	83
1,0650	84,58	84,39	84,24	84,08	83,96
51	71	52	37	21	84,09
52	85	65	50	34	21
53	98	79	62	47	34
54	85,11	92	75	60	47
55	24	85,05	88	73	60
56	36	18	85,01	86	73
57	49	31	14	99	86
58	62	44	27	85,12	99
59	75	57	40	25	85,12
1,0660	88	70	53	38	25
61	86,00	83	66	41	38
62	13	96	78	64	51
63	26	86,07	92	77	64
64	39	21	86,05	91	78
65	52	34	19	86,04	81
66	65	47	32	17	86,05
67	78	61	45	31	18
68	91	74	58	44	31
69	87,04	87	71	57	45
1,0670	17	87,00	85	70	58
71	30	13	97	84	72
72	44	27	87,10	97	84
73	58	40	24	87,10	97

Относительная плотность раствора (20 г в 100 мл) D 20	Процент сухих веществ в сиропах и карамельной массе с разным содержанием сухих веществ патоки				
	7,2% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 10 ч. патоки)	13,4% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 20 ч. патоки)	18,9% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 30 ч. патоки)	23,7% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 40 ч. патоки)	28% сухих веществ патоки (100 ч. сахара + 50 ч. патоки)
74	72	54	37	23	87,08
75	86	67	51	36	22
76	88,00	81	64	49	35
77	14	95	77	62	48
78	28	88,09	91	75	60
79	42	22	88,04	88	74
1,0680	54	35	17	88,01	87
81	67	48	30	14	88,01
82	80	61	43	28	14
83	93	74	56	41	27
84	89,06	87	69	54	41
85	18	89,00	83	67	54
86	31	13	96	80	67
87	44	26	89,09	94	80
88	58	39	22	89,07	94
89	70	51	35	20	89,07
1,0690	83	64	48	33	20
91	95	77	60	46	33
92	90,08	90	73	59	46
93	20	90,03	86	72	60
94	33	15	99	85	73
95	45	28	90,11	98	86
96	57	40	24	90,11	99
97	70	53	37	24	90,12
98	83	66	50	37	25
99	96	79	63	50	39
1,0700	91,09	90,92	90,77	90,64	90,51
01	22	91,05	90	77	65
02	35	18	91,03	90	79
03	47	31	16	91,03	82
04	60	44	29	16	91,05
05	73	57	42	30	18
06	86	70	56	43	32
07	92,00	83	69	56	45
08	14	97	83	68	58
09	28	92,10	96	81	70
1,0710	42	24	92,09	93	83
11	56	37	23	92,06	96
12	70	50	36	19	92,09
13	84	64	49	31	21
14	97	77	60	44	32
15	93,10	90	73	57	44
16	23	93,03	86	71	57
17	36	17	93,00	84	71
18	49	30	13	97	84
19	62	43	26	93,10	93
1,0720	75	56	39	24	93,12
21	88	69	52	37	25

Относительная плотность раствора (20 г в 100 мл)  D <sub>20</sub> <sup>20</sup>	Процент сухих веществ в сиропах и карамельной массе с разным содержанием сухих веществ патоки				
	7,2% сухих веществ пато- ки (100 ч. са- хара + 10 ч. патоки)	13,4% сухих веществ пато- ки (100 ч. са- хара + 20 ч. патоки)	18,9% сухих веществ пато- ки (100 ч. са- хара + 30 ч. патоки)	23,7% сухих веществ пато- ки (100 ч. са- хара + 40 ч. патоки)	28% сухих веществ пато- ки (100 ч. са- хара + 50 ч. патоки)
22	94,01	83	66	50	38
23	14	96	79	64	52
24	27	94,09	92	77	65
25	39	22	94,04	89	77
26	52	34	17	94,02	89
27	65	47	30	15	94,02
28	78	60	43	28	15
29	90	73	55	40	28
1,0730	95,03	86	68	53	40
31	16	97	80	66	53
32	28	95,09	93	78	65
33	42	22	95,07	91	78
34	56	37	20	95,05	91
35	70	45	34	18	95,04
36	84	64	47	31	17
37	98	78	61	45	31
38	96,13	92	74	58	44
39	27	96,05	88	71	57
1,0740	41	19	96,01	84	70
41	53	32	14	97	83
42	66	45	27	96,10	95
43	79	57	39	22	96,08
44	92	70	52	35	21
45	97,05	83	65	48	34
46	17	96	78	61	46
47	30	97,09	90	74	59
48	43	21	97,03	86	72
49	55	34	15	99	84
1,0750	68	47	28	97,11	97
51	81	60	41	24	97,10
52	94	73	54	38	23
53	98,07	86	67	51	36
54	20	99	80	64	49
55	32	98,11	93	76	62
56	45	24	98,06	89	75
57	58	37	19	98,02	88
58	71	50	32	15	98,01
59	85	64	45	29	14
1,0760	99	77	58	41	25
61	99,14	91	71	54	38
62	28	99,05	85	67	51
63	43	20	99	81	65
64	54	31	99,11	94	79
65	65	43	23	99,06	93
66	77	54	35	19	99,07
67	—	65	46	32	20
68	—	—	58	46	33
69	—	—	—	59	47
,0770	—	—	—	—	60



## Относительная плотность раствора и соответствующее ей содержание сухих веществ (водные растворы объектов, не содержащих патоки)

Относительная плотность раствора <sup>a</sup> (20 <sup>o</sup> C в 100 мл) $D_{20}^{20}$	Содержание сухих веществ в 100 мл раствора, г	Процент сухих веществ в исследуемом объекте	Процент воды
1,0500	13,02	65,10	34,90
02	13,08	65,40	34,60
04	13,13	65,65	34,35
06	13,19	65,95	34,05
08	13,24	66,20	33,80
1,0510	13,29	66,45	33,55
12	13,34	66,70	33,30
14	13,39	66,95	33,05
16	13,44	67,20	32,80
18	13,50	67,50	32,50
1,0520	13,55	67,75	32,25
22	13,61	68,05	31,95
24	13,66	68,30	31,70
26	13,71	68,55	31,45
28	13,76	68,80	31,20
1,0530	13,81	69,05	30,95
32	13,86	69,40	30,60
34	13,90	69,50	30,50
36	13,96	69,80	30,20
38	14,02	70,10	29,90
1,0540	14,07	70,35	29,65
42	14,12	70,60	29,40
44	14,18	70,90	29,10
46	14,23	71,15	28,85
48	14,28	71,40	28,60
1,0550	14,33	71,65	28,35
52	14,39	71,95	28,05
54	14,44	72,20	27,80
56	14,50	72,50	27,50
58	14,55	72,75	27,25
1,0560	14,60	73,00	27,00
62	14,65	73,25	26,75
64	14,70	73,50	26,50
66	14,74	73,70	26,30
68	14,79	73,95	26,05
1,0570	14,85	74,25	25,75
72	14,91	74,45	25,55
74	14,96	74,80	25,20
76	15,02	75,10	24,90
78	15,07	75,35	24,65
1,0580	15,11	75,55	24,45
82	15,16	75,80	24,20
84	15,21	76,05	23,95
86	15,27	76,35	23,65
88	15,33	76,65	23,35

Относительная плотность раствора (20° в 100 мл) D <sub>20</sub> <sup>20</sup>	Содержание сухих веществ в 100 мл раствора, г	Процент сухих веществ в исследуемом объекте	Процент воды
1,0590	15,38	76,90	23,10
92	15,44	77,20	22,80
94	15,49	77,45	22,55
96	15,54	77,70	22,30
98	15,59	77,95	22,05
1,0600	15,64	78,20	21,80
02	15,69	78,45	21,55
04	15,75	78,75	21,25
06	15,81	79,05	20,95
08	15,86	79,30	20,70
1,0610	15,92	79,60	20,30
12	15,97	79,85	20,15
14	16,02	80,10	19,90
16	16,07	80,35	19,65
18	16,12	80,60	19,30
1,0620	16,16	80,80	19,20
22	16,21	81,05	18,95
24	16,27	81,35	18,65
26	16,32	81,60	18,30
28	16,37	81,85	18,15
1,0630	16,43	82,15	17,85
32	16,48	82,40	17,60
34	16,54	82,70	17,30
36	16,59	82,95	17,05
38	16,64	83,20	16,80
1,0640	16,69	83,45	16,55
42	16,74	83,70	16,30
44	16,79	83,95	16,05
46	16,84	84,20	15,80
48	16,89	84,45	15,55
1,0650	16,95	84,75	15,25
52	17,00	85,00	15,00
54	17,06	85,30	14,70
56	17,10	85,50	14,50
58	17,15	85,75	14,25
1,0660	17,21	86,05	13,95
62	17,27	86,35	13,65
64	17,31	86,55	13,45
66	17,36	86,80	13,20
68	17,41	87,05	12,95
1,0670	17,47	87,35	12,65
72	17,53	87,65	12,35
74	17,59	87,95	12,05
76	17,64	88,20	11,80
78	17,70	88,50	11,50
1,0680	17,76	88,80	11,20
82	17,81	89,05	10,95
84	17,86	89,30	10,70
86	17,91	89,55	10,45
88	17,96	89,80	10,20

Относительная плотность раствора (20 <sup>о</sup> в 100 мл) D <sub>20</sub> <sup>20</sup>	Содержание сухих веществ в 100 мл раствора, г	Процент сухих веществ в исследуемом объекте	Процент воды
1,0690	18,01	90,05	9,95
92	18,06	90,30	9,70
94	18,11	90,55	9,45
96	18,16	90,80	9,20
98	18,21	91,05	8,95
1,0700	18,25	91,25	8,75
02	18,30	91,50	8,50
04	18,36	91,80	8,20
06	18,41	92,05	7,95
08	18,47	92,35	7,65
1,0710	18,53	92,65	7,35
12	18,58	92,90	7,10
14	18,64	93,20	6,80
16	18,69	93,45	6,55
18	18,74	93,70	6,30
1,0720	18,79	93,95	6,05
22	18,84	94,20	5,80
24	18,89	94,45	5,55
26	18,96	94,80	5,20
28	19,01	95,05	4,95
1,0730	19,05	95,25	4,75
32	19,10	95,50	4,50
34	19,16	95,80	4,20
36	19,22	96,10	3,90
38	19,27	96,35	3,65
0,0740	19,33	96,65	3,35
42	19,38	96,90	3,10
44	19,43	97,15	2,85
46	19,48	97,40	2,60
48	19,53	97,65	2,35
1,0750	19,59	97,95	2,05
51	19,62	98,10	1,90
52	19,64	98,20	1,80
53	19,66	98,30	1,70
54	19,69	98,45	1,55
55	19,71	98,55	1,45
56	19,74	98,70	1,30
57	19,76	98,80	1,20
58	19,79	98,95	1,05
59	19,82	99,10	0,90
1,0760	19,85	99,25	0,75
61	19,88	99,40	0,60
62	19,91	99,55	0,45
63	19,93	99,65	0,35
64	19,96	99,80	0,20
65	19,98	99,90	0,10

Таблица III

Температурные поправки для нормальной модели рефрактометра,  
рассчитанной на 20°C

Температура, °C	Процент сухих веществ (сахара)					
	30	40	50	60	70	75
От процента сухих веществ отнять						
15	0,35	0,37	0,38	0,39	0,40	0,41
16	0,28	0,30	0,30	0,31	0,31	0,32
17	0,21	0,22	0,23	0,23	0,24	0,24
18	0,14	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16
19	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
К проценту сухих веществ прибавить						
21	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16
23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24
24	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32
25	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
26	0,47	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
27	0,55	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56
28	0,63	0,64	0,64	0,64	0,64	0,64
29	0,72	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73
30	0,80	0,81	0,81	0,81	0,81	0,81

Таблица IV

Поправки к рефрактометрическому показателю сухих веществ для  
полуфабрикатов и изделий, состоящих из сахара и патоки

На 100 кг сахара взято патоки, кг	Количество сухих веществ в рецептурной смеси, кг	Количество сухих веществ патоки в сухом веществе продукта, %	Величина поправки при нарастании инверта в количестве, %				
			0	2	3	4	5
50	139,0	28,06	-0,93	-0,88	-0,85	-0,83	-0,80
40	131,2	23,78	-0,79	-0,74	-0,71	-0,69	-0,66
30	123,4	18,96	-0,63	-0,58	-0,55	-0,53	-0,50
20	115,6	13,49	-0,45	-0,40	-0,37	-0,35	-0,32
10	107,8	7,24	-0,24	-0,19	-0,16	-0,14	-0,11
0	100,0	0,0	0,00	+0,05	+0,08	+0,10	+0,13

Таблица -V

Поправки к рефрактометрическому показателю сухих веществ для карамельной массы на инверте, содержащей в среднем 20—22% редуцирующих веществ

Патока содержит:  
78% сухих веществ  
40% редуцирующих веществ в пересчете на сухое вещество

Инвертный сироп содержит:  
80—85% сухих веществ  
70—75% редуцирующих веществ  
Нарастание инверта равно 5%

На 100 кг сахара взято, кг			На 100 кг сахара взято, кг		
патоки	инверта	Поправка, %	На 100 кг сахара взято, кг		Поправка, %
			патоки	инверта	
45	10,2	-0,54	20	17,7	0,00
40	11,7	-0,44	15	19,3	+0,12
35	13,3	-0,33	10	20,8	+0,24
30	14,8	-0,23	5	22,2	+0,37
25	16,3	-0,13	0	23,7	+0,52

Таблица VI

Вычисление количества редуцирующих сахаров при йодометрическом методе определения

0,1 н. раствор гипосульфита, мл	Инвертный сахар, мг									0,1 н. раствор гипосульфита, мл	
	0	1	2	3	4	5	6	7	8		9
0	—	0,24	0,48	0,72	0,96	1,20	1,44	1,68	1,92	2,16	0
1	2,40	2,64	2,88	3,12	3,36	3,60	3,84	4,08	4,32	4,56	1
2	4,80	5,04	5,28	5,52	5,76	6,00	6,24	6,48	6,72	6,96	2
3	7,20	7,45	7,70	7,95	8,20	8,45	8,70	8,95	9,20	9,45	3
4	9,70	9,95	10,20	10,45	10,70	10,95	11,20	11,45	11,70	11,95	4
5	12,20	12,46	12,70	12,95	13,20	13,45	13,70	13,95	14,20	14,45	5
6	14,70	14,95	15,20	15,45	15,70	15,95	16,20	16,45	16,70	16,95	6
7	17,20	17,46	17,72	17,98	18,34	18,50	18,76	19,02	19,28	19,54	7
8	19,80	20,06	20,32	20,58	20,84	21,10	21,36	21,62	21,88	22,14	8
9	22,40	22,66	22,82	23,18	23,44	23,70	23,96	24,22	24,48	24,74	9
10	25,00	25,26	25,52	25,78	26,04	26,30	26,56	26,72	27,08	27,34	10
11	27,60	27,87	38,14	28,41	28,68	28,95	29,22	29,49	29,76	30,03	11
12	30,30	30,57	30,84	31,11	31,38	31,65	31,92	32,19	32,46	32,73	12
13	33,00	33,27	33,54	33,81	34,08	34,35	34,62	34,89	35,16	35,43	13
14	35,70	35,98	36,26	36,54	36,82	37,10	37,38	37,66	37,94	38,22	14
15	38,50	38,78	39,06	39,34	39,62	39,90	40,18	40,46	40,74	41,02	15
16	41,30	41,59	41,88	42,17	42,46	42,75	43,04	43,33	43,62	43,91	16
17	44,20	44,49	44,78	45,07	45,36	45,65	45,94	46,23	46,52	46,81	17
18	47,10	47,39	47,68	47,97	48,26	48,55	48,84	49,13	49,42	49,71	18
19	50,00	50,30	50,60	50,90	51,20	51,50	51,80	52,10	52,40	52,70	19
20	53,00	53,30	53,60	53,90	54,20	54,50	54,80	55,10	55,40	55,70	20
21	56,00	56,31	56,62	56,93	57,24	57,55	57,86	58,17	58,48	58,79	21
22	59,10	59,41	59,72	60,04	60,35	60,66	60,97	61,28	61,59	61,90	22

Таблица VII-

Вычисление pH по показанию потенциометра (отрицательный полюс — насыщенный каломельный электрод, положительный полюс — хингидронный электрод,  $t = 18^{\circ}\text{C}$ )

мв	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	pH
390	11	09	08	06	04	02	01	—	—	—	1
380	28	27	25	23	22	20	18	16	15	13	
370	46	44	42	41	39	37	35	34	32	30	
360	63	61	60	58	56	55	53	51	49	48	
350	81	79	77	75	74	72	70	68	67	65	
340	98	96	94	93	91	89	87	86	84	82	
330	15	13	12	10	08	06	05	03	01	—	
320	32	31	29	27	25	24	22	20	19	17	2
310	50	48	46	45	43	41	39	38	36	34	
300	67	65	64	62	60	58	57	55	53	51	
290	84	83	81	79	77	76	74	72	71	69	
280	—	—	98	97	95	93	91	90	88	84	
280	62	—	—	—	—	—	—	—	—	—	
270	19	17	16	14	12	10	09	07	05	03	
260	36	35	33	31	29	28	26	24	23	21	3
250	54	52	50	49	47	45	43	42	40	38	
240	71	69	68	66	64	62	61	59	57	55	
230	88	87	85	83	81	80	78	76	75	73	
220	—	—	—	—	99	97	95	94	92	90	
220	06	04	02	01	—	—	—	—	—	—	
210	23	21	20	18	16	14	13	11	09	07	
200	40	39	37	35	33	32	30	28	27	25	4
190	58	56	54	53	51	49	47	46	44	42	
180	75	73	72	70	68	66	65	63	61	59	
170	92	91	89	87	85	84	82	80	78	77	
160	—	—	—	—	—	—	99	98	95	94	
160	10	08	06	04	02	01	—	—	—	—	
150	27	25	24	22	20	18	17	15	13	11	
140	44	48	41	39	37	36	34	32	30	29	5
130	62	60	58	56	55	53	51	50	48	46	
120	79	77	76	74	72	70	69	67	65	63	
110	96	95	93	91	89	88	86	84	82	81	
100	—	—	—	—	—	—	—	—	—	98	
100	14	12	10	08	07	05	03	02	—	—	
90	31	29	28	26	24	22	21	19	17	15	
80	48	47	45	43	41	40	38	36	34	33	6
70	66	64	62	60	59	57	55	54	52	50	
60	83	81	80	78	76	74	73	71	69	67	
50	—	99	97	95	93	92	90	88	86	85	
40	18	16	14	12	11	09	07	06	04	02	
30	35	33	32	30	28	26	25	23	21	19	
20	52	51	49	47	45	44	42	40	38	37	
10	70	68	66	64	63	61	59	58	56	54	
0	87	85	84	82	80	78	77	75	73	71	

## Поправка на температуру при измерении pH хингидронным методом

pH от — до	Температура, °C														
	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25				
1—1,5	+0,01	0	0	0	-0,01	-0,02	-0,03	-0,03	-0,03	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09
1,5—2	+0,01	+0,01	0	0	-0,01	-0,02	-0,03	-0,03	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10
2—2,5	+0,02	+0,01	0	0	-0,02	-0,03	-0,03	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10	-0,11
2,5—3	+0,03	+0,01	0	0	-0,02	-0,03	-0,03	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10	-0,11
3—3,5	+0,03	+0,02	+0,01	0	-0,02	-0,03	-0,03	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10	-0,11
3,5—4	+0,03	+0,02	+0,01	0	-0,02	-0,03	-0,03	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10	-0,11
4—4,5	+0,04	+0,02	+0,01	0	-0,03	-0,04	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10	-0,11	-0,12
4,5—5	+0,05	+0,03	+0,01	0	-0,03	-0,04	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10	-0,11	-0,12
5—5,5	+0,05	+0,03	+0,01	0	-0,03	-0,04	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10	-0,11	-0,12
5,5—6	+0,06	+0,03	+0,01	0	-0,03	-0,04	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10	-0,11	-0,12
6—6,5	+0,06	+0,04	+0,01	0	-0,03	-0,04	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10	-0,11	-0,12
6,5—7	+0,07	+0,04	+0,02	0	-0,03	-0,04	-0,04	-0,05	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10	-0,11	-0,12
7—7,5	+0,07	+0,04	+0,02	0	-0,04	-0,06	-0,06	-0,07	-0,08	-0,09	-0,10	-0,11	-0,12	-0,13	-0,14

Таблица IX -

**Соотношение миллилитров щелочи и соответствующих значений pH  
исследуемых растворов (для 0,1 н. раствора щавелевой кислоты как  
стандартного раствора)**

Количество щелочи, мл	pH исследуемого раствора	Количество щелочи, мл	pH исследуемого раствора	Количество щелочи, мл	pH исследуемого раствора
0	1,54	3,4	2,13	6,8	3,74
0,1	1,55	3,5	2,18	6,9	3,78
0,2	1,56	3,6	2,22	7,0	3,81
0,3	1,57	3,7	2,26	7,1	3,83
0,4	1,58	3,8	2,31	7,2	3,85
0,5	1,60	3,9	2,35	7,3	3,87
0,6	1,61	4,0	2,38	7,4	3,90
0,7	1,62	4,1	2,42	7,5	3,93
0,8	1,63	4,2	2,46	7,6	3,96
0,9	1,64	4,3	2,50	7,7	3,99
1,0	1,65	4,4	2,54	7,8	4,03
1,1	1,66	4,5	2,58	7,9	4,06
1,2	1,68	4,6	2,62	8,0	4,09
1,3	1,70	4,7	2,66	8,1	4,14
1,4	1,71	4,8	2,71	8,2	4,18
1,5	1,73	4,9	2,76	8,3	4,22
1,6	1,74	5,0	2,82	8,4	4,27
1,7	1,75	5,1	2,89	8,5	4,31
1,8	1,76	5,2	2,95	8,6	4,36
1,9	1,77	5,3	3,00	8,7	4,40
2,0	1,78	5,4	3,04	8,8	4,45
2,1	1,79	5,5	3,09	8,9	4,50
2,2	1,81	5,6	3,14	9,0	4,55
2,3	1,82	5,7	3,19	9,1	4,60
2,4	1,83	5,8	3,25	9,2	4,66
2,5	1,85	5,9	3,30	9,3	4,72
2,6	1,87	6,0	3,35	9,4	4,79
2,7	1,89	6,1	3,41	9,5	4,88
2,8	1,91	6,2	3,46	9,6	4,98
2,9	1,94	6,3	3,51	9,7	5,11
3,0	1,97	6,4	3,56	9,8	5,28
3,1	2,01	6,5	3,61	9,9	5,52
3,2	2,05	6,6	3,65	10,0	6,00
3,3	2,09	6,7	3,70	10,1	7,00

Примечание. Этой таблицей следует пользоваться при определении pH растворов объектов не выше 7 (в абсолютном выражении).



Таблица X

Плотность соляной кислоты различной концентрации

Плотность при 20°С, г/см <sup>3</sup>	100 весовых частей содержат HCl, г (%)	100 мл кислоты содержат HCl, г
1,119	24,0	26,85
1,129	26,08	29,35
1,139	28,05	31,90
1,149	30,0	34,48
1,159	32,0	37,10
1,169	34,0	39,75
1,179	36,0	42,44
1,189	38,0	45,16
1,198	40,0	47,92

Таблица XI

Изменение дозировки агара в зависимости от разности между полученной и нормальной прочностью сахаро-агарового желе

Агар из анфельцин		Агаронд (одесский агар)	
разность в прочности желе, г	изменение дозировки на 70 г сахара (в пересчете на сухое вещество)	разность в прочности желе, г	изменение дозировки на 70 г сахара (в пересчете на сухое вещество)
80	0,05	80	0,1
160	0,10	160	0,2
240	0,15	240	0,3
320	0,20	320	0,4
400	0,25	400	0,5
480	0,30	480	0,6
560	0,35	560	0,7
640	0,40	640	0,8
720	0,45	720	0,9
800	0,50	800	1,0

Таблица XII

Истинная плотность и объем воды при температуре от 0 до 50 °С

Температура, °С	Плотность	Объем, мл	Температура °С	Плотность	Объем, мл
0	0,99987	1,00013	25	0,99707	1,00294
+1	0,99993	1,00007	26	0,99681	1,00320
2	0,99997	1,00003	27	0,99654	1,00347
3	0,99999	1,00001	28	0,99626	1,00375
4	1,00000	1,00000	29	0,99597	1,00405
5	0,99999	1,00001	30	0,99567	1,00435
6	0,99997	1,00003	31	0,99537	1,00466
7	0,99993	1,00007	32	0,99505	1,00497
8	0,99988	1,00012	33	0,99473	1,00530
9	0,99981	1,00019	34	0,99440	1,00563
10	0,99973	1,00027	35	0,99406	1,00598
11	0,99963	1,00037	36	0,99371	1,00633
12	0,99952	1,00048	37	0,99336	1,00669
13	0,99940	1,00060	38	0,99299	1,00706
14	0,99927	1,00073	39	0,99262	1,00743
15	0,99913	1,00087	40	0,99224	1,00782
16	0,99897	1,00103	45	0,99024	1,00985
17	0,99880	1,00120	50	0,98807	1,01207
18	0,99862	1,00138			
19	0,99843	1,00157			
20	0,99823	1,00177			
21	0,99802	1,00199			
22	0,99780	1,00221			
23	0,99756	1,00244			
24	0,99732	1,00269			

Чтобы получить видимую плотность, следует из истинной плотности вычесть 0,00106, а объем соответственно увеличить на 0,00106.

## РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Агабальянц Г. Г. Химико-технологический контроль производства Советского шампанского. Пищепромиздат, 1954.
2. Булгаков Н., Зубенко А. Технохимический контроль производства безалкогольных и слабоалкогольных напитков. Пищепромиздат, 1956.
3. Бурштейн А. И. Методы исследования пищевых продуктов. Госмедиздат УССР. Киев, 1963.
4. Бегунов В., Захарина О. Технохимический контроль плодоягодного виноделия. Пищепромиздат, 1958.
5. Белов В. Н., Диммаи Т. А., Крохин Н. Г., Петрова Л. Н. Химия и технология душистых веществ. Гизлегпищепром, 1963.
6. Воскресенский П. И. Техника лабораторных работ. Госхимиздат, 1963.
7. Векслер Б. и др. Технохимический контроль и учет картофелекрахмалопаточного производства. Пищепромиздат, 1960.
8. Гроссфельд И. Руководство по исследованию пищевых продуктов. Пищепромиздат, 1937.
9. Демьянов Н., Прянишников Н. Общие приемы анализа растительных веществ. Госхимтехиздат, 1934.
10. Джон Г. Дэвис. Лабораторный контроль в молочном производстве. Пищепромиздат, 1960.
11. Евстигнеев В. Б., Дозорин А. П. О приборе для определения кислотности темноокрашенных растворов. Труды ВНИИКП. Вып. V—VI. Пищепромиздат, 1950.
12. Иванов Н. Н. Методы биохимии и физиологии растений. Сельхозгиз, 1946.
13. Иников Г. и Брио Н. Химический анализ молочных продуктов. Пищепромиздат, 1949.
14. Истомин В. И. Методы и приборы для измерения влажности. «Заводская лаборатория», Т. XXIX. Вып. 5, 568, 1963.
15. Кафка Б. В. Техничко-химический контроль кондитерского производства. Пищепромиздат, 1956.
16. Кафка Б. В. (под редакцией). Техно-химический контроль в кондитерской промышленности. Пищепромиздат, 1949.
17. Кондитерские изделия. Методы испытаний. Сборник стандартов. Стандартгиз, 1965.
18. Кульман А. Г. Быстрый метод определения влажности в различных материалах. «Заводская лаборатория». Т. VII, № 12, 1937.
19. Литвак В. И. Фотоэлектрические контрольно-измерительные приборы, применяемые в пищевой промышленности. ГОСИНТИ, 1959.
20. Лапшин А. А. Электрические влагомеры. Госэнергоиздат, 1960.
21. Лурье И. С. Новое в технохимконтроле карамельного производства. ГОСИНТИ, 1957.
22. Лурье И. С. Экспресс-метод определения влажности карамельной массы по ее плотности. ЦИНТИПищепром, 1965.
23. Ляликов Ю. Физико-химические методы анализа. Госхимиздат, 1960.
24. Марх А. Т., Коржевова Р. В. Химико-технический контроль консервного производства. Пищепромиздат, 1962.
25. Островский А. И. Технохимический контроль хлебопекарного производства. Пищепромиздат, 1949.

26. Перельман В. И. Краткий справочник химика. 4-е изд. Госхимиздат, 1955.
27. Силин П. М., Силина Н. П. Химический контроль свеклосахарного производства. Пищепромиздат, 1960.
28. Справочник кондитера (под редакцией Журавлевой Е. И.). Ч. I. Изд-во «Пищевая промышленность», 1966.
29. Соколовский А. Л. (под редакцией). Технология кондитерского производства. Пищепромиздат, 1959.
30. Чижова К. Н. Быстрое определение влажности методом К. Н. Чижовой при производстве пищевых продуктов. Пищепромиздат, 1954.
31. Церевитинов Ф. И. Товароведение пищевых продуктов. Госторгиздат, 1954.
32. Юнг Г. Инструментальные методы химического анализа. Госхимиздат, 1960.

## О Г Л А В Л Е Н И Е

Введение. Задачи лабораторий и их роль в производстве	3
Методы лабораторного контроля	5

### РАЗДЕЛ ПЕРВЫЙ ОБЩИЕ ПРИЕМЫ АНАЛИЗА СЫРЬЯ, ПОЛУФАБРИКАТОВ И ГОТОВЫХ ИЗДЕЛИЙ

Глава I. Отбор средних проб и органолептические методы контроля качества	
1. Стандарты и технические условия	9
2. Значение средней пробы	9
3. Отбор средних проб сырья при поступлении его на предприятие	10
4. Отбор средних проб сырья при поступлении его в цех	11
5. Отбор средних проб полуфабрикатов и готовых изделий при контроле производства	12
6. Отбор средних проб для контроля сухих веществ и выявления потерь сырья в производстве	14
Отбор проб	14
Выявление величины потерь	14
7. Подготовка проб для анализа	16
Подготовка проб сырья	19
Подготовка проб готовых изделий	19
8. Приемы органолептических испытаний	20
Глава II. Определение количества воды и сухих веществ	21
1. Краткие сведения о воде, содержащейся в материалах	23
2. Об определении влажности в продуктах кондитерского производства. Специфичность методов	23
3. Определение влаги термогравиметрическим методом (высушиванием)	24
Общие сведения	25
Сушильные аппараты	25
4. Определение влаги по величине относительной плотности раствора вещества	28
Приборы для определения плотности	32
Техника определения относительной плотности пикнометром	34
Гидростатические весы	36
Таблицы для вычисления содержания сухих веществ	37
5. Определение сухих веществ рефрактометрическим методом	39
Общие сведения	40
Рефрактометры и работа с ними	40
Определение содержания сухих веществ в продуктах кондитерского производства	42
Определение содержания сухих веществ в мармеладе	46
6. Экспрессное определение влажности карамельной массы по методу И. С. Лурье	51
7. Определение влажности карамельной массы прибором ИВКМ-Ф	54
8. Определение влаги отгонкой по Кульману	58
9. Определение влаги нагреванием в инфракрасных лучах	60
	62

Всушивание в лучах инфракрасной лампы (способ ВКНИИ)	62
Всушивание в приборе К. Н. Чижовой	63
Определение влаги прибором К. Н. Чижовой по способу Б. В. Кафка	65
<b>Глава III. Методы определения содержания сахара</b>	69
1. Основные свойства сахаров, обосновывающие методы их определения	69
Общие сведения	69
Щелочной раствор меди (жидкость Фелинга)	69
2. Общие правила подготовки раствора исследуемого вещества для определения сахаров	72
Приготовление раствора вещества	72
Инверсия сахарозы	73
Осадители мешающих нес сахаров	74
3. Определение сахаров щелочным раствором меди	74
<i>Подометрический метод</i>	75
Определение редуцирующих веществ (сахара до инверсии)	77
Определение общего сахара (сахара после инверсии)	78
<i>Метод титрования щелочного раствора меди раствором инвертного сахара</i>	79
Определение редуцирующих веществ без приготовления раствора навески	81
Определение редуцирующих веществ с приготовлением раствора навески	82
Определение общего сахара	83
Применение стандартного раствора глюкозы	83
4. Определение сахара щелочным раствором феррицианида (красной кровяной соли)	86
Определение редуцирующего сахара с внесением навески в раствор феррицианида	88
Определение редуцирующих веществ с приготовлением раствора навески	90
Определение общего сахара и сахарозы	90
5. Определение содержания сахаров колориметрическим методом. Колориметры, фотоколориметры и работа с ними	92
Определение содержания редуцирующих веществ, общего сахара и сахарозы	96
Ускоренное определение общего сахара в изделиях, не содержащих патоки	99
6. Поляриметрический метод определения сахара	101
Общие сведения	101
Сахариметр	103
Определение содержания сахарозы при помощи сахариметра	106
7. Соответствие расчетного и аналитического содержания общего сахара в кондитерских изделиях	107
<b>Глава IV. Методы определения количества жира</b>	111
1. Общие сведения	111
2. Определение жира по Сокслету	112
3. Определение жира после обработки навески кислотой	114
4. Определение количества жира рефрактометрическим методом	116
5. Определение количества жира рефрактометрическим методом в изделиях, содержащих молоко	119
<b>Глава V. Методы определения кислотности и щелочности</b>	121
1. Общие понятия о кислотности и щелочности кондитерских изделий. Титруемая и активная кислотность	121
2. Определение кислотности и щелочности кондитерских изделий	124
Определение кислотности титрованием с индикатором	124
Определение кислотности электрометрическим методом	125

Определение щелочности мучных кондитерских изделий	130
Определение количества кислоты в молочной кислоте	131
3. Определение активности кислотности (рН)	132
Потенциометрический метод определения рН	132
<b>Глава VI. Методы определения количества крахмала, клетчатки и азотистых веществ</b>	136
1. Определение количества крахмала в продуктах для диабетиков	136
Общие сведения	136
Амилазный метод определения крахмала	137
2. Определение количества клетчатки	138
Общие сведения	138
Определение сырой клетчатки	139
Определение количества какавеллы в порошке какао и тертом какао	140
3. Определение содержания азотистых веществ	141
Общие сведения	141
Определение общего количества азотистых веществ	142
Определение белкового азота	143
<b>Глава VII. Определение золы, тяжелых (вредных) металлов, ферропримесей</b>	145
1. Определение общей золы и золы, нерастворимой в 10%-ной соляной кислоте	145
Определение общей золы	145
Определение золы, нерастворимой в 10%-ной соляной кислоте (песок)	146
2. Определение тяжелых металлов (меди, свинца олова, мышьяка и цинка)	147
Общие сведения	147
Подготовка исследуемых материалов к определению вредных металлов	148
Открытие и определение мышьяка	150
Определение меди, свинца и цинка	154
Определение олова	160
3. Определение примеси железных частиц (ферропримесей) в порошке какао	163
<b>Глава VIII. Определение консервантов и красителей</b>	164
1. Определение сернистой кислоты	164
Определение общей сернистой кислоты в сульфитированных фруктово-ягодных заготовках	165
Определение свободной сернистой кислоты	167
2. Определение сернистого ангидрида быстрым методом	167
3. Определение количества красящего вещества в натуральных пищевых красителях	169
Энокраситель концентрированный	169
Куркума (спиртовой экстракт)	172

## РАЗДЕЛ ВТОРОЙ

### ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ТЕХНОХИМИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ В ЦЕХАХ КОНДИТЕРСКИХ ПРЕДПРИЯТИЙ

<b>Глава I. Производство карамели</b>	174
1. Главнейшие участки производства, подлежащие контролю, и методы контроля	175
2. Определение количеств соляной кислоты и соды, требующихся для приготовления инвертного сиропа	178
3. Дозировка инвертного сиропа при изготовлении карамельной массы с уменьшенным количеством патоки или без патоки	180
4. Определение соотношения оболочки и начинки в карамели с начинкой	181

<b>Глава II. Производство мягких конфет и ириса</b>	<b>183</b>
1. Главнейшие участки производства мягких конфет и ириса, подлежащие контролю, и методы контроля	184
2. Определение общего сахара в сгущенном молоке с сахаром	189
3. Определение вязкости шоколадной глазури	189
4. Определение количества глазури и корпуса в конфетах, глазированных шоколадом	191
5. Замена различных видов молока	191
<b>Глава III. Производство фруктово-ягодных кондитерских изделий</b>	<b>193</b>
1. Главнейшие участки производства мармелада, пастилы и зефира, подлежащие контролю, и методы контроля	194
2. Определение желеобразующих свойств яблочного и абрикосового пюре	198
3. Испытание желеобразующей способности агара (или агароида) по пробе с сахаром	199
4. Определение разрывной прочности пектинового студня	201
5. Определение прочности студня мармеладной массы	203
6. Определение плотности пастилы и зефира	204
7. Определение плотности мягких и полужидких сбивных масс	206
8. Определение пенообразующей способности пенообразователей	207
9. Определение количества составных частей и веса нетто варенья	208
<b>Глава IV. Производство шоколада и порошка какао</b>	<b>209</b>
1. Главнейшие участки производства шоколада и порошка какао, подлежащие контролю, и методы контроля	210
2. Определение степени измельчения шоколада	212
3. Определение разжижающей способности разжижителей	215
4. Определение температуры плавления и застывания жиров (масла какао, гидрированного жира, заменителя масла какао и др.)	216
Определение температуры плавления жира	216
Определение температуры застывания жира	217
5. Определение твердости масла какао	218
6. Определение степени измельчения порошка какао	219
7. Определение кислотности порошка какао	219
8. Определение количества сухого обезжиренного молочного остатка (СОМО) и сахаров в молочном шоколаде	220
<b>Глава V. Производство драже и халвы</b>	<b>223</b>
1. Главнейшие участки производства драже и халвы, подлежащие контролю, и методы контроля	224
2. Определение количества накатки в корпусном драже	227
3. Определение количества лузги в подсолнечной халве или подбелковой массе	227
<b>Глава VI. Производство мучных кондитерских изделий</b>	<b>228</b>
1. Главнейшие участки производства печенья, пряников, вафель, сдобы, пирожных и тортов, подлежащие контролю, и методы контроля	229
2. Определение количества сырой клейковины в пшеничной муке	234
3. Определение сорта крахмала микроскопом	235
4. Определение количества соли в соленом сливочном масле	236
5. Определение количества поваренной соли в печенье	237
6. Определение набухаемости галет	238
7. Определение плотности печенья, пряников и галет	238
8. Определение соотношения заготовки и полуфабриката в тортах и пирожных	239
9. Определение количества йода в продуктах кондитерского производства	240
10. Определение количества яиц (меланжа) в печенье, бисквите, вафельных листах и булочных изделиях	241



## РАЗДЕЛ ТРЕТИЙ

### ОСНОВНЫЕ РЕАКТИВЫ И ИХ ПРИГОТОВЛЕНИЕ

Глава I. Индикаторы . . . . .	245
Глава II. Титрованные растворы и другие реактивы . . . . .	248
Общие правила приготовления титрованных растворов . . . . .	248
Титрованный раствор едкой щелочи . . . . .	250
Титрованный раствор серной и соляной кислоты . . . . .	253
Титрованный раствор марганцовокислого калия . . . . .	254
Титрованный раствор гипосульфита . . . . .	255
Титрованный раствор йода . . . . .	257
Титрованный раствор азотнокислого серебра . . . . .	258
Приготовление щелочного раствора меди . . . . .	259
Растворы для жидкости Фелинга . . . . .	259
Щелочной меднонитратный раствор (раствор Лuffфа) . . . . .	259
Щелочной раствор феррицианида (красной кровяной соли) . . . . .	259
Приложения . . . . .	260
Рекомендуемая литература . . . . .	276

**Борис Вячеславович Кафка**  
**Иосиф Саулович Лурье**

**ТЕХНОХИМИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КОНДИТЕРСКОГО ПРОИЗВОДСТВА**

Редактор М. К. Смирнова  
Переплет художника Н. Д. Карандашова  
Худож. редактор С. Р. Нак  
Техн. редактор Н. М. Генкина  
Корректоры В. Б. Грачева, Э. Я. Рувинава.

---

Т-00333	Сдано в набор 1/IX-1966 г.	Подписано к печати 23/1-1967 г.
Формат 60×90 <sup>1</sup> / <sub>16</sub>	Бум. тип. № 2	Объем 17,75 п. л.
Уч. изд. л. 17,63	Тираж 9000 экз.	Цена 68 коп.
Изд. № 4245	Заказ 657	Тем. план п/№ 6 1967 г.

Издательство «Пищевая промышленность» Москва, Б-120, Мрузовский пр. 1.

---

Московская типография № 6 Главполиграфпрома.  
Комитета по печати при Совете Министров СССР  
Москва, Ж-88, 1-й Южно-портовый пр., 17.