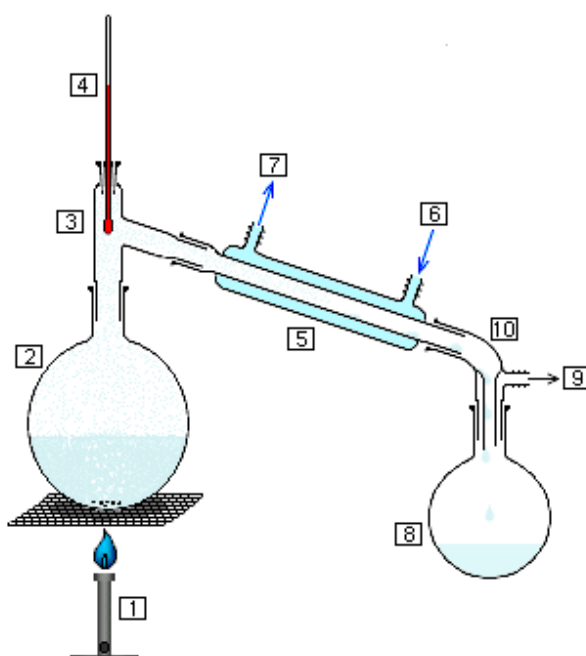


ALEKSANDRO STULGINSKIO UNIVERSITETAS
Agronomijos fakultetas
Sodininkystės ir daržininkystės katedra

Aurelija Paulauskienė

MAISTO CHEMIJA

Laboratorinių darbų aprašas





ALEKSANDRO STULGINSKIO UNIVERSITETAS
Agronomijos fakultetas
Sodininkystės ir daržininkystės katedra

Aurelija Paulauskienė

MAISTO CHEMIJA

Laboratorinių darbų aprašas

AKADEMIJA
2012

Aurelija Paulauskienė

MAISTO CHEMIJA

Laboratorinių darbų aprašas

Recenzavo: doc. dr. Elvyra Jarienė, ASU Sodininkystės ir daržininkystės katedra,
Doc. dr. Biruta Bartaševičienė, ASU Chemijos katedra

Aprobuota:

Sodininkystės ir daržininkystės katedros posėdyje 2010 08 31, protokolo Nr. 17.

Agronomijos fakulteto metodinės komisijos posėdyje 2010 11 24, protokolo Nr. 4 (74)

Kalbą redagavo Marytė Židonienė

Maketavo Aldona Bagdonienė

© Aurelija Paulauskienė, 2012

© Aleksandro Stulginskio universitetas, 2012

Aurelija Paulauskienė

MAISTO CHEMIJA

Laboratorinių darbų aprašas

TURINYS

Pratarmė	5
1 laboratorinis darbas. DRĖGMĖS NUSTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE.....	6
2 laboratorinis darbas. MAISTO PRODUKTŲ TANKIO NUSTATYMAS	8
3 laboratorinis darbas. MAISTO PRODUKTŲ RŪGŠTINGUMO NUSTATYMAS	14
4 laboratorinis darbas. SACHARIDŲ KIEKIO NUSTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE	16
5 laboratorinis darbas. RIEBALŲ ŠVIEŽUMO VERTINIMAS	20
6 laboratorinis darbas. AZOTINIŲ JUNGINIŲ KIEKIO NUSTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE	23
7 laboratorinis darbas. MINERALINIŲ MEDŽIAGŲ KIEKIO NUSTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE	27
8 laboratorinis darbas. KALCIO IR FOSFORO KIEKIŲ NUSTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE	31
9 laboratorinis darbas. ETANOLIO KIEKIO NUSTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE	35
LITERATŪRA.....	39

Pratarmė

Studijų pagrindinės krypties dalyko „Maisto chemijos“ laboratorinių darbų aprašas skirtas pirmos pakopos (bakalauro) Maisto mokslo studijų programos studentams. Dalykas priklauso biomedicinos mokslų sričiai, žemės ūkio ir veterinarijos studijų krypčių grupei, maisto studijų krypčiai, maisto mokslo šakai.

Šie laboratorinių darbų aprašai suteiks studentams žinių apie pagrindinius maisto produktų komponentus, maisto produktuose vykstančius cheminius procesus ir pokyčius bei šių procesų įtaką maisto produktų kokybei. Studentai įgis gebėjimų ir įgūdžių saugiai dirbti laboratorijoje, vertinti cheminių pokyčių įtaką apdorojamų produktų kokybei, parinkti tinkamiausius technologinius procesus, išsaugančius produktų maistinę vertę, analizuoti ir apibendrinti rezultatus, suformuluoti išvadas, bei jas pagrįsti. Bus diegiamos tokios vertybinės nuostatos kaip sąžiningumas, kūrybiškumas, nuostata nuolatos mokytis, gyventi sveikai, pasitikėti savo jėgomis, prisiimti atsakomybę už savo veiksmus. Visas šias žinias, gebėjimus ir įgūdžius studentai galės taikyti studijuodami antrojoje pakopoje ir savo profesinėje veikloje.

Kiekvieno laboratorinio darbo pradžioje trumpai supažindinama su teorija, nurodoma darbo atlikimo eiga, rezultatų skaičiavimo metodika, reikalinga įranga ir reagentai. Darbo pabaigoje pateikiami kontroliniai klausimai.

Prieš pradėdami dirbti kiekvieną laboratorinį darbą, studentai turi išstudijuoti pateiktą medžiagą, atsakyti į kontrolinius klausimus. Turi žinoti saugaus darbo laboratorijoje taisykles, suprasti atliekamo darbo esmę, analizes atlikti pagal pateiktus aprašus.

1 laboratorinis darbas. DRĖGMĖS NUSTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE

Vanduo (drėgmė) yra vienas iš pagrindinių daugumos maisto produktų komponentų. Vandens kiekis skirtinguose maisto produktuose būna nuo 60 iki 96 %: mėsoje – 65–75 %, piene – 87 %, vaisiuose – 72–92 % ir daržovėse – nuo 65 % iki 96 %. Mažiau jo esti grūduose ir jų produktuose – 10–15 %, duonoje – apie 35 %.

Vandens terpė yra maiste vykstančių cheminių ir mikrobiologinių procesų pagrindas, todėl norint ilgiau išlaikyti maisto produktus vanduo pašalinamas džiovinant arba sujungiamas, t. y. sumažinama aktyviojo vandens dalis.

Vandens kiekio (drėgmės) sąvoka glaudžiai siejasi su sausųjų medžiagų kiekio (sausosios masės) sąvoka. Praktikoje priimta, kad sausųjų medžiagų kiekis produkte yra lygus 100 procentų atėmus drėgmės kiekį, išreikštą procentais. Tokia priklausomybė tarp drėgmės kiekio ir sausųjų medžiagų kiekio yra apytikslė, nes vandens kiekis priklauso nuo jo būsenos produkte (laisvas vanduo ar surištas).

Labiausiai paplitę drėgmės nustatymo metodai yra šie:

- gravimetrija: džiovinimas kambario temperatūroje, terminis džiovinimas, džiovinimas vakuume 70 °C temperatūroje,
- distiliavimas su nesimaišančiu tirpikliu,
- Karlo Fišerio metodas,
- infraraudonųjų spindulių analizė,
- dujų chromatografija.

Dažniausiai taikomas drėgmės kiekio nustatymo metodas – **terminis džiovinimas**. Susmulkintas produkto pavyzdys sveriamas prieš džiovinimą, džiovinamas ir vėl sveriamas.

Džiovinimas prasideda iš karto, kai tik vandens garų slėgis analizuojamame produkte pasidaro aukštesnis, nei aplinkos atmosferos slėgis. Šiuos slėgių skirtumus galima padidinti:

- didinant produkto temperatūrą,
- pašalinant drėgmę iš džiovinamo produkto aplinkos,
- mažinant slėgį džiovinamo produkto aplinkoje.

Terminio džiovinimo metodai skiriasi tarpusavyje naudojama temperatūra, džiovinimo laiku ir naudojamu slėgiu. Džiovinimo parametrų parinkimas priklauso nuo drėgmės kiekio produkte ir paties produkto savybių. Dažniausiai džiovinama tokiose temperatūrose:

- 105 °C (102–105 °C),
- 130 °C,
- 96–98 °C.

Kartais gali būti naudojamas pradinis džiovinimas žemesnėje temperatūroje. Džiovinama esant normaliam atmosferos slėgiui arba sumažintame slėgyje ir atitinkamai žemesnėje temperatūroje. Džiovinimo procesas turi vykti taip, kad produkto sausosios medžiagos nepakistų. Džiovinama iki pastovios masės, t. y. iki to momento, kai, sveriant tiriamą medžiagą, rodmenys kinta ne daugiau kaip 1 mg. Ne visada tai galima pasiekti. Kartais baigiant džiovinti tiriamos medžiagos masė gali padidėti sugėrusi drėgmę iš aplinkos. Dėl to skaičiuojant priimamas didžiausias skirtumas produkto masės prieš džiovinimą ir po džiovinimo.

Karlo Fišerio metodas. Šiuo metodu vandens kiekis nustatomas paviršinio aktyvumo medžiagose, taikant elektrometrinio titravimo pabaigos galutinio taško (ekvivalentinio taško) aptikimą. Metodas taikomas miltelių, pastų ir tirpalų pavidalo produktams.

Kiti drėgmės nustatymo metodai. Daug sacharidų turintys produktai negali būti džiovinami aukštesnėje nei 70 °C temperatūroje, kad nesiskaidytų. Terminis džiovinimas nėra visiškai tinkamas

ir produktams, turintiems lakių komponentų, pvz., riebalams, aliejams, grūdams ir įvairioms augalinėms medžiagoms bei maisto produktams. Distiliavimas yra alternatyvus vandens nustatymo maisto produktuose metodas, leidžiantis išvengti klaidų, kylančių dėl lakių komponentų išgaravimo. Šiuo atveju maisto produkto pavyzdys tirpinamas organiniame tirpiklyje (pvz., toluene $C_6H_5CH_3$ ar ksilene $C_6H_4(CH_3)_2$), kurio virimo temperatūra aukštesnė už vandens virimo temperatūrą. Gauta suspensija šildoma ir distiliuojama. Distiliatas surenkamas vandeniui aušinamam kondensatoriumi.

Kiti metodai apima dujų chromatografiją ir infraraudonųjų spindulių analizę.

Drėgmės kiekio nustatymas terminio džiovavimo būdu

Darbo tikslas – išmokti nustatyti drėgmę ir sausąsias medžiagas maisto produktuose.

Užduotis. Pateiktuose mėginiuose nustatyti drėgmę ir apskaičiuoti sausųjų medžiagų kiekį.

Darbo eiga

Švarūs, sausi, tušti biuksai ir jų dangteliai 1 val. džiovinami džiovavimo spintoje, kurioje nustatyta 105 °C temperatūra. Dangteliai dedami greta biuksų, kad visi paviršiai džiuūtų vienodai. Biuksai su dangteliais išimami iš spintos ir sudedami į eksikatorių. Atšalę biuksai uždengiami dangteliais ir pasveriami 1 mg tikslumu.

Paruoštas biuksas atidengiamas ir ant jo dugno kuo skubiau vienodu sluoksniu paskleidžiama 2–10 g bandinio. Biuksas uždengiamas ir su turiniu pasveriamas 1 mg tikslumu (W_1). Jeigu sveriamas daugiau negu vienas biuksas, uždengti biuksai sudedami į eksikatorių, kol visi mėginiai bus pasverti ir parengti sudėti į spintą. Paruošiami 3 biuksai su analizuojamo produkto pavyzdžiais.

Biuksai ir jų dangteliai atskirai sudedami į džiovavimo spintą. Džiovinama 105 °C temperatūroje periodiškai pasveriant, kol pavyzdžio masė nekinta (± 2 mg). Džiovinimo laikas priklauso nuo pavyzdžio drėgmės ir gali trukti nuo 2–3 h iki 12 h ir ilgiau.

Baigus džiovinti, biuksai išimami iš džiovavimo spintos, uždengiami ir įdedami į eksikatorių, kuriame ataušta iki kambario temperatūros. Ataušę su turiniu pasveriami 1 mg tikslumu (W_2).

Rezultatų skaičiavimas

Drėgmės kiekis skaičiuojamas procentais pagal formulę:

$$W = \left(\frac{W_1 - W_2}{W_1} \right) \times 100,$$

kur:

W – analizuojamo produkto pavyzdžio drėgmė %,

W_1 – analizuojamo produkto pavyzdžio masė gramais prieš džiovinimą,

W_2 – analizuojamo produkto pavyzdžio masė gramais po džiovinimo.

Aritmetinis vidurkis skaičiuojamas pagal trijų mėginių rezultatus.

Įranga, priemonės

Biuksai;

analitinės svarstyklės;

eksikatorius;

džiovinimo spinta.

Kontroliniai klausimai

1. Kodėl reikia mažinti drėgmės kiekį ilgai laikomuose produktuose?
2. Kokie yra drėgmės nustatymo maisto produktuose metodai?
3. Kaip skaičiuojamas sausųjų medžiagų kiekis maisto produktuose?

2 laboratorinis darbas. MAISTO PRODUKTŲ TANKIO NUSTATYMAS

Medžiagos tankis ρ ($\text{kg (m}^3)^{-1}$) – tai priklausomybė tarp medžiagos masės m ir jos tūrio V :

$$\rho = \frac{m}{V}.$$

Medžiagos tankis – pastovus dydis, priklausantis nuo temperatūros. Tiriamų medžiagų tankis dažniausiai skaičiuojamas pagal vandens tankį, kuris 4 °C temperatūroje prilyginamas 1000 $\text{kg (m}^3)^{-1}$. Taip apskaičiuotas tankis vadinamas santykiniu.

Analizuojant maisto produktus, tankis gali būti nustatomas trimis būdais:

- areometriniu,
- hidrostatiiniu,
- piknometriiniu.

Dažniausiai taikomas areometriniu būdas, naudojant prietaisus, vadinamus areometrais. Areometrai dažniausiai gaminami iš stiklo ir yra cilindro formos. Apatinė dalis pastorinta, į ją įdėtas nustatytas sunkesnių medžiagų svoris, kad prietaisas grimztų vertikalia kryptimi. Nulis pažymėtas toje skalės vietoje, kur areometras laikosi distiliuotame vandenyje tam tikroje temperatūroje. Viršutinėje areometro dalyje patalpinta skalė su pažymėtomis padalomis.

Areometro veikimas pagrįstas Archimedo dėsnio. Areometro masė pastovi, o išstumiamo skysčio kiekis kinta, nes priklauso nuo tankio. Panardinus areometrą į analizuojamą skystį, nusistovi pusiausvyros padėtis, kurioje areometro masė lygi išstumto skysčio masei.

Matavimas areometru yra gana tikslus, nes įprasto areometro tikslumas turėtų būti 0,0005.

Tankis priklauso nuo temperatūros, todėl areometrai kalibruojami atitinkamai temperatūrai, kurioje turėtų būti atliekami matavimai. Jeigu temperatūra kita, matavimo duomenis reikia perskaičiuoti. Areometrai gali būti sugraduoti tankio vienetais arba sutartiniais vienetais, pvz., sacharimetrai – Balingo arba Brikso areometrai sugraduoti laipsniais, kurie atitinka sacharozės kiekį g 100 g tirpalo, spiritometras – Tralio (Tralle) areometras rodo alkoholio kiekį Tralio laipsniais (°Tr) arba tūrio procentais ($\text{cm}^3 (100 \text{ cm}^3)^{-1}$), laktodensimetras skirtas pieno tankiui matuoti, skalė sugraduota sutartiniais laipsniais ir pan.

Pieno tankio nustatymas

Šis metodas taikomas 5 – 25 °C temperatūros žalio pieno tankiui nustatyti. Pieno tankis yra 20 °C temperatūros pieno tam tikro tūrio masės santykis su 20 °C temperatūros vandens tokio paties tūrio mase.

Tankis nustatomas į 20 °C temperatūros pieną įmerkiant areometrą. Areometrui nusistovėjus, užfiksuojamas jo skalės ir mėginio paviršiaus lietimosi taškas. Šis skalės rodmuo ir yra pieno tankis. Jei pieno temperatūra yra didesnė arba mažesnė nei 20 °C, tai tankis perskaičiuojamas pagal pateiktas formules.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti maisto produktų tankį.

Užduotis. Nustatyti pateiktų pieno pavyzdžių tankį.

Darbo eiga

Pieno mėginys atidžiai išmaišomas mėginio indą pavartant ir įstatomas į 40 °C ± 1 °C temperatūros vandens vonią. Kai mėginio temperatūra pasiekia 40 °C, jis palaikomas vonioje dar

5 min. Po to antroje vonioje, kurioje temperatūra $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, mėginys atvėsinaamas iki $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ temperatūros.

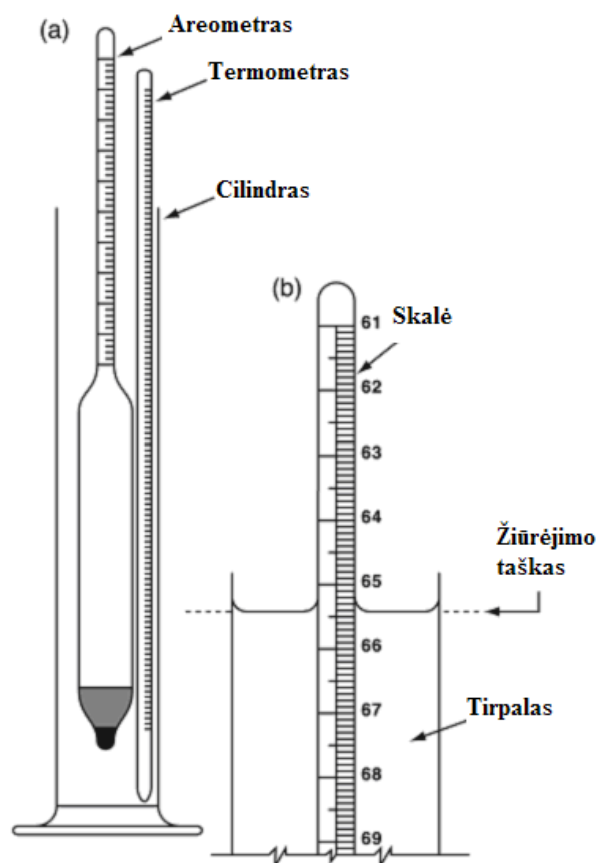
Areometras, termometras ir matavimo cilindras turi būti išplauti distiliuotu vandeniu ir išdžiovinti. Paruošus areometrą, jo matuojamosios dalies negalima liesti rankomis. Areometras imamas už viršutinės dalies, kurioje nėra skalės.

250 ml ar 500 ml tiriamojo pieno mėginio atsargiai supilama į matavimo cilindrą. Kad pilant nesusidarytų putų, matavimo cilindras palenkiamas. Jeigu putų nepavyksta išvengti, jos nugriebiamos.

Matavimo cilindras su tiriamuoju pieno mėginiu statomas ant horizontalaus paviršiaus. Išmatuojama tiriamojo mėginio temperatūra (t_1). Termometro rodmuo nustatomas ne anksčiau kaip praėjus 1 min. po termometro įmerkimo į mėginį.

Paruoštas tyrimui areometras lėtai leidžiant į tiriamąjį pieno mėginį tiek, kad iki matavimo skalės viršutinės ribos liktų 3–4 mm, ir paliekamas laisvai plūduriuoti. Areometras neturi liesti matavimo cilindro sienelių. Matavimo cilindro ir areometro padėtis turi būti taip apšviesta, kad gerai matytųsi jų skalės. Praėjus 1 min, kai areometras nusistovi, užrašomas pirmasis areometro skalės rodmuo (ρ_1). Skalės rodmuo atskaitomas pagal skalės menisko viršutinį kraštą (1 pav.). Po to areometras atsargiai pakeliamas ir vėl nuleidžiamas į tiriamąjį pieno mėginį ir paliekamas laisvai plūduriuoti. Analogiškai nustatomas antrasis skalės rodmuo (ρ_2). Nustatant skalės rodmenis, akys turi būti menisko lygyje (1 pav.) Rodmuo gali būti atskaitomas iki pusės mažiausios skalės padalos vertės. Dviejų areometro skalės rodmenų r_1 ir r_2 skirtumas turi neviršyti $0,5\text{ kg (m}^3)^{-1}$.

Išmatavus tankį, vėl nustatoma tiriamojo mėginio temperatūra (t_2).



1 pav. Tirpalo tankio matavimas

Rezultatų skaičiavimas

Kai tiriamojo pieno mėginio temperatūra 20 °C, iš dviejų temperatūros rodmenų (t_1 ir t_2) apskaičiuojamas aritmetinis vidurkis (t). Iš dviejų areometro rodmenų apskaičiuojamas aritmetinis tankio vidurkis (ρ_{avid}^{20}). Jeigu tiriamojo pieno mėginio temperatūra mažesnė nei 20 °C, tai tiriamojo mėginio tankis esant 20 °C temperatūrai skaičiuojamas pagal formulę:

$$\rho_t^{20} = \rho_t - (20 - t) \times k.$$

Jeigu tiriamojo pieno mėginio temperatūra didesnė nei 20 °C, tai tiriamojo mėginio tankis esant 20 °C temperatūrai apskaičiuojamas pagal formulę:

$$\rho_t^{20} = \rho_t + (t - 20) \times k,$$

čia ρ_t – matavimo temperatūros tiriamojo pieno mėginio tankis $\text{kg (m}^3\text{)}^{-1}$,

t – tiriamojo pieno mėginio temperatūra °C,

k – koeficientas, kurio dydis, kai mėginio temperatūra

nuo 3,0 °C iki 4,0 °C – 0,32;

nuo 4,5 °C iki 9,0 °C – 0,16;

nuo 9,5 °C iki 15,0 °C – 0,18;

nuo 15,5 °C iki 19,0 °C – 0,28;

nuo 19,5 °C iki 25,0 °C – 0,34.

Kai pieno mėginio temperatūra didesnė arba mažesnė negu 20 °C, pieno tankio perskaičiavimas į tankį 20 °C temperatūroje pateikiamas 1 – 3 lentelėse.

Rezultatai išreiškiami vienos dešimtosios tikslumu. Dviejų atskirų tyrimų rezultatų absoliutūs skirtumai, tiriant tapačius mėginius, turi neviršyti $0,25 \text{ kg (m}^3\text{)}^{-1}$.

Įranga, priemonės

Areometras, kurio skalės padalos vertė $0,5 \text{ kg (m}^3\text{)}^{-1}$, skirtas pieno tankiui matuoti;

matavimo cilindras 31, 39 arba 50 mm skersmens ir 215, 265 arba 415 mm aukščio;

spiritinis termometras, kurio matavimo diapazonas nuo 0 iki 55 °C, skalės padalos vertė 0,5 °C;

vandens vonia, kurioje palaikoma $40 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$ temperatūra;

vandens vonia, kurioje palaikoma $20 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$ temperatūra;

laikmatis.

Kontroliniai klausimai

1. Koks medžiagos tankis vadinamas santykiniu?
2. Kokiais būdais gali būti nustatomas maisto produktų tankis?
3. Kokius žinote maisto produktų tankio nustatymo prietaisus?

**1 lentelė. Pieno tankio perskaičiavimas esant 20 °C temperatūrai,
kai mėginio temperatūra 10,0–13,5 °C**

Išmatuotas tankis kg (m ³) ⁻¹	10,0	10,5	11,0	11,5	12,0	12,5	13,0	13,5
1025,0	1022,64	1022,73	1022,82	1022,91	1023,00	1023,09	1023,18	1023,27
1025,5	1023,14	1023,23	1023,32	1023,41	1023,50	1023,59	1023,68	1023,77
1026,0	1023,64	1023,73	1023,82	1023,91	1024,00	1024,09	1024,18	1024,27
1026,5	1024,14	1024,23	1024,32	1024,41	1024,50	1024,59	1024,68	1024,77
1027,0	1024,64	1024,73	1024,82	1024,91	1025,00	1025,09	1025,18	1025,27
1027,5	1025,14	1025,23	1025,32	1025,41	1025,50	1025,59	1025,68	1025,77
1028,0	1025,64	1025,73	1025,82	1025,91	1026,00	1026,09	1026,18	1026,27
1028,5	1026,14	1026,23	1026,32	1026,41	1026,50	1026,59	1026,68	1026,77
1029,0	1026,64	1026,73	1026,82	1026,91	1027,00	1027,09	1027,18	1027,27
1029,5	1027,14	1027,23	1027,32	1027,41	1027,50	1027,59	1027,68	1027,77
1030,0	1027,64	1027,73	1027,82	1027,91	1028,00	1028,09	1028,18	1028,27
1030,5	1028,14	1028,23	1028,32	1028,41	1028,50	1028,59	1028,68	1028,77
1031,0	1028,64	1028,73	1028,82	1028,91	1029,00	1029,09	1029,18	1029,27
1031,5	1029,14	1029,23	1029,32	1029,41	1029,50	1029,59	1029,68	1029,77
1032,0	1029,64	1029,73	1029,82	1029,91	1030,00	1030,09	1030,18	1030,27
1032,5	1030,14	1030,23	1030,32	1030,41	1030,50	1030,59	1030,68	1030,77
1033,0	1030,64	1030,73	1030,82	1030,91	1031,00	1031,09	1031,18	1031,27
1033,5	1031,14	1031,23	1031,32	1031,41	1031,50	1031,59	1031,68	1031,77
1034,0	1031,64	1031,73	1031,82	1031,91	1032,00	1032,09	1032,18	1032,27
1034,5	1032,14	1032,23	1032,32	1032,41	1032,50	1032,59	1032,68	1032,77
1035,0	1032,64	1032,73	1032,82	1032,91	1033,00	1033,09	1033,18	1033,27
1035,5	1033,14	1033,23	1033,32	1033,41	1033,50	1033,59	1033,68	1033,77
1036,0	1033,64	1033,73	1033,82	1033,91	1034,00	1034,09	1034,18	1034,27

**2 lentelė. Pieno tankio perskaičiavimas eant 20 °C temperatūrai,
kai mėginio temperatūra 14,0–17,5 °C**

Išmatuotas tankis kg (m ³) ⁻¹	14,0	14,5	15,0	15,5	16,0	16,5	17,0	17,5
1025,0	1023,36	1023,45	1023,54	1023,68	1023,82	1023,96	1024,10	1024,24
1025,5	1023,86	1023,95	1024,04	1024,18	1024,32	1024,46	1024,60	1024,74
1026,0	1024,36	1024,45	1024,54	1024,68	1024,82	1024,96	1025,10	1025,24
1026,5	1024,86	1024,95	1025,04	1025,18	1025,32	1025,46	1025,60	1025,74
1027,0	1025,36	1025,45	1025,54	1025,68	1025,82	1025,96	1026,10	1026,24
1027,5	1025,86	1025,95	1026,04	1026,18	1026,32	1026,46	1026,60	1026,74
1028,0	1026,36	1026,45	1026,54	1026,68	1026,82	1026,96	1027,10	1027,24
1028,5	1026,86	1026,95	1027,04	1027,18	1027,32	1027,46	1027,60	1027,74
1029,0	1027,36	1027,45	1027,54	1027,68	1027,82	1027,96	1028,10	1028,24
1029,5	1027,86	1027,95	1028,04	1028,18	1028,32	1028,46	1028,60	1028,74
1030,0	1028,36	1028,45	1028,54	1028,68	1028,82	1028,96	1029,10	1029,24
1030,5	1028,86	1028,95	1029,04	1029,18	1029,32	1029,46	1029,60	1029,74
1031,0	1029,36	1029,45	1029,54	1029,68	1029,82	1029,96	1030,10	1030,24
1031,5	1029,86	1029,95	1030,04	1030,18	1030,32	1030,46	1030,60	1030,74
1032,0	1030,36	1030,45	1030,54	1030,68	1030,82	1030,96	1031,10	1031,24
1032,5	1030,86	1030,95	1031,04	1031,18	1031,32	1031,46	1031,60	1031,74
1033,0	1031,36	1031,45	1031,54	1031,68	1031,82	1031,96	1032,10	1032,24
1033,5	1031,86	1031,95	1032,04	1032,18	1032,32	1032,46	1032,60	1032,74
1034,0	1032,36	1032,45	1032,54	1032,68	1032,82	1032,96	1033,10	1033,24
1034,5	1032,86	1032,95	1033,04	1033,18	1033,32	1033,46	1033,60	1033,74
1035,0	1033,36	1033,45	1033,54	1033,68	1033,82	1033,96	1034,10	1034,24
1035,5	1033,86	1033,95	1034,04	1034,18	1034,32	1034,46	1034,60	1034,74
1036,0	1034,36	1034,45	1034,54	1034,68	1034,82	1034,96	1035,10	1035,24

**3 lentelė. Pieno tankio perskaičiavimas esant 20 °C temperatūrai,
kai mėginio temperatūra 18,0–17,5 °C**

Išmatuotas tankis kg (m ³) ⁻¹	18,0	18,5	19,0	19,5	20,5	21,0	21,5	22,0
1025,0	1024,38	1024,52	1024,66	1024,83	1025,17	1025,34	1025,51	1025,68
1025,5	1024,88	1025,02	1025,16	1025,33	1025,67	1025,84	1026,01	1026,18
1026,0	1025,38	1025,52	1025,66	1025,83	1026,17	1026,34	1026,51	1026,68
1026,5	1025,88	1026,02	1026,16	1026,33	1026,67	1026,84	1027,01	1027,18
1027,0	1026,38	1026,52	1026,66	1026,83	1027,17	1027,34	1027,51	1027,68
1027,5	1026,88	1027,02	1027,16	1027,33	1027,67	1027,84	1028,01	1028,18
1028,0	1027,38	1027,52	1027,66	1027,83	1028,17	1028,34	1028,51	1028,68
1028,5	1027,88	1028,02	1028,16	1028,33	1028,67	1028,84	1029,01	1029,18
1029,0	1028,38	1028,52	1028,66	1028,83	1029,17	1029,34	1029,51	1029,68
1029,5	1028,88	1029,02	1029,16	1029,33	1029,67	1029,84	1030,01	1030,18
1030,0	1029,38	1029,52	1028,66	1029,83	1030,17	1030,34	1030,51	1030,68
1030,5	1029,88	1030,02	1030,16	1030,33	1030,67	1030,84	1031,01	1031,18
1031,0	1030,38	1030,52	1030,66	1030,83	1031,17	1031,34	1031,51	1031,68
1031,5	1030,88	1031,02	1031,16	1031,33	1031,67	1031,84	1032,01	1032,18
1032,0	1031,38	1031,52	1031,66	1031,83	1032,17	1032,34	1032,51	1032,68
1032,5	1031,88	1032,02	1032,16	1032,33	1032,67	1032,84	1033,01	1033,18
1033,0	1032,38	1032,52	1032,66	1032,83	1033,17	1033,34	1033,51	1033,68
1033,5	1032,88	1033,02	1033,16	1033,33	1033,67	1033,84	1034,01	1034,18
1034,0	1033,38	1033,52	1033,66	1033,83	1034,17	1034,34	1034,51	1034,68
1034,5	1033,88	1034,02	1034,16	1034,33	1034,67	1034,84	1035,01	1035,18
1035,0	1034,38	1034,52	1034,66	1034,83	1035,17	1035,34	1035,51	1035,68
1035,5	1034,88	1035,02	1035,16	1035,33	1035,67	1035,84	1036,01	1036,18
1036,0	1035,38	1035,52	1035,66	1035,83	1036,17	1036,34	1036,51	1036,68

3 laboratorinis darbas. MAISTO PRODUKTŲ RŪGŠTINGUMO NUSTATYMAS

Rūgštingumas turi didelę reikšmę, vertinant žaliavų ir maisto produktų kokybę. Žaliavų rūgštingumo laipsnis dažnai yra veiksnys, pagal kurį sprendžiama apie reikiamą technologinio proceso būdą perdirbant žaliavą į tam tikrą produktą. Maisto produktuose rūgštingumas yra ribojamas. Jeigu produkto rūgštingumas neatitinka nustatytos normos, vartoti netinkamas.

Skiriamas potencialusis rūgštingumas (titruojamasis) ir aktyvusis rūgštingumas (tikrasis, aktualusis).

Nustatant potencialųjį rūgštingumą, nustatomas produkte esantis bendrasis rūgščių junginių kiekis. Žaliavų ir maisto produktų rūgštingumas priklauso nuo organinių rūgščių, rūgščių anhidridų, rūgščių druskų, taip pat nuo baltymų su vyraujančiomis rūgštinėmis aminorūgštimis, pvz., šviežio pieno rūgštingumas priklauso nuo jame esančių fosfatų, anglies dioksido ir kazeino. Rūgštingumas piene ir pieno produktuose didėja dėl susidarantios pieno rūgšties.

Rūgštingumas dažniausiai nustatomas vandeniuose tirpaluose. Skysti mažo klampumo produktai analizuojami tiesiogiai. Skysti klampūs produktai skiedžiami vandeniu iki nustatyto tūrio, ir dalis skiesto mėginio naudojama analizei.

Potencialusis rūgštingumas nustatomas titruojant mėginį standartiniu šarmo tirpalu. Dažniausiai tai yra natrio hidroksidas (NaOH). Kaip indikatorius naudojamas alkoholinis fenolftaleino tirpalas, keičiantis spalvą, kai tirpalo pH 8,0 – 9,0. Tiriamo produkto rūgštingumas apskaičiuojamas pagal titruoti sunaudoto NaOH kiekį, rezultata išreiškiant įvairiais sutartiniais laipsniais arba perskaičiuojant NaOH kiekį į tame produkte vyraujančią organinę rūgštį.

Rūgštingumas dažnai išreiškiamas vadinamaisiais rūgštingumo laipsniais, t. y. kiekiu (ml arba cm^3) 1 M NaOH, sunaudoto 100 g (arba 100 cm^3) produkto esančioms rūgštims neutralizuoti. Taip išreiškiamas grūdų, grūdų produktų, alaus, mielių rūgštingumas. Pieno rūgštingumas išreiškiamas °SH (Soksleto-Henkelio laipsniais) – kiekiu (ml arba cm^3) 0,25 M NaOH, sunaudoto 100 g (arba 100 cm^3) pieno esančioms rūgštims neutralizuoti. Taip pat pieno, pieno produktų ir raugintų kopūstų, agurkų rūgštingumas perskaičiuojamas į pieno rūgštį ir išreiškiamas pieno rūgšties % (NaOH ml arba cm^3 kiekis, reikalingas 100 g produkto esančioms rūgštims neutralizuoti, padaugintas iš 0,009). Kaulavaisių ir sėklavaisių rūgštingumas išreiškiamas obuolių rūgšties %, uogų, citrusinių vaisių – citrinų rūgšties %.

Kai kuriuose produktuose, be titruojamojo rūgštingumo, nustatomas ir lakusis rūgštingumas, susidarantis dėl lakiųjų rūgščių. Lakųjį rūgštingumą daugiausia lemia acto rūgštis, o raugintose daržovėse – taip pat ir propiono (propano) bei sviesto (butano) rūgštys. Kokybės reikalavimai apibrėžia maksimalius lakiųjų rūgščių kiekius produktuose, kuriuos viršijus produktai būna netinkami vartoti. Lakusis rūgštingumas išreiškiamas kiekiu (ml arba cm^3) 1 M NaOH, sunaudoto 100 g (arba 100 cm^3) produkto esančioms lakiosioms rūgštims neutralizuoti arba perskaičiuojamas į acto rūgšties %. Vyno lakusis rūgštingumas išreiškiamas ml arba cm^3 1 M NaOH, sunaudoto 1 l vyno esančioms rūgštims neutralizuoti arba acto rūgšties gramais 1 l.

Aktyvusis rūgštingumas (tikrasis, aktualusis) rodo tikrąją disocijuotų vandenilio jonų koncentraciją produkte. Nustatomas matuojant pH. Kadangi rūgštūs junginiai, įeinantys į maisto produktų sudėtį, priklauso silpnų organinių rūgščių grupei ir disocijuoja nedideliu laipsniu, susidaro didelis skirtumas tarp titruojamojo ir tikrojo rūgštingumo.

pH matuojamas naudojant kolorimetrinius arba potenciometrinius metodus. Kolorimetriniai metodai pagrįsti tam tikrų junginių spalvos intensyvumo pokyčiu įvairios koncentracijos vandenilio jonų aplinkoje. Pagal potenciometrinius metodus matuojamas tiriamo tirpalo potencialo stiprumas, priklausantis nuo tirpalo pH.

Pieno titruojamojo rūgštingumo nustatymas

Tyrimas pagrįstas pieno mėginio titravimu standartiniu NaOH tirpalu, naudojant indikatorių – fenolftaleiną ir išreiškiant rūgštingumą Soksleto-Henkelio laipsniais (°SH). Pieno rūgštingumas apibrėžiamas kiekiu ml 0,25 M NaOH, sunaudoto 100 ml pieno esančioms rūgštims neutralizuoti, naudojant fenolftaleiną.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti maisto produktų rūgštingumą.

Užduotis. Nustatyti pateiktų pieno ir varškės pavyzdžių rūgštingumą.

Darbo eiga

Į kūginę 150 ml talpos kolbą pipete supilama 50 ml pieno, įpilama 2 ml 2 % alkoholinio fenolftaleino tirpalo ir titruojama 0,25 M NaOH tirpalu iki šviesiai rausvos spalvos, kuri neišnyksta 30 s.

Rezultatų skaičiavimas

Titravimo rezultatas padaugintas iš 2 parodo pieno rūgštingumą °SH. Skaičiuojamas mažiausiai dviejų rodmenų aritmetinis vidurkis, kai jie tarpusavyje skiriasi ne daugiau nei 0,2 °SH. Pieno rūgštingumas gali būti išreikštas ir pieno rūgšties procentais. 1 °SH atitinka 0,0225 % pieno rūgšties. Šviežio (neperdirbto) pieno rūgštingumas turi būti 6 – 7,5 °SH.

Varškės bendrojo rūgštingumo nustatymas

Darbo eiga

Pasveriami 5 g varškės 0,01 g tikslumu, ji dedama į grūstuvėlį ir pamažu pilant 50 ml distiliuoto 40 °C temperatūros vandens ištrinama iki vienalytės emulsijos. Įpilami 2 ml fenolftaleino ir titruojama 0,25 M NaOH iki šviesiai rausvos spalvos, kuri neišnyksta 30 s.

Rezultatų skaičiavimas

Varškės rūgštingumas išreiškiamas °SH, t. y. kiekiu ml 0,25 M NaOH 100 g varškės. Galutinis rezultatas gaunamas kaip dviejų rodmenų aritmetinis vidurkis, kai jie tarpusavyje skiriasi ne daugiau nei 2 °SH.

Leistinasis įvairių rūšių varškės sūrių rūgštingumas – 80 – 100 °SH.

Įranga, priemonės ir reagentai

Analitinės svarstyklės;

kūginė 150 ml talpos kolba;

50 ml cilindras;

grūstuvėlis;

vandens vonia, kurioje palaikoma 40 °C ± 1 °C temperatūra;

2 % alkoholinis fenolftaleino tirpalas;

0,25 M NaOH (natrio hidroksidas, natrio šarmas).

Kontroliniai klausimai

1. Kodėl reikia žinoti žaliavų rūgštingumo laipsnį?
2. Ką parodo potencialusis arba titruojamasis rūgštingumas?
3. Kokiais laipsniais išreiškiamas įvairių maisto produktų rūgštingumas?
4. Kaip nustatomas aktyvusis maisto produktų rūgštingumas?

4 laboratorinis darbas. SACHARIDŲ KIEKIO NUSTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE

Sacharidai sudaro vieną iš pagrindinių sudėtinių maisto produktų dalių. Produktuose sacharidai gali būti vandenyje tirpūs ir netirpūs. Tirpūs junginiai sudaro vadinamuosius ekstraktus. Šis terminas dažniausiai naudojamas kalbant apie vaisių-daržovių perdirbimo ir fermentacijos produktus.

Sacharidų (cukrų) kiekybinio nustatymo metodai remiasi tokiomis jų savybėmis:

- redukuojančiomis, t. y. geba sudaryti junginius, pasižyminčius aldehidų savybėmis, kurių kiekius galima nustatyti,
- poliarizuotos šviesos poliarizacijos plokštumos pasukimo geba,
- daugumos sacharidų geba sudaryti vandeninius tirpalus, dėl to galima taikyti refraktometrinį ir densimetrinį metodus,
- fermentacinėmis.

Sacharidų nustatymo metodai:

1. Poliarimetrinis – pagrįstas poliarizuotos šviesos poliarizacijos plokštumos sukimo kampo nustatymu. Naudojama poliarizuotos šviesos poliarizacijos plokštumos kampo pasisukimo priklausomybė nuo sacharidų koncentracijos tirpale.

2. Refraktometrinis – pagrįstas šviesos lūžio rodiklio matavimu. Šiuo atveju naudojama priklausomybė tarp tirpalo šviesos lūžio rodiklio ir sacharidų koncentracijos jame. Šviesos lūžio rodiklių vertės perskaičiuojamos į sacharidų kiekį pagal lenteles.

3. Densimetrinis – pagrįstas sacharidų tirpalų tankio matavimu. Tirpalo tankis priklauso nuo sacharidų koncentracijos jame. Šiuo atveju taip pat naudojamos lentelės.

4. Absorbcinis – pagrįstas spalvotų junginių, susidarančių sacharidų (dažniausiai monosacharidų) cheminių reakcijų su įvairiais reagentais metu, absorbcijos matavimu. Redukuojantiems sacharidams (turintiems laisvą aldehidinę –CHO arba ketoninę =CO grupę) nustatyti naudojama pikrino rūgštis (trinitrofenolis) arba 3,5-dinitrosalicilo rūgštis (DNS).

5. Titruojamieji (cheminiai, redukcijos) – naudojamos sacharidų redukuojančiosios savybės. Maisto produktuose redukuojančiosiomis savybėmis pasižymi ir kiti junginiai, pvz., aldehydai, aminorūgštys, baltymai, kai kurios organinės rūgštys. Norint šiuos junginius pašalinti, tiriami tirpalai balinami ir skaidrinami.

6. Fermentinis – naudojamas gliukozei ir fruktozei arba oligosacharidams po hidrolizės nustatyti.

7. Chromatografinis – naudojama dujų chromatografija (GLC) arba didelio slėgio skysčių chromatografija (HPLC). Chromatografija – tai medžiagų mišinio skirstymo į komponentus būdas, pagrįstas nevienoda komponentų sorbcija.

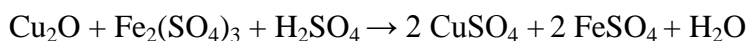
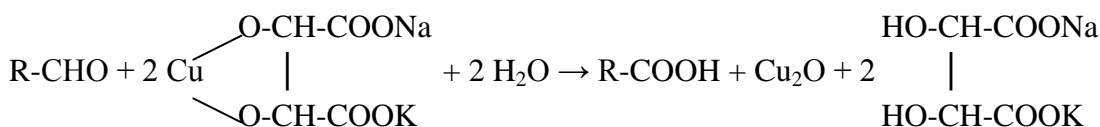
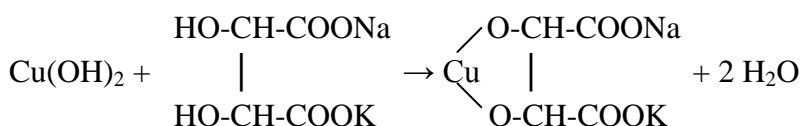
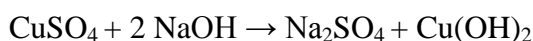
8. Sacharidų kiekis gali būti paskaičiuotas pagal skirtumą, žinant kitų junginių kiekius. Šis būdas naudojamas skaičiuojant maisto produktų energetinę vertę, tačiau gali būti netikslus:

$$\% \text{ sacharidų} = 100 - (\% \text{ drėgmės} + \% \text{ pelenų} + \% \text{ riebalų} + \% \text{ baltymų} + \% \text{ ląstelienos}).$$

Mono- ir oligosacharidų nustatymo cheminiai metodai pagrįsti sacharidų savybe redukuoti vario druską (II) šarminėje aplinkoje. Naudojami Bertrano, Luff-Schoorl'o, Lane-Eynon'o metodai.

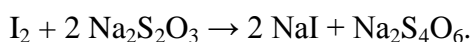
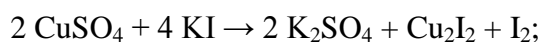
Bertrano metodas

Naudojami trys Bertrano reagentai – I – vario sulfatas (II), II – kalio natrio tartratas bei natrio hidroksidas, III – geležies (III) sulfatas ir koncentruota sieros rūgštis (sulfato rūgštys). Metodas pagrįstas kiekybine Cu (II) jonų redukcija į Cu (I) jonus stipriai šarminėje aplinkoje (pH apie 12). Susidaręs reakcijos metu (tarp I ir II Bertrano reagento su tiriamu sacharidų tirpalu) Cu₂O oksiduojasi reaguodamas su III Bertrano reagentu, o Fe (III) jonai redukuojasi iki Fe (II). Fe (II) jonų kiekis nustatomas titruojant standartiniu kalio permanganato tirpalu. Tiriamo sacharido kiekis apskaičiuojamas pagal lentelę kaip lygiavertis redukuoto vario kiekis. Reikia prisiminti, kad priklausomybė tarp sacharido kiekio ir redukuoto vario kiekio buvo nustatyta empiriškai, todėl reikia tiksliai laikytis nurodytų tyrimo sąlygų. Taip pat tyrimo metu gautos Cu₂O nuosėdos turi būti padengtos skysčio sluoksniu, kad nebesioksiduotų dėl ore esančio deguonies. Oksidacija gali vykti ir pernešant nuosėdas ant filtro ir jas perplaunant, todėl naudojamas karštas vanduo. Tirpalą reikia taip atskiesti, kad sacharidų koncentracija būtų nuo 0,1 iki 0,4 %. Analizės metu vyksta tokios cheminės reakcijos:



Luff-Schoorl'o metodas

Metodas pagrįstas Cu (II) jonų, esančių Luff'o tirpale (natrio karbonatas, citrinų rūgštis, vario (II) sulfatas (VI)) redukcija, reaguojant su tiriamo tirpalo redukuojančiais sacharidais. Reakcija vyksta virimo temperatūroje šarminėje aplinkoje, kai pH yra apie 9,5, naudojant natrio karbonatą vietoje natrio hidroksido, kaip Bertrano ir Felingio tirpaluose (CuSO₄, kalio natrio tartratas, 10 % NaOH). Cu (II) jonų perteklius redukuojamas vandenilio jodido rūgštimi, susidarant iš kalio jodido rūgštinėje aplinkoje. Susidaręs jodas titruojamas standartiniu natrio tiosulfato (VI) tirpalu. Taip pat atliekamas ir tuščiojo mėginio bandymas, kurio metu nustatomas natrio tiosulfato tirpalo kiekis, reikalingas titruoti jodui, išsiskyrusiam reaguojant su bendruoju kiekiu vario, esančio Luff'o tirpale.



Natrio tiosulfato kiekis, atitinkantis vario (II) kiekį, kurį redukuoja sacharidai, esantys tiriamame tirpale, apskaičiuojamas iš dviejų titravimų skirtumo (tuščiojo ir tikrojo) ir pagal lentelių duomenis perskaičiuojamas į nustatyto sacharido kiekį. Tiriamame tirpale gali būti maksimaliai 62 mg gliukozės, fruktozės arba invertuoto cukraus, 88 mg laktozės arba 94 mg maltozės.

Lane-Eynon'o metodas

Šis metodas pagrįstas tiesioginiu titravimu verdančio mišinio, sudaryto iš Felingio I tirpalo (vario (II) sulfatas) ir Felingio II tirpalo (NaOH, kalio natrio tartratas) ir atskiesto sacharido (0,1 – 0,4 %) tirpalu. Titravimo indikatorius – metileno mėlis.

Gliukozės kiekio nustatymas daržovėse

Darbo tikslas – išmokti nustatyti monosacharidus maisto produktuose.

Užduotis. Pateiktuose daržovių pavyzdžiuose nustatyti gliukozės kiekius.

Darbo eiga

Daržovės gerai nuplaunamos, iš kiekvienos išpjaujamas ketvirtadalis ir sutarkuojama plastmasine trintuve. Tarkiai gerai sumaišomi, pasveriami 20–50 g ir sunkiami per marlę kelis kartus praplaunant nedideliu kiekiu karšto distiliuoto vandens (60 °C). Gautos sultys supilamos į didesnę centrifuginę mėgintuvėlį ir centrifuguojama 10 min 2000 aps. per min greičiu. Centrifuguotos sultys supilamos į 100 ml kūginę kolbą, praskiedžiamos iki brūkšnio distiliuotu vandeniu ir gerai išmaišomos. Į du mažesnius centrifuginius mėgintuvėlius įpilama po 3 ml sulčių ir po 5 ml I ir II Felingio tirpalų, supurtoma, kad tirpalai gerai išsimašytų ir 5 min. virinama verdančio vandens vonioje. Mėgintuvėliams ataušus, 10 min centrifuguojama, kad nusėtų susidariusios nuosėdos. Po centrifugavimo tirpalas nupilamas, o nuosėdos, pripylus pilną mėgintuvėlį 60 °C temperatūros distiliuoto vandens ir maišant stikline lazdele, skalaujamos. Saugoma, kad visą laiką nuosėdos būtų apsemtos tirpalu. Vėl centrifuguojama 10 min. Po to tirpalas nupilamas, o ant nuosėdų greitai užpilama 5 arba 10 ml III Felingio tirpalo. Maišant stikline lazdele, nuosėdos visiškai ištirpinamos, ir gautas tirpalas perpilamas į titravimo kolbutę. Centrifuginis mėgintuvėlis kelis kartus skalaujamas distiliuotu vandeniu, tirpalas taip pat supilamas į titravimo kolbutę. Gautas tirpalas titruojamas 0,1 M KMnO₄ tirpalu, kol pasidaro šviesiai rausvos spalvos.

Rezultatų skaičiavimas

Vario (I) kiekis mg skaičiuojamas pagal formulę:

$$m_{Cu} = 6,36 V,$$

čia V – titruojant sunaudotas 0,1 M KMnO₄ tirpalo tūris ml.

Lentelėje randamas gliukozės kiekis, atitinkantis gautą vario kiekį. Jei vario kiekis didesnis nei 15 mg ir lentelėje jo nėra, tai gliukozės kiekis mg skaičiuojamas pagal formulę:

$$m_{gliukozės} = 7,25 + (m_{Cu} - 15,0) \times 0,5.$$

4 lentelė. Gliukozės kiekis mg

Varis mg	Gliukozė mg	Varis mg	Gliukozė mg	Varis mg	Gliukozė mg
1,00	0,46	6,00	2,75	10,50	5,00
1,50	0,68	6,50	3,00	11,00	5,25
2,00	0,90	7,00	3,25	11,50	5,50
2,50	1,13	7,50	3,50	12,00	5,75
3,00	1,36	8,00	3,75	12,50	6,00
3,50	1,59	8,50	4,00	13,00	6,25
4,00	1,81	9,00	4,25	13,50	6,50
4,50	2,04	9,50	4,50	14,00	6,75
5,00	2,27	10,00	4,75	15,00	7,25

Redukuojančiųjų angliavandenių kiekis daržovėse ar vaisiuose apskaičiuojamas pagal formulę:

$$C = \frac{m_g \cdot 10}{3m} \%,$$

čia m_g – gliukozės kiekis mg,

m – mėginio masė mg.

Įranga, priemonės ir reagentai

Analitinės svarstyklės,

plastmasinė trintuvė daržovėms,

3 centrifuginiai mėgintuvėliai,

centrifuga;

vandens vonia;

kūginė 100 ml talpos kolba;

titravimo kolba;

2 pipetės – 5 ir 10 ml;

Felingo tirpalai (CuSO₄, kalio natrio tartratas, 10 % NaOH);

0,1 M KMnO₄ (kalio permanganatas, kalio tetraoksomanganatas).

Kontroliniai klausimai

1. Kokiomis savybėmis pagrįsti sacharidų kiekybinio nustatymo metodai?
2. Kokius žinote sacharidų nustatymo metodus?
3. Kokia savybe pagrįsti cheminiai sacharidų nustatymo metodai?

5 laboratorinis darbas. RIEBALŲ ŠVIEŽUMO VERTINIMAS

Riebalai yra nepatvarūs ir greitai genda. Visi riebalai, tiek augaliniai, tiek ir gyvūniniai, veikiami šviesos, oro, temperatūros ir enzymų, esančių augalų ir gyvūnų audiniuose, kinta. Šie pokyčiai vadinami apkartimu.

Pagrindiniai procesai, vykstantys riebalams apkarstant, yra hidrolizė ir oksidacija (autooksidacija).

Hidrolizė vyksta veikiant vandeniui, esančiam pačiuose riebaluose, temperatūrai ir fermentams. Hidrolizę gali sukelti ir mikroorganizmai. Hidrolizė – tai acilglicerolio ar glicerido skilimas į glicerolį ir laisvąsias riebalų rūgštis. Hidrolizės metu atskilę ilgos grandinės riebalų rūgštys nekeičia riebalų juslinių savybių. Trumpos grandinės riebalų rūgštys suteikia nemalonų skonį ir kvapą, būdingą apkartusiems riebalams.

Hidrolizinis apkartimas apibūdinamas nustatant riebalų rūgščių skaičių.

Oksidacija (autooksidacija) – tai savaiminis deguonies prisijungimas prie nesočiųjų riebalų rūgščių. Oksiduotis gali ir riebalų rūgštys, esančios trigliceridų sudėtyje ir atskilusios hidrolizės metu. Jeigu deguonies kiekis padidintas, oksiduotis gali ir sočiosios riebalų rūgštys.

Oksidacijos proceso metu susidaro įvairūs ryšiai. Pirmieji oksidacijos reakcijos produktai yra hidroperksidai, arba peroksidai. Tolesniame autooksidacijos etape hidroperksidai skyla ir susidaro daug antrinių produktų, pvz., aldehydų, ketonų, trumpos grandinės rūgščių, ketorūgščių ir kitų junginių.

Riebalų pokyčiai, vykstantys oksidacijos metu, vertinami nustatant susidariusių produktų kiekius. Rodikliai, parodantys riebalų šviežumo laipsnį, yra peroksidų skaičius, TBA testas (tiobarbitūrinės rūgšties), Kreis'o testas ir kiti.

Peroksidų skaičius parodo tikrąjį peroksidų kiekį riebaluose.

TBA testas parodo antrinių oksidacijos produktų kiekį. Naudojamas kolorimetrinis metodas, leidžiantis nustatyti junginius, susidarantčius reaguojant 2-tiobarbitūrinei rūgščiai ir riebalų oksidacijos produktams, daugiausia malono aldehydai.

Kreis'o testas parodo, ar apkartusiuose riebaluose yra epihidrino aldehydo. Šis aldehydas reagoja su florogliucinu, sudarydamas spalvotą kondensacijos produktą (rausvos spalvos).

Darbo tikslas – išmokti įvertinti maisto riebalų šviežumą.

Užduotis. Nustatyti pateiktų riebalų pavyzdžių rūgščių ir peroksidų skaičių.

1. Riebalų rūgščių skaičiaus nustatymas

Riebalų rūgščių skaičius – tai kalio hidroksido kiekis miligramais, reikalingas neutralizuoti laisvąsias riebalų rūgštis, esančias viename tiriamųjų riebalų grame (šviežių riebalų rūgščių skaičius svyruoja nuo 1,2 iki 2,2 mg). Laisvųjų riebalų rūgščių yra beveik visuose riebaluose, bet jų kiekis, susijęs su rūgščių skaičiumi, kinta, pvz., sėklų aliejus, gautas ankstyvoje jų vystymosi stadijoje, pasižymi dideliu rūgščių skaičiumi, o aliejus, gautas iš visiškai sunokusių sėklų, pasižymi mažu rūgščių skaičiumi. Laikymo metu laisvųjų rūgščių kiekis riebaluose didėja. Tad rūgščių skaičius parodo riebalų ar aliejų šviežumą.

Riebalų rūgščių skaičius nustatomas titruojant KOH tirpalu laisvąsias riebalų rūgštis, esančias riebaluose, ištirpintuose etilo eterio ir etilo alkoholio mišinyje.

Darbo eiga

Į kūginę 200 ml talpos kolbą pasveriami 10 g riebalų 0,01 g tikslumu. Mėginio masė priklauso nuo numatomo rūgščių skaičiaus, pvz., jeigu rūgščių skaičius iki 5, tai mėginys turi būti $10 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ (analizuojant maistinius neapkartusius riebalus), jeigu rūgščių skaičius didesnis nei 5, tai mėginio masė $5 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ (analizuojant natūralius, maistinius apkartusius bei techninius riebalus).

Kolba pašildoma vandens vonioje, kurioje temperatūra ne aukštesnė kaip $50 \text{ }^\circ\text{C}$, kol riebalai pradės tirpti. Išėmus iš vandens vonios įpilama 50 ml etilo eterio ir etanolio (1 : 1) mišinio ir išmaišoma. Po to įpilami 3 lašai 1 % fenolftaleino tirpalo ir titruojama 0,1 M KOH tirpalu iki šviesiai rausvos spalvos, neišnykstančios 1 min.

Rezultatų skaičiavimas

Riebalų rūgščių skaičius skaičiuojamas pagal formulę:

$$RS = \frac{5,611 \times v}{m},$$

čia v – 0,1 M KOH kiekis, sunaudotas titruojant ml,

m – mėginio masė g,

5,611 – 1 cm^3 (ml) KOH masė mg.

Riebalų rūgštumą galima išreikšti ir rūgštingumo laipsniais. Tai kiekis 1 M KOH arba NaOH ml, reikalingas neutralizuoti laisvosioms riebalų rūgštims, esančioms 100 g riebalų.

Aliejaus rūgščių skaičius (mg KOH 1 g produkto) iš karto po pagaminimo neturi būti didesnis kaip 0,4, o baigiantis galiojimo laikui – ne didesnis kaip 0,6. Šviežio sviesto riebalų rūgštingumas – 0,5 – 2 laipsniai (kiekis 1 M NaOH ml 100 g riebalų).

2. Peroksidų skaičiaus nustatymas riebaluose

Peroksidų skaičius parodo riebalų oksidacijos laipsnį. Peroksidų skaičius parodo tik tikrąjį peroksidų kiekį, t. y. skirtumą tarp riebaluose likusių peroksidų ir suskilusių peroksidų kiekių.

Peroksidų skaičių galima nustatyti jodometriniu arba kolorimetriniu metodu. Praktikoje laboratorijose dažniausiai naudojamas jodometrinis metodas.

Šio metodo esmė – rūgščioje aplinkoje esant peroksidų nuo kalio jodido atskykla laisvas jodas, kurio kiekis prilyginamas peroksidų kiekiui.

Laisvas jodas titruojamas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (natrio tiosulfato) tirpalu.

Darbo eiga

Į kūginę 200 ml talpos kolbą su šlifuotu kamščiu pasveriami 1 g riebalų 0,001 g tikslumu (kieti riebalai turi būti pašildomi ne aukštesnėje kaip $50 \text{ }^\circ\text{C}$ temperatūroje). Tuoj pat pripilama 25 ml mišinio, sudaryto iš ledinės acto rūgšties bei chloroformo (3 : 2) ir 1 ml sočiojo KI tirpalo. Kolba užkemšama ir gerai išmaišomas jos turinys. Paliekama pastovėti tamsoje 5 min. Po to matavimo cilindru įpilama 75 ml distiliuoto vandens, apiplaunant kamštį, 5 lašai krakmolo tirpalo, sumaišoma ir tuojau pat titruojama 0,002 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ iki spalvos pasikeitimo, kuri nepranyksta apie 30 s. Tuoj pat metu atliekamas kontrolinis bandymas, kurio metu sunaudotas 0,002 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ kiekis neturi viršyti 0,5 ml.

Analizės negalima atlikti tiesioginėje saulės šviesoje.

Rezultatų skaičiavimas

Peroksidų skaičius, išreikštas aktyvaus deguonies miliekivalentais 1 kg riebalų, skaičiuojamas pagal formulę:

$$1000 \times T \times \frac{a-b}{m},$$

čia T – molinė natrio tiosulfato koncentracija,

a – 0,002 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ kiekis ml, sunaudotas tiriamajam mėginiui titruoti,

b – 0,002 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ kiekis ml, sunaudotas kontroliniam mėginiui titruoti,

m – riebalų mėginio masė g.

5 lentelė. Maksimali leistinoji peroksidų skaičiaus vertė

Produktas	Peroksidų skaičius
Rafinuoti aliejai	10,0
Taukai	3,0
Margarinas	4,0
Sviestas	4,5

Įranga, priemonės ir reagentai

Kūginės 200 ml talpos kolbos;

analitinės svarstyklės;

vandens vonia, kurioje palaikoma 50 °C temperatūra;

CH_3COOH (ledinės acto rūgštis, etano rūgštis) ir CHCl_3 (chloroformo, trichlormetano) (3 : 2) mišinys (ledinė acto rūgštis – acto rūgštis, turinti $\geq 98\%$ CH_3COOH);

sotusis KI (kalio jodido) tirpalas, paruoštas prieš pat tyrimą;

šviežiai paruoštas 1 % krakmolo tirpalas;

0,002 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (natrio tiosulfatas);

etilo eterio ir etanolio (1 : 1) mišinys;

1 % fenolftaleino tirpalas;

0,1 M KOH (kalio hidroksidas, kalio šarmas).

Kontroliniai klausimai

1. Kokie aplinkos veiksniai labiausiai gadina riebalus?
2. Kokie pagrindiniai procesai, vykstantys riebalams apkarstant?
3. Ką parodo riebalų rūgščių skaičius?
4. Ką parodo peroksidų skaičius riebaluose?
5. Kokiais metodais galima nustatyti peroksidų skaičių?

6 laboratorinis darbas. AZOTINIŲ JUNGINIŲ KIEKIO NUSTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE

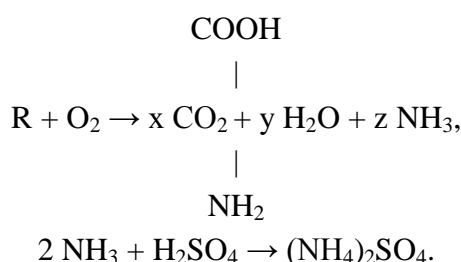
Azotas, esantis žaliavose ir maisto produktuose, yra baltyminiuose ir nebaltyminiuose junginiuose. Baltyminio azoto dalis bendrame azoto kiekyje priklauso nuo produkto kilmės. Didžiausi jo kiekiai būna gyvūniniuose produktuose.

Baltymai, kaip aminorūgščių šaltinis, yra vienas iš pagrindinių mitybos komponentų, todėl baltymų vertės nustatymas produktuose labai svarbus apibrėžiant jų mitybinę vertę.

Kiekybinis baltymų nustatymas maisto produktuose atliekamas tokiais metodais:

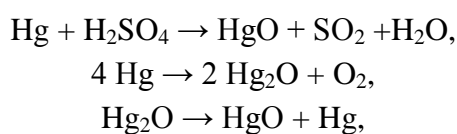
- Kjeldalio metodu – pagrįstas azoto kiekio nustatymu;
- kolorimetriniu metodu – pagrįstas spalvinių junginių susidarymu, pvz., su amido juodoju, su vario jonais (biureto metodu);
- infraraudonosios spektroskopijos metodu – pagrįstas tam tikrų baltymų grupių geba absorbuoti infraraudonuosius spindulius;
- formaldehidinio titravimo metodu – pagrįstas laisvų amino grupių baltymuose blokavimu formaldehidu (skruzdžių aldehidu) ir laisvų karboksilo grupių titravimu baziniu tirpalu.
- ir kitais metodais.

Kjeldalio metodas pripažįstamas kaip tiksliausias, nustatant bendrąjį azotinių junginių kiekį maisto produktuose. Pagrįstas tiriamo organinio junginio mineralizavimu (deginimu) koncentruotoje sieros rūgštyje šios rūgšties virimo temperatūroje. Tiriama medžiaga oksiduojasi iki anglies dvideginio ir vandens, o joje esantis azotas išsiskiria kaip amoniakas, kuris sieros rūgšties aplinkoje sudaro amonio druską.

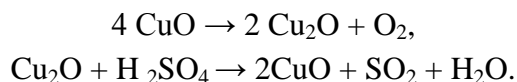


Deginimo procesas pagreitinamas dedant katalizuojančios medžiagos arba keliant sieros rūgšties virimo temperatūrą. Kaip katalizuojančios medžiagos gali būti naudojamos: Hg, Cu, Se, CuO, HgO, P₂O₅, H₂O₂, CuSO₄, HgSO₄. Norint pakelti sieros rūgšties virimo temperatūrą, naudojamas K₂SO₄ arba Na₂SO₄.

Katalizuojantis priedamų medžiagų poveikis pagrįstas deguonies pernaša iš sieros rūgšties organiniams junginiams, pvz., naudojant Hg:



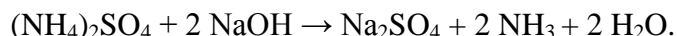
naudojant oksidą:



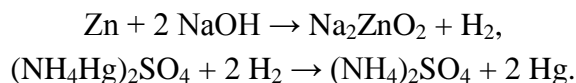
Išsiskyres deguonis oksiduoja organinius junginius.

Naudojant kalio ar vario sulfatą deginimas vyksta be nuostolių, tik trunka gana ilgai. Naudojant seleno ir kitų stipriai oksiduojančių medžiagų mišinį, deginimo laikas sutrumpėja beveik 0,5 val., bet netenkama dalies azoto, kurio nuostolius galima sumažinti kartu naudojant HgO, nes gyvsidabrio-amonio kompleksas yra atsparesnis oksidacijai nei laisvos amino druskos.

Tolesnis tyrimas – tai amoniako atskyrimas naudojant stiprią bazę:



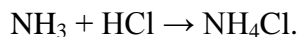
Jeigu naudojamas Hg kaip katalizatorius, prieš distiliavimą reikia į kolbą įdėti šiek tiek cinko miltelių, nes gyvsidabris su amoniaku sudaro gyvsidabrio-amonio junginius $(\text{NH}_4\text{Hg})_2\text{SO}_4$, nesuyrančius šarminėje aplinkoje:



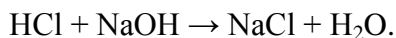
Panašus efektas gaunamas naudojant kalio (K_2S) ar natrio sulfidą (Na_2S), nes šarminėje aplinkoje abu šie junginiai yra kaip reduktoriai, panašiai kaip vandenilis. Paprastai dedama apie 25 cm^3 (ml) 4 % K_2S arba Na_2S tirpalo.

NaOH išskirtas amoniakas distiliuojamas į surinktuvą su standartiniu druskos arba sieros rūgšties tirpalu.

Jeigu distiliavimo metu išsiskiriantis amoniakas surenkamas į indą su druskos rūgštimi, tuomet



Druskos ar sieros rūgšties perteklius surinktuve titruojamas standartiniu NaOH tirpalu:



Pagal standartinės rūgšties, surištos su amoniaku, kiekį galima suskaičiuoti azoto kiekį tirtame mėginyje.

Vietoje koncentruotos rūgšties amoniakui surišti galima naudoti 4 % boro rūgšties tirpalą. Šiame boro rūgšties tirpale negali būti kitų neorganinių rūgščių priemaišų ir, kaip silpna rūgštis, turi nereaguoti su metilo raudonuoju. Reakcijos tarp amoniako ir boro rūgšties metu susidariusi boro rūgšties amonio druska reaguoja su stipria rūgštimi kiekybiškai, kaip laisvas amoniakas, todėl surištą amoniaką surinktuve galima titruoti tiesiogiai stipria standartine rūgštimi, pvz., sieros ar druskos, naudojant indikatorių metilo raudonąjį.

Naudojant boro rūgštį amoniakui sujungti, reikia atkreipti dėmesį į tai, kad distiliato garai būtų gerai vėsinami, nes amoniakas gali išgaruoti, sudarydamas nuostolių.

1 ml arba cm^3 druskos rūgšties, kurios koncentracija $0,1 \text{ mol l}^{-1}$, arba sieros rūgšties, kurios koncentracija $0,05 \text{ mol l}^{-1}$, atitinka 1,401 mg azoto. Rūgšties, surištos su amoniaku, kiekis ml arba

cm³ padaugintas iš 1,401 atitinka azoto kiekį mėginyje, kuris buvo pasvertas analizei atlikti. Rezultatas išreikštas procentais (procentinis bendrojo azoto kiekis), įvertina tiriamą produktą.

Azoto kiekis yra pagrindas baltymų kiekiui skaičiuoti. Žinant procentinį azoto kiekį tiriamoje medžiagoje, galima suskaičiuoti žalių baltymų arba bendrąjį baltymų kiekį. Žali baltymai = bendrasis baltymų kiekis % x baltymų perskaičiavimo koeficiento.

Baltymų perskaičiavimo koeficientai apskaičiuoti pagal azoto kiekį atskiruose baltymuose ir baltymų grupėse, esančiose tiriamajame produkte. Mėsos baltymuose vidutinis azoto kiekis – 16 %. Šiuo pagrindu nustatytas perskaičiavimo koeficientas: $100:16 = 6,25$, iš kuriuo reikia padauginti nustatytą azoto kiekį, norint sužinoti baltymų kiekį. Šis skaičiavimas yra sąlyginis, nes azoto mėsos baltymuose būna nuo 14 iki 18 %. Augaliniuose baltymuose azoto kiekis kinta nuo 16,33 iki 18,73 %, o perskaičiavimo koeficientas kitas, pvz., miežių, ryžių, kukurūzų, pupelių, rapsų išspaudų – 6,0; kviečių, rugių, avižų, žirnių, pupų – 5,7; linų, kanapių, saulėgrąžų, lubinų, medvilnės sėklų – 5,5. Pieno baltymų vidutinis azoto kiekis – 15,68 %, perskaičiavimo koeficientas – 6,38.

Bendrasis baltymų kiekis yra didesnis nei tikrasis. Taip yra todėl, kad žalių baltymų skaičiavimui perskaičiavimo koeficientai (azoto – į baltymus) apskaičiuoti pagal vidutinę sudėtį elementaraus baltymo, esančio tam tikrame produkte. Žinoma, kad bendrąjį azotą sudaro ne tik baltymų sudėtyje esantis azotas. Kuo daugiau šiame produkte nebaltyminio azoto, tuo didesnis yra bendrasis baltymų kiekis, lyginant su tikruoju.

Baltyminio azoto kiekis piene sudaro 95 % bendrojo azoto kiekio. Pieno baltymų perskaičiavimo koeficientas – 6,38. Bendrąjį azoto kiekį, išreikštą %, padauginus iš 6,38, gautas bendrasis baltymų kiekis bus apie 5 % didesnis už tikrąjį baltymų kiekį.

Nustatant tikrąjį baltymų kiekį, baltymai išskiriami iš tirpalo, nuosėdos atskiriamos ir nuosėdose ar filtrate nustatomas azoto kiekis. Nuosėdose esantis azotas atitinka baltyminio azoto kiekį, filtrate – nebaltyminio azoto kiekį. Žinant bendrąjį azoto kiekį tiriamame mėginyje ir azoto kiekį vienoje iš frakcijų, azoto kiekį kitoje frakcijoje galima apskaičiuoti pagal skirtumą. Baltyminio azoto kiekis, padaugintas iš atitinkamo perskaičiavimo koeficiento, rodo tikrąjį baltymų kiekį.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti azoto ir baltymų kiekius maisto produktuose.

Užduotis. Nustatyti azoto ir baltymų kiekį pateiktame produkte.

Darbo eiga

Po 0,5–1,0 g tiriamo produkto mėginio sudedama į Kjeldalio kolbas, įpilama 10 ml koncentruotos H₂SO₄, 1 ml 30 % H₂O₂. Kjeldalio kolbos mineralizavimo aparate lėtai kaitinamos 15 – 20 min, kad skystis neputotų. Kolba atvėsinama, įlašinami keli lašai H₂O₂ ir vėl kaitinama. Kartojama tol, kol mineralizatas tampa skaidrus, t. y. kol produkto mineralinės medžiagos suskyla ir lieka tik mineraliniai junginiai. Kolbos atvėsinamos.

Amoniakui distiliuoti mėginiai praskiedžiami distiliuotu vandeniu ir perpilami į 100 ml matavimo kolbas. Pilama distiliuoto vandens iki žymės kolbos kaklelyje ir gerai sumaišoma.

Kiekviena Kjeldalio kolba prijungiama prie distiliavimo įrangos. Kondensatoriaus išėjimo vamzdelio galiukas turi būtų pamerktas į kūginę 300 ml talpos kolbą distiliatui surinkti. Į ją įpilama 25 ml 3 % boro rūgšties (H₃BO₃) tirpalo ir 2–3 lašai Taširo indikatoriaus tirpalo.

Į distiliavimo kolbą įpilama 2–5 ml mineralizato ir 10 ml 40 % natrio hidroksido (NaOH) tirpalo. Distiliuojama 15–20 min. Skiriantis amoniakui, borato spalva iš rausvos keičiasi į žalią. Norint patikrinti, ar visas amoniakas išsiskyrė iš mineralizato, ant lakmuso popierėlio užlašinama distiliato.

Distiliatas titruojamas HCl tirpalu, kol distiliato spalva iš žalios spalvos tampa rausva.

Tokiomis pat sąlygomis distiliuojamas ir titruojamas kontrolinis (tuščias) mėginys (distiliuotas vanduo).

Rezultatų skaičiavimas

Azoto kiekis (N) % arba $g\ 100\ g^{-1}$ tiriamame mėginyje skaičiuojamas atsižvelgiant į tyrimui paimtos medžiagos masę, titruojant sunaudotos HCl kiekį, jos koncentraciją ir praskiedimą:

$$N = \frac{0,00014 \times (V_1 - V_0) \times B \times 100}{m \times b},$$

čia 0,00014 – azoto kiekis, kurį sujungia 1 ml 0,01 N HCl g,

V_1 – 0,01 M HCl kiekis, sunaudotas iš distiliuojamo mineralizato išsiskyrusiam amoniakui sujungti ml,

V_0 – 0,01 M HCl kiekis, sunaudotas tuščiajam mėginiui titruoti ml,

B – mėginio, mineralizuoto Kjeldalio kolboje, praskiedimo tūris ml ($B = 100$),

b – distiliuoti paimtas mineralizato kiekis ml (jeigu distiliuojamas visas mineralizuotas mėginys ($B = b$), šis dydis lygus m),

m – analizuoto mėginio masė g,

100 – daugiklis perskaičiuoti azotui, nustatytam mėginyje, į 100 g produkto.

Azotas perskaičiuojamas į baltymus naudojantis atitinkamais perskaičiavimo koeficientais.

Įranga, priemonės ir reagentai

Mineralizavimo aparatas, kuriame Kjeldalio kolbos laikomos nuožulnioje padėtyje (apie 45°), su elektriniais kaitintuvais ar dujiniais degikliais, su garų ištraukimo sistema;

distiliavimo įranga;

500 ml talpos Kjeldalio kolbos;

10, 25, 50 ir 100 ml matavimo cilindrai;

kūginės kolbos;

biuretė graduota po 1 ml;

biuretė, graduota po 0,1 ml;

koncentruota H_2SO_4 (sulfato rūgštys);

30 % H_2O_2 (vandenilio peroksidas, divandenilio dioksidas) arba CuO (milteliai);

40 % NaOH (natrio hidroksido, natrio šarmo) tirpalas;

3 % H_3BO_3 (boro rūgštis, vandenilio trioksoborato rūgštis) tirpalas;

0,01 M HCl (druskos rūgštis) tirpalas;

Taširo indikatorius (2 g metilo raudonojo ir 1 g metileno mėlio, ištirpintų 1000 ml 95 % etanolio);
lakmuso popierėlis.

Kontroliniai klausimai

1. Kokie yra kiekybiniai baltymų nustatymo maisto produktuose metodai?
2. Apibūdinkite Kjeldalio metodo esmę.
3. Kaip suskaičiuoti žalių baltymų arba bendrąjį baltymų kiekį produkte?

7 laboratorinis darbas. MINERALINIŲ MEDŽIAGŲ KIEKIO NUSTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE

Apie mineralinių medžiagų kiekį produkte sprendžiama pagal pelenų, likusių sudeginus produkto organines medžiagas tokiose sąlygose, kuriose nesuskyla chloridai ir nesioksiduoja chloro junginiai. Pelenuose, be natūralių sudėtinių dalių, gali būti smėlio ar kitų teršalų likučių, pvz., valgomosios druskos ar cheminių medžiagų.

Pelenų kiekis ir sudėtis priklauso nuo maisto produktų kilmės ir mėginiui mineralizuoti taikyto metodo. Daugumoje pieno produktų yra nuo 0,5 iki 1,0 % pelenų. Nenuriebalintuose pieno milteliuose jų gali būti iki 8,0 %. Vaisiuose pelenų susikaupia 0,2–0,8 %, jų kiekis priklauso nuo drėgmės kiekio. Kai kuriuose džiovintuose vaisiuose, pvz., abrikosuose, pelenų gali susikaupti didžiausi kiekiai – iki 3,5 %. Vaisių sultyse pelenų būna apie 0,6 %. Pelenų kiekis daržovėse didesnis nei vaisiuose ir sudaro apie 1,0 %, pupinių augalų sėklose – iki 4,0 %. Daržovių perdirbimo produktuose, kuriuose yra druskos, pelenų kiekis didesnis. Kvietiniuose miltuose pelenų būna nuo 0,45 iki 2,0 %, o ruginiuose – 0,58–2,0 %. Šviežioje mėsoje pelenų yra apie 1,0 %, bet perdirbimo produktuose gali padaugėti iki keleto procentų. Kiaušinio trynyje pelenų būna tris kartus daugiau nei baltyme (atitinkamai 1,7 ir 0,6 %). Cukruje, meduje ir sirupuose pelenų yra tik pėdsakai – iki 0,05 %.

Norint charakterizuoti mineralines medžiagas nustatomi:

- bendrasis pelenų kiekis;
- vandenyje tirpių pelenų kiekis,
- netirpių druskos rūgštyje (10 %) pelenų kiekis (žalieji pelenai),
- pelenų šarmingumas arba rūgštingumas,
- mineralinė sudėtis.

Bendrasis pelenų kiekis nusako produktų maistinę vertę. Tokiuose produktuose, kaip miltai ir cukrus, bendrasis pelenų kiekis parodo valymo ir rafinacijos laipsnį. Sėlenose kai kurių mineralinių medžiagų yra apie 20 kartų daugiau nei endospermoje, todėl bendrasis pelenų kiekis yra pagrindinis rodiklis, parodantis kaip grūdų luobelės ir gemalai atskirti nuo likusių grūdų. Vaisių džemuose ir marmeladuose bendrasis pelenų kiekis naudojamas vaisių kiekiui produktuose nustatyti, o vaisių sultyse ir gėrimuose – jų falsifikatams nustatyti.

Vandenyje tirpių pelenų kiekis kartais naudojamas kaip vaisių kiekio konservuotuose džemuose ir marmeladuose rodiklis, konditerijos gaminių tyrimuose.

Pelenų, netirpių 10 % druskos rūgštyje, kiekis apibrėžia produkto grynumą, parodo smėlio, kuris netirpsta 10 % HCl, kiekį. Tokie pelenai vadinami žaliaisiais pelenais. Šis tyrimo metodas rekomenduojamas analizuojant pelenus grūdų produktuose, taip pat tiriant ryžių grūdų luobelės likučius ir vaisių bei daržovių taršą.

Mineralinės medžiagos, kurios, sudeginus produktą, sudaro pelenus, yra tam tikro šarmingumo arba rūgštingumo. Rūgštiniams junginiams priskiriama siera, fosforas, silicis ir chloras, o šarminiams – kalis, natris, kalcis ir magnis. Rūgštinantys produktai yra mėsa, grūdų produktai, kiaušiniai, o šarminantys – daržovės, vaisiai ir pienas. Pelenų šarmingumas arba rūgštingumas išreiškiamas ml arba cm^3 rūgšties arba šarmo, sunaudoto gautiems pelenams neutralizuoti. Augalinių produktų pelenų šarmingumas apibrėžiamas ir kaip organinių rūgščių kiekis, kurios sunaudotos mineralizacijai iki karbonatų. Vaisių produktuose, kuriuose yra dideli

kiekiai rūgščių arba jų druskų, šarminumas parodo vaisių kiekį. Šis rodiklis dažniausiai naudojamas maisto falsifikavimo tyrimams ir šarminėi-rūgštinei pusiausvyrai nustatyti.

Pagrindiniai pelenų junginiai yra makroelementai – Ca, P, K, Cl, Na, Mg ir S. Jų kiekis maisto produktuose sudaro daugiau nei 0,01 %. Kiti metalai – vadinamieji mikroelementai – sudaro labai nedidelius kiekius – mažiau nei 0,01 %.

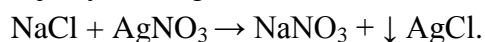
Norint gauti pelenus, organinių medžiagų mineralizacija atliekama deginant „sausai“. Dažniausiai mėginys deginamas tiglyje. Dėl junginių lakumo aukštoje temperatūroje, deginant gali susidaryti mineralinių medžiagų nuostolių, pvz., sieros ir halogenų, todėl procesas turi vykti įprastose sąlygose. Veiksniai, kuriuos reikia kontroliuoti, yra šie: temperatūra, deginimo laikas, naudojami indai. Daugumai produktų rekomenduojama temperatūra – 550 °C, grūdams ir grūdų produktams – 900 °C. Deginimo laikas – 16–18 valandų. Deginimo greitis priklauso nuo produktų sudėties, sunkiau dega rūgštinės medžiagos arba turinčios daug baltymų. Skystus produktus (sultis) prieš deginant reikia sukcentruoti kaitinant vandens vonioje. Norint išvengti fosforo ir chloro nuostolių prieš mineralizaciją galima pridėti šarminančių medžiagų, pvz., magnio acetato.

Norint nustatyti labai mažus kiekius mineralinių medžiagų, naudojamas ir „šlapiasis“ deginimas. Tokiuose procesuose naudojamos rūgštys: sieros, azoto, perchlorato, naudojant atskiras rūgštis arba jų mišinius. Rūgščių HNO₃ – HClO₄ mišinys skirtas maisto produktų, turinčių baltymų ir angliavandenių, bet neturinčių riebalų, mineralizacijai.

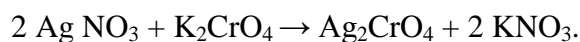
Atskiri mineraliniai komponentai, esantys pelenų sudėtyje, nustatomi titruojant, pvz., chloridai kolorimetriniais metodais, fosforas – atominės absorbcijos spektrofotometrijos metodu.

Maisto produktuose yra ir chloridų, kurie lieka iš žaliavų arba jų pridedama kaip skoninių ar konservuojančiųjų medžiagų. Valgomosios druskos kiekis – tai visų chloridų, esančių tiriamame produkte, kiekis (Cl⁻ kiekis). Jie nustatomi kaip chlorido jonai, tada skaičiuojami ir išreiškiami kaip NaCl. Chloras ir chloridai maisto produktuose nustatomi pagal masę arba turį argentometriniu titravimo metodu su sidabro nitratu (Volhardo arba Mohro metodus).

Mohro metodas. Chloridai titruojami sidabro nitratu neutralioje aplinkoje, naudojant kalio chromatą kaip indikatorių. Reakcija vyksta taip:

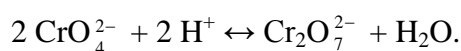


Kai iškrenta sunkiai tirpstančios AgCl nuosėdos, likęs nesurištas AgNO₃ reaguoja su chromatu:

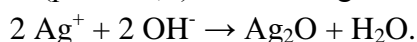


Susidaręs sidabro chromatas, tirpalą nudažo rudai raudona spalva.

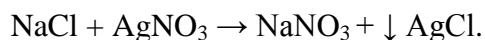
Tirpalo pH reakcijos metu turi būti neutralus. Rūgščiame tirpale vandenilio jonai reaguoja su CrO₄²⁻ jonais ir susidaro HCrO₄⁻ ir Cr₂O₇²⁻ jonai. Dėl to sumažėja CrO₄²⁻ jonų koncentracija, o esant mažesniai pH, gali ir visai nesudaryti gerai tirpstančio rūgščioje aplinkoje Ag₂CrO₄ nuosėdos. Dėl to analizės rezultatai gali būti neteisingi.



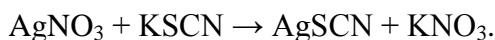
Stipriai šarminiuose tirpaluose (pH > 10,5) susidaro Ag₂O nuosėdos (anksčiau nei Ag₂CrO₄).



Volhardo metodas. Į azoto rūgštimi parūgštintą chloridų tirpalą įpilama AgNO_3 . Nitratas reaguoja su chloridais



AgNO_3 perteklius titruojamas natrio arba kalio tiocianatu, naudojant geležį (III) kaip indikatorių.



Kalio tiocianato perteklius reaguoja su Fe (III), sudarydamas raudonos spalvos kompleksą, kuris rodo reakcijos pabaigą. Šio metodo privalumas tas, kad chloridus galima titruoti rūgščioje aplinkoje.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti mineralinių medžiagų kiekį maisto produktuose.

Užduotis. Nustatyti pelenų kiekį pateiktame produkte, pelenų šarmingumą ir rūgštingumą, chloridų kiekį raugintuose kopūstuose ar agurkuose.

1. Pelenų kiekio nustatymas

Darbo eiga

Analitinėmis svarstyklėmis į iškaitintą iki pastovios masės porcelianinį tigli pasveriamą 1–3 g tiriamo produkto (0,0001 g tikslumu). Drėgnesnio produkto mėginys pirmiausiai koncentruojamas vandens vonioje, po to džiovinamas spintoje 100–102 °C temperatūroje. Išdžiūvęs traukos spintoje mėginys, atsargiai apdeginamas degiklio liepsnoje. Tada suanglėjęs mėginys dedamas į mufelinę krosnį ir deginamas 500–550 °C temperatūroje 16–18 valandų. Mėginys išimamas iš krosnies ir dedamas į eksikatorių, atvėsinamas iki kambario temperatūros. Pasveriamas analitinėmis svarstyklėmis.

Rezultatų skaičiavimas

Pagal skirtumą, gautą pasvėrus mėginį prieš deginimą ir po jo, suskaičiuojamas pelenų kiekis. Rezultatai skaičiuojami $\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$ arba $\text{g } (100 \text{ cm}^3)^{-1}$ mėginio.

Šviežiose daržovėse pelenų būna nuo 0,7 iki 1,0 %, džiovintuose vaisiuose ir daržovėse – apie 2 ir 5 %, vaisių sultyse – iki 0,6 %, piene – apie 0,7 %, kvietiniuose miltuose – nuo 0,45 iki 2,0 %, ruginiuose – 0,58–2,0 %.

2. Pelenų rūgštingumo arba šarmingumo nustatymas

Darbo eiga

Pelenai, gauti sudeginus mėginį, tiglyje užpilami 20 ml H_2SO_4 , išmaišoma. Tiglio turinys perpilamas į kūginę 250 ml talpos kolbą, tигlis skalaujamas 50 ml distiliuoto vandens, supilama į kolbą. Kolba kaitinama iki virimo vandens vonioje (siekiant pašalinti karbonatus), turinys atvėsinamas, įpilami keli lašai fenolftaleino ir titruojama NaOH tirpalu.

Atliekamas kontrolinis bandymas, titruojant 20 ml H_2SO_4 NaOH tirpalu.

Rezultatų skaičiavimas

Pelenai tirpsta rūgštyje. Rūgštis, nesureagavusi su šarminiais pelenų junginiais, titruojama natrio hidroksidu. Pelenų šarmingumas išreiškiamas 0,05 M sieros rūgšties, sureagavusios su pelenų šarminiais junginiais, kiekiu ml arba cm^3 . Pelenų rūgštingumas išreiškiamas 0,1 M natrio šarmo, sureagavusio su pelenų rūgštiniais junginiais, kiekiu ml arba cm^3 . Galutiniai rezultatai turi būti pateikiami ml arba cm^3 sieros rūgšties arba natrio šarmo 100 g arba 100 cm^3 produkto.

Pelenų šarmingumas, išreikštas ml arba cm^3 sieros rūgšties (0,5 M) 100 g produkto, šviežiuose vaisiuose sudaro nuo 3 iki 9, daržovėse – nuo 1 iki 9, pupelėse – 22, piene – apie 3.

3. Chloridų kiekio nustatymas raugintuose kopūstuose ir agurkuose Mohro metodu

Darbo eiga

Mėginio paruošimas: į kūginę 100 ml kolbą įpilama 10 ml sulčių (rasalo), 50 ml distiliuoto vandens. Pakaitinama iki virimo. Atvėsinama iki kambario temperatūros, neutralizuojama NaOH tirpalu, naudojant fenolftaleiną. Apskaičiuojamas rūgštingumas, išreiškiant pieno rūgšties % (pieno rūgšties $M = 90$).

Nustatymas: į 100 ml talpos matavimo kolbą pamatuojama 10 ml sulčių, įpilama NaOH tiek, kiek buvo sunaudota neutralizuojant (fenolftaleinas nepilamas). Pripildoma iki brūkšnio distiliuotu vandeniu. Į kūginę 250 ml kolbą pamatuojama 20 ml šio tirpalo. Įpilama 1 ml K_2CrO_4 . Titruojama AgNO_3 tirpalu iki rudai raudonos susidariusio sidabro chromato spalvos.

Rezultatų skaičiavimas

Titravimo rezultatai perskaičiuojami į natrio chloridą. Procentinis natrio chlorido kiekis skaičiuojamas atsižvelgiant į sunaudotą titruojant sidabro nitrato kiekį, jo koncentraciją ir tiriamo tirpalo praskiedimą.

1 ml 0,1 M AgNO_3 atitinka 5,85 mg NaCl arba 3,55 mg Cl.

Skiedimo schema: 10 ml → 100 ml → 20 ml

Chloridų kiekis, perskaičiavus į NaCl, raugintuose kopūstuose sudaro 1,2 – 2,5 %, raugintuose agurkuose – 1,5 – 3,5 %.

Įranga, priemonės ir reagentai

Porcelianiniai tigliai;

vandens vonia;

eksikatorius;

analitinės svarstyklės;

mufelinė krosnis;

kūginės 250 ml talpos kolbos;

100 ml matavimo kolba;

0,05 M H_2SO_4 (sieros rūgštis, sulfato rūgštys);

0,1 M NaOH (natrio hidroksidas, natrio šarmas);

5 % K_2CrO_4 (kalio chromatas, dikalio tetraoksochromatas);

0,1 M AgNO_3 (sidabro nitratas, sidabro trioksonitratas);

fenolftaleino tirpalas.

Kontroliniai klausimai

1. Pagal kokį rodiklį vertinamas mineralinių medžiagų kiekis maisto produktuose?
2. Kokie rodikliai apibūdina mineralines medžiagas maisto produktuose?
3. Ką parodo maisto produktų bendrasis pelenų kiekis?
4. Kaip vadinami pelenai, netirpstantys 10 % HCl, ir kodėl?
5. Kaip atliekama organinių medžiagų mineralizacija?
6. Kokiais metodais maisto produktuose nustatomi chloridų kiekiai?

8 laboratorinis darbas. KALCIO IR FOSFORO KIEKIŲ NUSTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE

Mineraliniai junginiai maisto produktuose yra įvairių formų, pvz., kaip vandeninės produkto fazės tirpalas, kaip neorganinių ar organinių rūgščių druskos, taip pat gali būti kaip netirpūs kompleksiniai junginiai, pvz., piene – kalcis ir fosforas yra organiniuose junginiuose su kazeinu, o fosforas – fosfolopiduose.

Mineraliniai junginiai, taip pat ir kalcis bei fosforas, nustatomi mineralizuojant mėginį – organinės medžiagos oksiduojasi, o mineraliniai junginiai pereina į tirpalą.

Kalcio kiekis produktuose dažniausiai nustatomas manganometriniu, kompleksometriniu, liepsnos fotometrijos arba atominės absorbcijos spektrofotometrijos metodu.

Naudojant manganometrinių metodą, iš sausuoju ar šlapiuoju būdu mineralizuoto mėginio kalcis nusodinamas rūgščioje aplinkoje, veikiant amonio oksalatu. Ištirpinus kalcio oksalatą sieros rūgštyje, susidariusi laisva oksalo rūgštis titruojama kalio permanganatu.

Naudojant kompleksometrinių metodą, kalcio nustatymas pagrįstas šio elemento reakcija su etilendinitrilotetraacto rūgštimi (EDTA), naudojant indikatorių.

Liepsnos fotometrijos metodu matuojamas spinduliavimo intensyvumas, kurį skleidžia degiklio liepsnoje sužadinti kalcio atomai.

Atominės absorbcijos spektrofotometrijos metodas pagrįstas laisvų kalcio atomų radiacijos absorbcijos matavimu.

Fosforo kiekis dažniausiai nustatomas kolorimetriniu metodu. Šis metodas pagrįstas ortofosfatų pervedimu į fosfomolibdatus, kurie redukuojami, ir susidariusio mėlyno fosfomolibdeno absorbcijos matavimu.

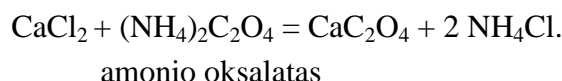
Darbo tikslas – išmokti nustatyti kalcio ir fosforo kiekius maisto produktuose.

Užduotis. Nustatyti Ca ir P kiekį piene.

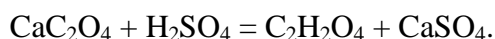
1. Kalcio kiekio nustatymas piene tūrio metodu

Darbo eiga

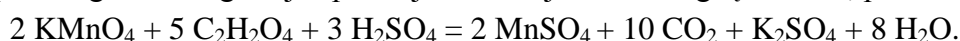
Šlapiosios mineralizacijos metu, naudojant rūgštis, susidaro tirpios kalcio druskos, kurios, esant tam tikram aplinkos pH, veikiant amonio oksalatu, sudaro kalcio oksalatą. Izoliuotas ir išplautas kalcio oksalatas ištirpinamas sieros rūgštyje, susidaro oksalo rūgštis, titruojama etaloniniu kalio permanganato(VII) tirpalu. Vyksta tokios reakcijos:



Filtravimas, nuosėdų plovimas, tirpinimas H_2SO_4 :



Kalio permanganatas rūgščioje aplinkoje oksiduoja oksalo rūgštį iki CO_2 , pats išblunka:



1 cm^3 0,02 M KMnO_4 atitinka 0,0028 g CaO arba 0,0020 g Ca.

Mėginio mineralizavimas. Sausoje 25 ml talpos menzūroje pasverama 10 g pieno 0,001 g tikslumu. Turinys perpilamas į 100 ml talpos Kjeldalio kolbą. Vėl sverama menzūra. Pieno mėginio masė skaičiuojama pagal skirtumą tarp menzūros su pienu masės ir menzūros masės išpylus pienu.

Galima pienu pamatuoti 10 ml pipete ir perskaičiuoti į masę, turį padauginus iš tankio, nustatyto laktodensimetru.

Į pienu Kjeldalio kolboje pripilama 20 ml azoto rūgštis ir 10 ml perchlorato rūgštis. Turinys kaitinamas traukos spintoje ant silpnos degiklio ugnies.

Mineralizacijos metu virimas turi būti nestiprus, skiriasi rudi dūmai. Kai kolbos turinys sutirštėja iki 2/3 pirminio tūrio, pastebimas intensyvus virimas, vyksta stiprus organinių junginių oksidacijos procesai, – skiriasi balti dūmai (egzoterminė reakcija). Tuomet reikia sumažinti degiklio liepsną.

Dėmesio: per daug greitas oksidacijos procesas (per stiprus mišinio kaitinimas) gali sukelti sproginą!!!

Pasibaigus reakcijai, tirpalas kolboje yra bespalvis. Patamsėjus tirpalui, reikia įpilti (atvėsinus) 3 ml azoto rūgštis ir iš naujo kaitinti, kol tirpalas nuskaidrės. Deginimo (oksidacijos) pabaiga nustatoma taip: tirpalas atvėsinaamas ir įpilama 25 ml distiliuoto vandens, stipriai pakaitinama, kad pasišalintų azoto oksido garai ir stebima, ar skystis tamsėja ar lieka bespalvis. Jeigu tirpalas tamsėja, kolbos turinys vėl intensyviai pakaitinamas ir vėl įpilama azoto rūgštis porcija. Taip daroma tol, kol tirpalas lieka bespalvis. Tada bespalvis skystis kolboje sukonzentruojamas iki 4–5 ml ir atvėsinaamas. Atvėsęs tirpalas perpilamas į 100 ml matavimo kolbą ir pripilama distiliuoto vandens iki brūkšnio.

Kalcio nustatymas. 50 ml mineralizuoto mėginio įpilama į 400 ml menzurą, praskiedžiama 200 ml distiliuoto vandens, įpilama 10 ml 10 % amonio chlorido. Tirpalas skiedžiamas amoniaku (praskiestu 1:2 distiliuotu vandeniu), lašinant po truputį iki pH 4,5–5,5, naudojant metileno raudonąjį indikatorį; pabaigoje pH patikrinama universaliu indikatoriaus popierėliu.

Menzūros turinys pašildomas iki virimo, ir kalcis nusodinamas 15–20 ml 5 % amonio oksalato tirpalo. Kai iškrenta nuosėdos, tirpalas išmaišomas ir šildomas ant silpnos ugnies 30 min.

Toliau tirpalas filtruojamas pro kietą filtrą. Nuosėdos ant filtro kelis kartus skalaujamos distiliuotu vandeniu su 3–5 ml 5 % amonio oksalato (iki 100 ml vandens), po to tik distiliuotu vandeniu. Skalavimas baigtas, kai filtratas nereaguoja su chloridais.

Norint įsitikinti, ar yra chloridų, ant stikliuko užlašinami keli lašai filtrato ir ant jo – pora lašų sidabro nitrato. Drumstumas rodo, kad tirpale yra chloridų, o jeigu nesusidrumsčia – chloridų nėra.

Nuosėdos, likusios ant filtro, ištirpinamos, užpilant 10–15 ml sieros rūgštis (1:4), surenkamos į kūginę kolbą, o filtratas kelis kartus skalaujamas karštu distiliuotu vandeniu; bendras filtrato kiekis turi sudaryti apie 80 ml. Gautas filtratas pakaitinamas vandens vonioje iki 80–90 °C temperatūros, atvėsinaamas iki 70 °C ir titruojamas 0,02 M KMnO₄ iki švelniai rožinės spalvos, išliekančios 30 sekundžių.

Rezultatų skaičiavimas

Procentinis CaO kiekis apskaičiuojamas pagal formulę:

$$\text{CaO} = \frac{a \times 0,0028 \times 100}{b} \%,$$

čia a – ml 0,02 M KMnO_4 ,

b – pieno mėginio masė g.

Galutinis rezultatas skaičiuojamas kaip mažiausiai dviejų analizių rezultatų aritmetinis vidurkis. Taip pat apskaičiuojamas procentinis kalcio kiekis piene. Karvės piene vidutinis Ca kiekis – 0,09-0,14 %.

2. Fosforo kiekio nustatymas piene kolorimetriniu metodu

Darbo eiga

Į 50 ml talpos matavimo kolbą įpilama 10 ml mineralizuoto mėginio ir pripilama distiliuoto vandens iki brūkšnio. 4 ml praskiesto tirpalo pamatuojama į kitą 50 ml talpos matavimo kolbą, kolba papildoma 20 ml distiliuoto vandens, 4 ml amonio molibdato(VI) su H_2SO_4 . Išmaišius pripilama 10 ml reagento hidrochinono ir kolba iki brūkšnio papildoma distiliuotu vandeniu (reagentas ruošiamas prieš pat naudojimą: į menzurą įpilami vienodi kiekiai 0,5 % hidrochinono tirpalo ir 20 % natrio sulfato(IV) arba natrio sulfito tirpalo, išmaišoma). Tirpalas nusidažo mėlyna spalva.

Tuo pat metu ruošiamas tuščiasis mėginys, naudojamas kolorimetrui kalibruoti, taip pat lyginamasis mėginys, naudojamas kaip skaičiavimo pagrindas fosforo kiekiui piene nustatyti.

Po 1,5 val. nustatoma tirpalo absorbcija fotokolorimetre, naudojant 1 cm kiuvetę ir filtrą, maksimaliai praleidžiantį 600–610 nm ilgio šviesos bangas.

Tuščiasis mėginys ruošiamas taip pat, kaip ir tiriamasis, tik vietoje mineralizuoto ir atskiesto mėginio naudojamas toks pat kiekis distiliuoto vandens.

Lyginamojo mėginio paruošimas: į 50 ml talpos matavimo kolbą įpilama 10 ml standartinio tirpalo, kurio 1 ml yra 0,01 mg fosforo, tada pilami 4 ml amonio molibdato(VI) su sieros rūgštimi, išmaišoma ir įpilama 10 ml hidrochinono reagento, iki viršaus pripilama distiliuoto vandens. Praėjus 1,5 val. matuojama absorbcija.

Pagal skalę nustatytos absorbcijos vertės proporcingos fosforo kiekiui. Šiuo pagrindu skaičiuojamas fosforo kiekis analizuojamame tirpale.

Norint suskaičiuoti fosforo kiekį procentais arba mg 100 g pieno, reikia įvertinti pasverto pieno mėginio masę, atitinkančią apskaičiuotą fosforo vertę mg 50 ml tirpalo – tai sudaro 1/125 dalį pasverto pieno.

Galutinis rezultatas apskaičiuojamas kaip aritmetinis vidurkis mažiausiai dviejų analizių, kurių rezultatai skiriasi ne daugiau kaip 0,003 %.

100 g karvės pieno vidutiniškai yra 100 mg fosforo (nuo 75 iki 125 mg). Jo kiekis priklauso nuo fiziologinių ypatybių, veislės ir kitų aplinkybių.

Įranga, priemonės ir reagentai

Analitinės svarstyklės;

traukos spinta;

atviros liepsnos degiklis;

filtras;

vandens vonia;

fotokolorimetras;

25 ml ir 400 ml menzūros;

100 ml kūginė kolba;
50 ml matavimo kolba;
100 ml Kjeldalio kolba;
5 ml ir 10 ml pipetės;
 HNO_3 (azoto rūgštis, nitrato rūgštis, vandenilio trioksonitratas);
 HClO_4 (perchlorato rūgštis, vandenilio tetraoksochloratas);
10 % NH_4Cl (amonio chloridas);
 NH_3 (amoniako) tirpalas (praskiestas 1:2 distiliuotu vandeniu);
metileno raudonasis indikatorius;
5 % $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ (amonio oksalato) tirpalas;
 H_2SO_4 (sieros rūgštis, sulfato rūgštys);
0,02 M KMnO_4 (kalio permanganatas, kalio tetraoksomanganatas);
 $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ (amonio molibdatos);
0,5 % $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$ (hidrochinonas, 1,4-benzendiolis);
20 % Na_2SO_4 (natrio sulfatas) arba Na_2SO_3 (natrio sulfitas, dinatrio triokso sulfatas).

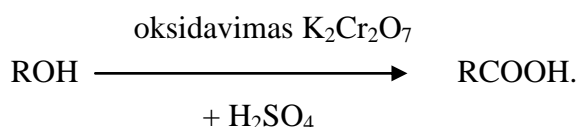
Kontroliniai klausimai

1. Kokiais metodais dažniausiai nustatomas kalcio kiekis maisto produktuose?
2. Koku metodu nustatomas fosforo kiekis maisto produktuose?

9 laboratorinis darbas. ETANOLIO KIEKIO NUTATYMAS MAISTO PRODUKTUOSE

Etanolio (etilo alkoholio) kiekis nustatomas atliekant galutinę produktų kontrolę ir technologinių procesų metu, kurių metu vyksta alkoholinė fermentacija, pvz., gaminant kai kuriuos pieno produktus, alų, vyną, degtinę, midų, konditerijos gaminius, spirito actą. Etanolio kiekio nustatymas spiritiniuose gėrimuose (spirite, degtinės gaminiuose) vadinamas stiprumo nustatymu.

Etanolio kiekio nustatymo metodus maisto produktuose galima suskirstyti į fizikinius ir cheminius. Cheminiai metodai naudojami nustatant nedidelį etanolio kiekį – mažesni nei 1 %. Taikant šiuos metodus, etanolis distiliuojamas iš vandeninių tirpalų, naudojant standartinį kalio dichromato(VI) tirpalą, kuris rūgštinėje aplinkoje oksiduojamas iki acto rūgšties:



Sunaudoto $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ perteklius nustatomas jį redukuojant arba KI tirpalu ir titruojant išsiskyrusį jodą 0,1 M natrio tiosulfato tirpalu arba Moro (Mohr'o) druska (geležies(III)-amonio sulfatu(VI)), kurios perteklius nutitruojamas 0,1 M KMnO_4 tirpalu.

Kai produktuose etanolio kiekis didesnis nei 15 %, dažniausiai naudojami fizikiniai metodai, kurie pagrįsti vandeninių tirpalų, gautų distiliuojant mėginį, tankio matavimu. Etanolio distiliavimas vandens garais vyksta distiliavimo aparate, sudarytame iš distiliavimo kolbos, jungiamojo vamzdelio, vandens šaldytuvo ir rinktuvo – matavimo kolbos. Distiliato kiekis turi būti lygus distiliavimui paimto produkto (vyno, alaus) kiekiui.

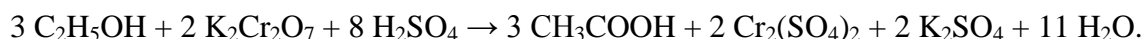
Vandeninio etanolio tirpalo tankis matuojamas piknometriniu arba areometriniu metodu. Areometriniams matavimams galima naudoti Gei – Liusako areometrą, parodantį tikrąjį tankį. Nustačius tankį, etanolio kiekis (gramais 100 ml arba tūrio procentais) tiriamame mėginyje surandamas pagal lentelėje pateiktus duomenis. Praktikoje naudojamas specialus tankio matavimo prietaisas vadinamas Tralio (Tralle) areometru (žr. 2 laboratorinį darbą), kuris rodo etanolio kiekį Tralio laipsniais ($^{\circ}\text{Tr}$), t. y. etanolio tūrio % (etilo alkoholio kiekį cm^3 100 cm^3 tirpalo). Nustatant etanolio kiekį aluje, naudojamas areometras, sugraduotas nuo 0 iki 5 $^{\circ}\text{Tr}$ arba nuo 5 iki 10 $^{\circ}\text{Tr}$, vyne – nuo 10 iki 15 $^{\circ}\text{Tr}$ ir t. t., priklausomai nuo etanolio kiekio produkte.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti etanolį maisto produktuose.

Užduotis. Nustatyti etanolį vaisių sultyse titravimo metodu, vyne – matuojant distiliato tankį.

1. Etanolio kiekio nustatymas vaisių sultyse titravimo metodu (cheminiu)

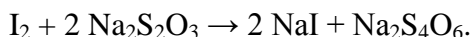
Pirmiausiai etanolis oksiduojamas kalio dichromato(VI) tirpalu:



Kalio dichromato perteklius reaguoja su kalio jodidu:



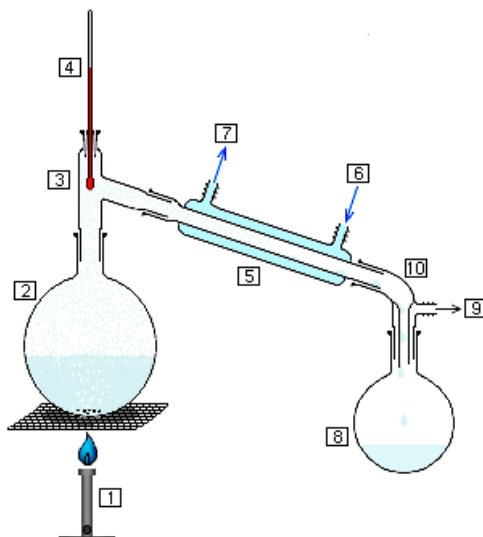
Susidaręs laisvas jodas nustatomas jodometriškai:



Darbo eiga

Pipete pamatuojama 5 ml sulčių, supilama į 250 ml talpos distiliavimo kolbą, cilindru pamatuojama 150 ml distiliuoto vandens ir supilama į distiliavimo kolbą. Kolba sujungiama su

aparatu (2 pav.). Distiliatas renkamas į kūginę 250 ml talpos kolbą (su nušlifotu kamščiu), į kurią prieš distiliuojant įpilama 25 ml 0,033 M kalio dichromato(VI) tirpalo ir 25 ml 50 % sieros rūgšties tirpalo. Distiliuojama, kol susirinks apie 100 ml distiliato (bendrasis skysčio tūris surinktuve turi būti apie 150 ml). Kolba su distiliatu užkemšama kamščiu, atsargiai pamaišoma ir paliekama kambario temperatūroje 1 valandą. Tada įpilama 0,5 g kalio jodido ir titruojama 0,1 M natrio tiosulfato tirpalu, 1 % krakmolo tirpalą naudojant kaip indikatorių, kol tirpalas nusidažo tamsiai mėlyna spalva. Taip pat atliekamas ir kontrolinis titravimas.



2 pav. Distiliavimo aparatas

1 – kaitinimo šaltinis, 2 – apvaliadugnė distiliavimo kolba, 3 – Viurco perėjimas, 4 – termometras, 5 – Lybigo kondensatorius, 6, 7 – šaldantis vanduo, 8 – distiliato surinkimo kolba, 9 – ertmė siurblio prijungimui, 10 – alonžas

Rezultatų skaičiavimas

Etanolio kiekis skaičiuojamas gramais 100 g arba 100 cm³ pagal formulę:

$$A = \frac{(a - b) \cdot 0,00115}{g},$$

čia a – 0,1 M Na₂S₂O₃ kiekis sunaudotas kontrolinio bandymo metu,

b – 0,1 M Na₂S₂O₃ kiekis sunaudotas tiriant mėginį,

g – mėginio masė arba tūris (g arba ml),

0,00115 – perskaičiavimo koeficientas.

Skaičiuojamas dviejų analizių aritmetinis vidurkis, rezultatai neturi skirtis daugiau kaip 0,05.

Jeigu tiriamame produkte etanolio kiekis nurodomas tūrio procentais, gautą rezultatą reikia padalinti iš 0,7894 (etanolio masė 20 °C temperatūroje).

Etanolio kiekis vaisių sultyse neturi viršyti 0,5 % tūrio, o sultyse, kurių sudėtyje yra vynuogių, aviečių, vyšnių, gervuogių, juodauogio šeivamedžio ir erškėtrožių sulčių, – ne daugiau kaip 0,7 %.

2. Etanolio kiekio nustatymas vyne, matuojant distiliato tankį

Darbo eiga

Distiliato paruošimas. Į distiliavimo kolbą įpilama 100 ml vyno ir 50 ml distiliuoto vandens. Tirpalas neutralizuojamas 1 M NaOH tirpalu, naudojant lakmuso popierėlį. Tada kolba sujungiama su aparatu ir distiliuojama į 100 ml talpos matavimo kolbą. Kai susirenka apie 95 ml distiliato,

distiliuoti baigiama, distiliatas atvėsinamas iki 20 °C temperatūros, kolba pripildoma iki žymės ir gerai išmaišoma.

Vyno stiprumo matavimas areometru. Apie 100 ml distiliato per sienelę supilama į sausą cilindrą, atsargiai pamerkiamas areometras. Cilindras turi būti tokio dydžio, kad areometras jame galėtų laisvai plaukti, neliesdamas nei sienelių, nei dugno. Kai areometras nusistovi vertikaloje padėtyje, užrašomi jo rodmenys.

Distiliato tankio nustatymas piknometru. Švarus ir sausas piknometras pasveriamas 0,0001 g tikslumu. Į piknometrą įpilama 20 °C temperatūros distiliuoto vandens, užkemšama kamščiu. Po 1 min vanduo išpilamas ir vėl įpilama 20 °C temperatūros distiliuoto vandens, piknometras užkemšamas, nepaliekant oro burbuliukų nei piknometre, nei kapiliare. Piknometras nuvalomas, kad būtų sausas ir pasveriamas 0,0001 g tikslumu. Tuomet vanduo išpilamas, piknometras kelis kartus paskalaujamas distiliatu, pripilama distiliato ir vėl sveriamas 0,0001 g tikslumu.

Rezultatų skaičiavimas

Tiriama distiliato tankis skaičiuojamas pagal formulę $g\ (cm^3)^{-1}$:

$$d_{20} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1},$$

čia m_1 – tuščio piknometro masė g,

m_2 – piknometro masė su 20 °C temperatūros vandeniu g,

m_3 – piknometro masė su distiliatu g.

Nustačius distiliato tankį, lentelėje randamas atitinkamas etanolio kiekis, parodantis etanolio stiprumą gramais 100 ml arba cm^3 arba tūrio procentais.

Etanolio kiekis vyne priklausomai nuo vyno rūšies būna nuo 9 iki 18 tūrio %.

Įranga ir reagentai

Distiliavimo aparatas;

Tralio alkometras;

piknometras;

50, 100 ml cilindrai;

100 ml talpos matavimo kolba;

5, 25 ml pipetės;

250 ml talpos kūginė kolba;

0,033 M $K_2Cr_2O_7$ (kalio dichromato, dikalio heptaoksodichromato) tirpalas;

50 % H_2SO_4 (sieros rūgšties, sulfato rūgščių) tirpalas;

KI (kalio jodido) tirpalas;

0,1 M $Na_2S_2O_3$ (natrio tiosulfato) tirpalas;

1 % krakmolo tirpalas;

1 M NaOH (natrio hidroksido, natrio šarmo) tirpalas;

lakmuso popierėlis.

Kontroliniai klausimai

1. Kokie yra etilo alkoholio kiekio nustatymo metodai maisto produktuose?
2. Kokius žinote fizikinius etilo alkoholio kiekio nustatymo metodus?
3. Kokius žinote cheminius etilo alkoholio kiekio nustatymo metodus?
4. Kokiais vienetais matuojamas etilo alkoholio kiekis maisto produktuose?

**6 lentelė. Etanolio kiekis alkoholiniuose-vandeniniuose tirpaluose
priklausomai nuo tankio (d_{20}^{20})**

Tankis	Etanolis g (100 cm ³) ⁻¹	Etanolis tūrio %	Tankis	Etanolis g (100 cm ³) ⁻¹	Etanolis tūrio %
0,9829	10,59	13,34	0,9799	12,89	16,24
0,9828	10,66	13,44	0,9798	12,97	16,34
27	10,74	13,53	97	13,05	16,44
26	10,81	13,62	96	13,13	16,54
25	10,89	13,72	95	13,20	16,64
24	10,96	13,82	94	13,28	16,74
23	11,04	13,91	93	13,36	16,84
22	11,12	14,01	92	13,44	16,94
21	11,19	14,10	91	13,52	17,04
20	11,27	14,20	90	13,60	17,14
0,9819	11,34	14,29	0,9789	13,68	17,24
18	11,42	14,39	88	13,76	17,34
17	11,49	14,48	87	13,84	17,44
16	11,57	14,58	86	13,92	17,54
15	11,65	14,68	85	14,00	17,64
14	11,72	14,77	84	14,08	17,77
13	11,80	14,87	83	14,15	17,84
12	11,88	14,97	82	14,23	17,94
11	11,96	15,07	81	14,31	18,04
10	12,03	15,16	80	14,39	18,14
0,9809	12,11	15,26	0,9779	14,47	18,24
08	12,19	15,36	78	14,55	18,34
07	12,27	15,46	77	14,64	18,44
06	12,34	15,55	76	14,71	18,54
05	12,42	15,65	75	14,76	18,64
04	12,50	15,75	74	14,87	18,74
03	12,58	15,85	73	14,95	18,84
02	12,65	15,95	72	15,03	18,94
01	12,73	16,04	71	15,11	19,04
0,9800	12,81	16,14	0,9770	15,19	19,14

LITERATŪRA

1. Analiza żywności. Część I. Skrypt pod redakcją naukową prof. dr. hab. Mirosławy Klepackiej. Fundacja Rozwój SGGW, 2005, s. 211.
2. Ćwiczenia z analizy żywności pod redakcją Zofii Żegarskiej. Wydawnictwo Uniwersytetu Warmińsko-Mazurskiego, Olsztyn, 2000, s. 104.
3. LST EN ISO 3960:2005 Gyvūniniai ir augaliniai riebalai ir aliejus. Peroksidų skaičiaus nustatymas (ISO 3960:2001).
4. LST EN ISO 3960:2009 Gyvūniniai ir augaliniai riebalai ir aliejus. Peroksidų skaičiaus nustatymas. Jodometrinis (vizualus) nustatymas pagal ekvivalentinį tašką (ISO 3960:2007).
5. LST EN ISO 660:2000 Gyvūniniai ir augaliniai riebalai ir aliejus. Rūgščių skaičiaus ir rūgštingumo nustatymas (ISO 660:1996).
6. Richard Owusu-Apenten, Introduction to Food Chemistry. CRC Press, 2005, 17-23 p.
7. Žalio pieno pirminių kokybės rodiklių įvertinimo instrukcija. Patvirtinta Lietuvos Respublikos žemės ūkio ministro 2006 m. liepos 25 d. įsakymu Nr. 3D – 303. Prieiga per internetą: <http://www.zum.lt/min/failai/060725-3D-303p.pdf>

