



Uniwersytet  
Gdański



# Katedra Analizy Środowiska

**Instrukcja do ćwiczeń laboratoryjnych  
z Analizy Żywności**

## **Ćwiczenie 1**

Oznaczanie zawartości wody w mące

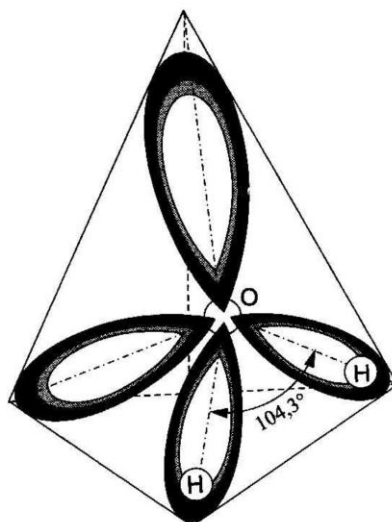
Gdańsk, 2024

## 1. Wprowadzenie

**Woda** jest najważniejszym związkiem chemicznym na naszej planecie. Jest też jednym z głównych składników surowców i produktów żywnościowych. Jej ilość wywiera istotny wpływ na jakość, wartość odżywczą i trwałość przechowywania żywności. Z tych względów woda jest normowanym składnikiem żywności, a jej oznaczanie jednym z głównych elementów bieżącej kontroli towaroznawczej.

### 1.1. Struktura i właściwości fizykochemiczne wody

Cząsteczka wody ( $H_2O$ ) składa się z jednego atomu tlenu i dwóch atomów wodoru połączonych polarnymi wiązaniami kowalencyjnymi (Rysunek 1).



Rysunek 1. Kształt cząsteczki wody

Dwa wiązania atomu tlenu z atomami wodoru są skierowane w stronę dwóch naroży czworościanu, a pary elektronów na zhybryzowanych orbitalach  $sp^3$  - w stronę dwóch pozostałych. Kąt między wiązaniami kowalencyjnymi dwóch atomów wodoru z atomem tlenu wynosi  $104,3^\circ$  i jest nieznacznie mniejszy od kąta w czworościanie foremny ( $109,5^\circ$ ). Cząsteczka wody jest polarna, ponieważ jądro atomu tlenu przyciąga elektrony silniej niż jądro atomu wodoru. Powstają dwa dipole elektryczne wzdłuż każdego z wiązań H-O, w których atom tlenu uzyskuje cząstkowy ładunek ujemny ( $\delta^-$ ), a każdy z atomów wodoru cząstkowy ładunek dodatni ( $\delta^+$ ). Dipolarna cząsteczka wody ma zdolność tworzenia wiązań wodorowych i może być w nich zarówno donorem, jak i akceptorem protonów. Energia wiązania wodorowego wynosi około  $20 \text{ kJ/mol}$ ; jest to wartość większa od energii oddziaływań van der Waalsa (ok.  $4 \text{ kJ/mol}$ ), ale znacznie mniejsza

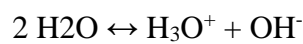


### 1. Oznaczanie zawartości wody w mące

od energii wiązania kowalencyjnego (460 kJ/mol). Wiązania wodorowe tworzą się zarówno między cząsteczkami wody, jak i z grupami funkcyjnymi wielu różnych związków chemicznych.

Większość parametrów fizykochemicznych wody charakteryzuje się znacznie wyższymi wartościami, niż to ma miejsce dla związków o podobnej strukturze, jak np. HF czy H<sub>2</sub>S: temperatura topnienia (0°C), temperatura wrzenia (100°C), ciepło właściwe (4 kJ/mol), ciepło parowania (2260 kJ/mol), ciepło topnienia (333 kJ/mol), napięcie powierzchniowe ( $7,2 \cdot 10^{-2}$  N/m) oraz stała dielektryczna  $\epsilon$  (80). Wymienione powyżej właściwości wynikają ze spójności ciekłej wody, zwanej **kohezją**, będącej konsekwencją występowania sieci wiązań wodorowych między cząsteczkami wody. Cząsteczki wody przylegają także do powierzchni tych substancji, na których występują grupy polarne lub zjonizowane (**adhezja**). Siły adhezji i kohezji wpływają m.in. na zjawiska kapilarne, które mają ogromne znaczenie w biologii, gdyż wykorzystywane są przez rośliny jako sposób transportu substancji odżywczych od korzeni do liści w procesie transpiracji.

Inną cechą charakterystyczną ciekłej wody jest jej mała lepkość (labilność wiązań wodorowych) oraz skłonność do nieznacznej jonizacji, która przebiega wg równania:

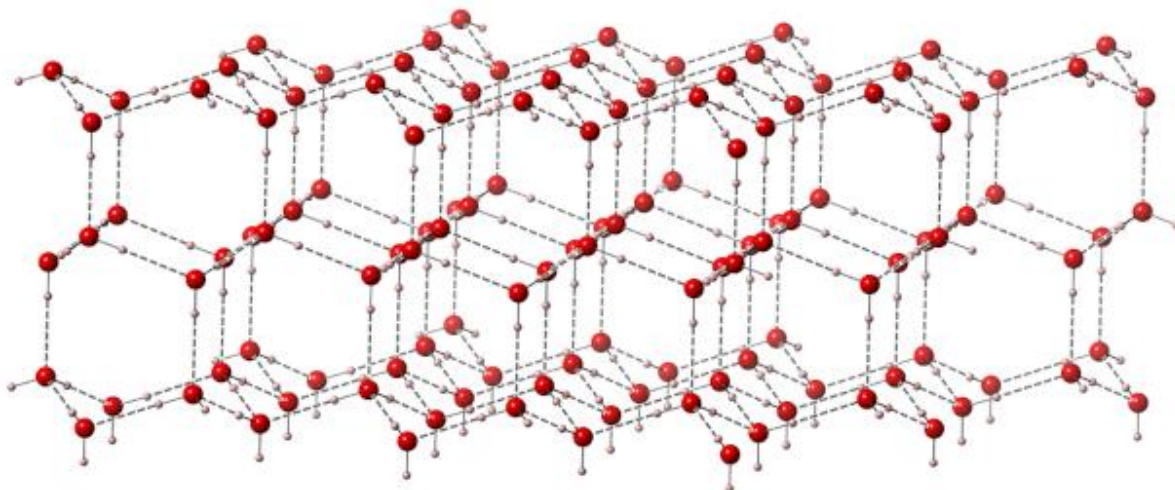


Woda może więc działać jako bardzo słaby kwas lub jako bardzo słaba zasada. Stopień dysocjacji wody w stanie równowagi jest mały i w temp. 25°C tylko jedna na 107 cząsteczek wody jest zjonizowana.

Podczas gdy gęstość większości substancji rośnie wraz z obniżaniem temperatury, woda osiąga maksymalną gęstość przy 4°C, a przy dalszym spadku temperatury maleje. Wynika to z tego, że wiązania wodorowe łączące cząsteczki wody w siatce krystalicznej lodu są dłuższe niż w ciekłej wodzie.

W stanie stałym woda tworzy sieć krystaliczną. Kryształy najpopularniejszej postaci lodu – lodu zwykłego- mają strukturę heksagonalną (Rysunek 2). Każda cząsteczka wody jest trwale powiązana z czterema innymi cząsteczkami; każdy atom tlenu tworzy wiązania kowalencyjne z dwoma atomami wodoru i dwa wiązania wodorowe z atomami wodoru sąsiednich cząsteczek. Oprócz struktury lodu zwykłego, lód może występować w dziewięciu innych strukturach polimorficznych, a także w postaci amorficznej. W większości żywności mrożonej lód ma postać heksagonalną zwykłego lodu, jeżeli proces krystalizacji zachodził z umiarkowaną szybkością i w środowisku niezawierającym substancji mających wpływ na tworzenie się wiązań wodorowych.

Aktywne właściwości lodu mogą mieć istotne znaczenie dla trwałości żywności i innych materiałów biologicznych przechowywanych w stanie zamrożonym.



Rysunek 2. Struktura lodu (źródło: [ekologia.pl](http://ekologia.pl))

Woda jest dobrym rozpuszczalnikiem dla związków polarnych i zjonizowanych (zwanymi hydrofilowymi), a złym dla węglowodorów (zaliczanych do związków źle rozpuszczalnych w wodzie, czyli związków hydrofobowych).

Dodanie jakiegokolwiek substancji do wody powoduje zmianę właściwości, zarówno tej substancji, jak i środowiska wodnego. Właściwości roztworów wodnych są inne niż czystej wody i zależą od natury substancji rozpuszczonej oraz jej stężenia. Następuje obniżenie punktu zamarzania, wzrost temperatury wrzenia i wzrost ciśnienia osmotycznego roztworów.

W wyniku oddziaływania cząsteczek wody z różnymi substancjami tworzą się otoczki hydratacyjne, których rozmiar i trwałość zależy: od struktury substancji rozpuszczonej, pH roztworu, temperatury, oraz od obecności innych związków w środowisku.

Jony o przeciwnych znakach, ekranowane przez cząsteczki wody, w rozcieńczonych roztworach istnieją samodzielnie, jak np. jony  $\text{Na}^+$  i  $\text{Cl}^-$  w wodnym roztworze chlorku sodu. W bezpośrednim sąsiedztwie jonów normalna struktura czystej wody zostaje zakłócona, a wielkość tego zakłócenia zależy od siły pola elektrycznego jonu. Całkowita powłoka hydratacyjna, np. jonu sodu zawiera 16 cząsteczek wody, natomiast jonu potasu - 10. Woda związana jest mniej ruchliwa i ma większą gęstość niż woda wolna. Grubość otoczki hydratacyjnej jest szczególnie istotna w przypadku jonów o znaczeniu fizjologicznym, gdyż decyduje o ich transporcie przez wąskie kanały lub pory zlokalizowane w błonach komórkowych.



### 1. Oznaczanie zawartości wody w mące

Woda jest dobrym rozpuszczalnikiem dla większości cząsteczek wchodzących w skład organizmów żywych, gdyż zazwyczaj są one polarne lub mają zjonizowane grupy funkcyjne. Cząsteczki elektrycznie obojętne, ale zawierające grupy polarne, mogą zastąpić oddziaływanie między cząsteczkami wody korzystnym energetycznie oddziaływaniem elektrostatycznym jon-dipol, dipol-dipol lub dipol – dipol indukowany między cząsteczkami wody i substancją rozpuszczoną; mogą też tworzyć z wodą lub między sobą wiązania wodorowe. Wprowadzenie do wody związków hydrofobowych (węglowodorów, apolarnych łańcuchów kwasów tłuszczowych czy reszt niektórych aminokwasów) powoduje utworzenie wokół nich supramolekularnych struktur złożonych z cząsteczek wody, zwanych klatratami, które są podobnie uporządkowane jak cząsteczki wody w kryształach lodu. Wielkość klatratu jest proporcjonalna do powierzchni fragmentu hydrofobowego. Jednocześnie, w celu zminimalizowania kontaktu z wodą, cząsteczki hydrofobowe wykazują tendencję do agregacji (pojawienie się oddziaływań van der Waalsa między cząsteczkami zwane oddziaływaniami hydrofobowymi). Związki amfipatyczne, które mają grupy polarne lub zjonizowane i jednocześnie fragmenty hydrofobowe, w wodzie ulegają dyspersji, jeśli siły przyciągania między ich grupami polarnymi a cząsteczkami wody przeważają nad oddziaływaniem hydrofobowym ich fragmentów apolarnych. Gdy związek amfipatyczny znajdzie się w kontakcie z wodą, jego fragment hydrofilowy stara się w niej rozpuścić, podczas gdy fragment hydrofobowy stara się od niej uciec. Powoduje to agregację cząsteczek w taki sposób, aby powierzchnia hydrofobowa ekspozowana do środowiska wodnego była jak najmniejsza. Tworzą się wówczas trwałe struktury składające się z tysięcy cząsteczek, do których należą m.in. micelle oraz sztuczne błony lipidowe. Badania za pomocą magnetycznego rezonansu jądrowego wykazały, że wokół cząsteczek białka, kwasów nukleinowych, dwuwarstw lipidowych i komórkowych elementów strukturalnych występuje warstwa wody związanej o innych właściwościach niż pozostałej wody. Oznaczenia wykonane dla dużej liczby białek wykazały, że każdy gram białka może zawierać 0,25-0,45 g wody zasocjowanej.

#### 1.2. Woda w żywności

Właściwa ilość wody, charakterystyczna dla danego produktu, decyduje o konsystencji, wyglądzie i smaku żywności oraz jej podatności na zepsucie. Woda jest bowiem jednym z głównych czynników wpływających na intensywność procesów biochemicznych, chemicznych i fizycznych oraz tych, które decydują o rozwoju drobnoustrojów.



W produktach spożywczych woda występuje w dwóch podstawowych formach: jako tzw. woda wolna (5-96%) oraz jako woda związana.

**Woda wolna** jest słabo związana z podłożem. Pełni ona dwojaką rolę: bierze udział w procesach chemicznych, w których woda jest partnerem reakcji oraz stanowi środowisko, w którym te reakcje zachodzą. Intensywność przemian w produktach spożywczych zależy z znacznym stopniem od stosunku ilościowego wody wolnej do związanej – im więcej wody wolnej, tym przemiany zachodzą szybciej.

**Woda związana** (wg definicji Femenna) jest to ta część wody, która jest stosunkowo trwale połączona z produktem; zlokalizowana jest w bezpośrednim sąsiedztwie substancji rozpuszczonych lub zawieszonych, ma zmniejszoną aktywność, odmienne właściwości od pozostałej masy wody zawartej w danym materiale i nie zamarza do temp.  $-40^{\circ}\text{C}$ . Woda związana może występować w produkcie jako:

- *woda higroskopijna* (zaadsorbowana) – powlekająca cienką warstwą powierzchni wolne produktu,
- *woda kapilarna* – występująca w naczyniach włoskowatych i podlegająca zjawiskom kapilarnym,
- *woda krystalizacyjna*,
- *woda konstytucyjna* – związana chemicznie np. koordynacyjnie poprzez grupy polarne koloidów.

Powyższa definicja wody związanej ma dwie zalety: umożliwia wyodrębnienie wody związanej jako frakcji całkowitej ilości wody w produkcie oraz pozwala na ilościowe oznaczenie, gdyż wodę niezamarzającą w temperaturze  $-40^{\circ}\text{C}$  można mierzyć z zadawalającą dokładnością metodą TGA (termoanaliza różnicowa), NMR (magnetyczny rezonans jądrowy) lub kalorymetrycznie.

Większość sposobów konserwowania żywności polega na zmniejszeniu ilości wody lub zmianie jej właściwości. Wiązanie wody stało się szczególnie ważne w produkcji żywności o obniżonej zawartości tłuszczu i o średniej zawartości wilgoci (IMF, Intermediate Moisture Foods). Usunięcie tłuszczu, spełniającego rolę emulgatora, zakłóca równowagę między składnikami typowej żywności i powoduje destabilizację fazy wodnej. W celu zapewnienia odpowiedniej równowagi wodnej, na miejsce tłuszczu wprowadza się różne substancje wypełniające, które gwarantują optymalne wiązanie wody. Są to np.: sole mineralne zawierające wapń, sód, potas, fosfor w żelach białkowych,

celuloza preparowana (Avicel) w żywności pieczonej (ciastka, suche przekąski) czy skrobia w produkcji serów.

#### 1.3. Oznaczanie zawartości wody i substancji suchej

**Zawartość wody** w produkcie żywnościowym definiowana jest taką ilością wody, którą można w nim oznaczyć przy pomocy dostępnych i właściwych dla danego produktu metod analitycznych. W środkach spożywczych zawartość wody waha się zwykle od kilku procent do ponad 90% i podlega zmianom w wyniku obróbki technologicznej produktu bądź w czasie jego przechowywania (Tabela 1).

Tabela 1. Zawartość wody w różnych produktach spożywczych

Rodzaj produktu	Zawartość wody [%]
Oleje	Śladowe ilości
Masło	16
Produkty zbożowe, mąki	10 – 20
Pieczywo	30 – 50
Mięso i produkty mięsne	60 – 75
Ryby (świeże)	70 – 80
Owoce i warzywa	80 – 96
Mleko	85 – 90
Grzyby (świeże)	90 – 95

Z pojęciem zawartości wody wiąże się nieodłącznie pojęcie **suchej substancji** (suchej masy). Poprzez suchą substancję danego produktu spożywczego rozumie się pozostałość po usunięciu z niego wody.

W praktyce analitycznej często przyjmuje się, że zawartość wody i zawartość suchej substancji wzajemnie się uzupełniają, co można przedstawić w następujący sposób:

$$\text{zawartość wody [\%]} + \text{zawartość suchej masy [\%]} = 100 \%$$

Zachowanie powyższej zależności jest jednak w praktyce niemożliwe, a wynika to przede wszystkim z niedostatków i zróżnicowania metod oznaczania oraz właściwości produktów spożywczych. I tak w przypadku metod suszenia, które są najszerzej stosowane w kontroli jakości,



## Analiza Żywności

### 1. Oznaczanie zawartości wody w mące

podczas suszenia termicznego usunięte zostają wraz z wodą inne substancje lotne (alkohole, niektóre aminokwasy, estry, itp.), związki termolabilne ulegające rozkładowi (sacharydy), a woda nie jest usuwana w całości. Zatem pojęcie zawartości wody i zawartości suchej substancji są pojęciami umownymi i względnymi.

W analityce rozróżnia się dwa pojęcia dotyczące suchej substancji, a mianowicie **suchą substancję całkowitą**, otrzymywaną przez suszenie produktów w określonych warunkach oraz **suchą substancję rozpuszczalną** w wodzie czyli *ekstrakt*. Z kolei ekstrakt podzielić można na:

- *Ekstrakt ogólny* – jest to suma rozpuszczalnych w wodzie i nielotnych do temperatury 100°C składników suchej substancji (monosacharydy, oligosacharydy, kwasy organiczne, barwniki, garbniki itp.);
- *Ekstrakt pozorny* – odnosi się do produktu zawierającego oprócz ekstraktu ogólnego związki lotne (alkohol etylowy, kwasy lotne) wpływające na wynik pomiaru (np. wino);
- *Ekstrakt rzeczywisty* – jest to ekstrakt produktu zawierającego związki lotne mierzony po oddestylowaniu tych związków.
- *Ekstrakt bezcukrowy* – stanowi różnicę pomiędzy zawartością ekstraktu ogólnego i sumą cukrów redukujących oraz sacharozy zawartymi w produkcie. Ekstrakt bezcukrowy to przede wszystkim alkohole wyższe (glicerol), kwasy nielotne, garbniki i barwniki.

W skład suchej substancji oprócz ekstraktu wchodzi również **substancje nierozpuszczalne w wodzie**, m.in. celuloza, błonnik, część pektyn, białek i skrobi, stąd po oznaczeniu ekstraktu i części nierozpuszczalnych oblicza się dopiero zawartość suchej substancji w produkcie

#### 1.4. Metody oznaczania zawartości wody

Istnieje kilka typów metod oznaczania zawartości wody i suchej substancji w produktach spożywczych:

- metody suszenia termicznego w różnych warunkach temperatury i ciśnienia,
- metoda destylacji azeotropowej,
- metody densymetryczne,
- metody refraktometryczne,
- metody chemiczne (określenie ilości wydzielonego gazu w reakcji chemicznej lub obliczenie stechiometryczne na podstawie reakcji z określonym odczynnikiem),
- metody elektryczne,
- pomiar za pomocą magnetycznego rezonansu jądrowego (NMR).





### 1. Oznaczanie zawartości wody w mące

#### 1.4.1. Metody suszenia termicznego

Metody suszenia termicznego polegają na usunięciu wody z próbki za pomocą suszenia w pokojowej lub podwyższonej temperaturze oraz pod normalnym lub zmniejszonym ciśnieniem; przy czym parametry te (temperatura i ciśnienie) dobiera się stosownie do właściwości badanego produktu. Ponadto suszenie można prowadzić do uzyskania stałej masy lub w ciągu umownego czasu.

W odniesieniu do wielu produktów spożywczych stosuje się suszenie do stałej masy w temp. 100-105°C pod ciśnieniem normalnym. W przypadku niektórych produktów (np. zbóż i przetworów zbożowych) lepszą dokładność i powtarzalność wyników daje suszenie w temp. 130°C w ciągu 60 min. Stosowanie tych ostatnich warunków jest dopuszczalne w odniesieniu do produktów niezawierających związków wrażliwych na podwyższoną temperaturę lub zawierających je w niewielkiej ilości (dotyczy to przede wszystkim monosacharydów). W stosunku do produktów o dużej zawartości związków termolabilnych stosuje się suszenie w warunkach obniżonego ciśnienia w odpowiednio niższej temperaturze lub w temperaturze otoczenia przy jednoczesnym zastosowaniu związków pochłaniających wodę, takich jak np. chlorek wapnia, stężony kwas siarkowy(VI) czy bezwodnik kwasu fosforowego(V). Jeżeli składniki są szczególnie wrażliwe na utlenianie, suszenie powinno prowadzić się w atmosferze azotu lub ditlenku węgla.

Niektóre produkty zawierające dużą ilość białek, cukrów i dekstryn (np. sery czy mięsa), tworzą w początkowym etapie suszenia błonkę na powierzchni, która utrudnia, a czasami wręcz uniemożliwia dalsze odparowanie wody. W takich przypadkach zwiększa się powierzchnię parowania próbki przez zmieszanie jej z odpowiednim materiałem sypkim (najczęściej jest to przemity woda, kwasem i wyprażony piasek morski bądź gruboziarnisty pumeks).

Produkty półpłynne, np. przeciery owocowe i warzywne, suszy się dwustopniowo: wstępnie próbkę podsusza się na wrzącej łaźni wodnej, a następnie umieszcza ją w suszarce w temperaturze 100-105°C na 1 godzinę. Do wstępnego podsuszenia można zastosować alkohol, który parując, stosunkowo szybko porywa ze sobą wodę.

Suszenie produktów płynnych, np. mleka, prowadzi się na zwiniętych paskach bibuły filtracyjnej, celem zwiększenia powierzchni parowania. W tym przypadku suszenie przeprowadza się w ciągu 6 godzin w temp. 60°C, a następnie w 102°C.

W przypadku wielu produktów spożywczych, przed etapem właściwego suszenia, próbkę należy rozdrobnić lub poddać wstępnemu suszeniu w temperaturze 50-60°C. W czasie suszenia



### 1. Oznaczanie zawartości wody w mące

termicznego z produktu usuwana jest woda wolna i słabo związana, nieusuwana jest natomiast woda krystaliczna i związana chemicznie.

#### 1.4.2. Metoda destylacji azeotropowej

Metoda destylacji azeotropowej zaliczana jest do bezpośrednich metod oznaczania zawartości wody. Polega ona na wydzieleniu wody z badanej próbki na drodze destylacji z cieczami niemieszającymi się z wodą, lecz tworzącymi z nią mieszaniny azeotropowe o temperaturze wrzenia powyżej 100°C. Oznaczenie przeprowadza się w specjalnych aparatach (Rys. 3), gdzie skroplony w chłodnicy destylat jest odbierany w kalibrowanej probówce, stąd objętość warstwy wodnej odczytuje się bezpośrednio na skali probówki (po rozdzieleniu się destylatu na dwie warstwy).

Stosowane w tej metodzie rozpuszczalniki powinny być praktycznie nierozpuszczalne w wodzie, powinny charakteryzować się dostatecznie wysoką (ale nie za wysoką) temperaturą wrzenia oraz mieć gęstość znacznie różną od 1 g/ml (najczęściej poniżej 1 g/ml), jest to np. toluen (temp. wrz. 111°C,  $d = 0.867$  g/ml) czy ksylen (temp. wrz. 140°C,  $d = 0.862$  g/ml).

Metoda ta jest najbardziej przydatna do oznaczania zawartości wody w produktach nieulegających rozkładowi w temperaturze wrzenia zastosowanego rozpuszczalnika oraz niezawierających składników lotnych rozpuszczalnych w wodzie po oddestylowaniu. Badany produkt powinien zawierać nie mniej niż 0,5% i nie więcej niż 40% wody (np. produkty przemiału zboża).

Źródłem błędów w tej metodzie może być niedokładne odczytanie objętości wody w odbieralniku na skutek tworzenia się emulsji rozpuszczalnika z wodą, bądź zatrzymywanie się kropelek wody w górnej części aparatury.

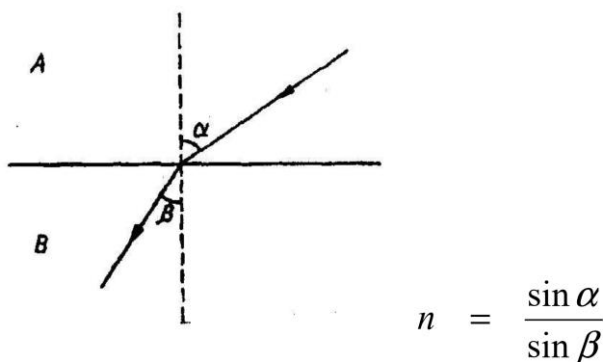
#### 1.4.3. Metody densymetryczne

Metody densymetryczne polegają na przygotowaniu roztworu podstawowego i oznaczeniu jego gęstości, którą na podstawie specjalnych tablic przelicza się na zawartość ekstraktu. Po oznaczeniu części nierozpuszczalnych w wodzie oblicza się zawartość wody i suchej substancji.

Metody te są stosowane przede wszystkim do tych produktów spożywczych, w których jeden składnik (np. cukry) może występować w różnych ilościach (np. marmolady, dżemy, miody itp.).

#### 1.4.4. Metody refraktometryczne

Metody refraktometryczne opierają się na pomiarze współczynnika załamania światła (refrakcji). Współczynnik załamania światła stanowi stosunek prędkości światła w dwóch środowiskach o różnych właściwościach optycznych i jest równy liczbowo stosunkowi sinusów kątów, które tworzą promienie padający i załamany z normalną do powierzchni granicznej tych środowisk (Rys. 4). Jego wartość zależy od długości fali światła padającego, rodzaju substancji i jej stężenia w badanym roztworze oraz w znacznym stopniu od temperatury, w związku z czym pomiar należy przeprowadzić w określonej temperaturze lub wprowadzić odpowiednią poprawkę.



Rysunek 3. Załamywanie promienia świetlnego na granicy dwóch ośrodków:  $\alpha$  - kąt padania,  $\beta$  - kąt załamania,  $n$  - współczynnik refrakcji,  $A$  - środowisko optyczne rzadsze,  $B$  - środowisko optyczne gęstsze

Metody refraktometryczne są stosowane przede wszystkim do oznaczania zawartości ekstraktu w przetworach owocowych (marmolady, konfitury, dżemy) i warzywnych (soki i pasty pomidorowe). Niektóre typy refraktometrów mają dwie skale, z których jedna podaje wartości współczynnika załamania światła, a druga, tzw. skala cukrowa, procentową zawartość ekstraktu. W przypadku produktów zawierających, oprócz sacharozy, duże ilości innych składników (np. koncentraty pomidorowe) nie należy korzystać ze skali cukrowej lecz dokonać odczytu współczynnika załamania światła i przeliczyć za pomocą odpowiednich wzorów lub tabel na zawartość suchej substancji.

#### 1.4.5. Metody chemiczne

Metody chemiczne umożliwiają oznaczenie całkowitej ilości wody, zarówno wolnej jak i związanej, charakteryzują się dość dobrą dokładnością i powtarzalnością wyników. Istnieje wiele chemicznych





## Analiza Żywności

### 1. Oznaczanie zawartości wody w mące

#### 1.4.6. Metody elektryczne

Zastosowane metody elektryczne oparte są na zależności między przewodnością elektryczną i wartością stałej dielektrycznej produktu a zawartością wody w badanym produkcie (ze wzrostem wilgotności produktu zwiększa się jego przewodność i wartość stałej dielektrycznej). Oznaczenia przeprowadza się za pomocą wilgotnościomierzy elektrycznych różnej konstrukcji, w których sygnał elektryczny przetwarzany jest wprost na wilgotność próby lub jednostki umowne, które za pomocą dołączonych do aparatu wykresów lub tablic przelicza się na wilgotność (odpowiednich dla danego produktu).

Metody elektryczne oznaczania wilgotności stosuje się w skupie, obrocie, przetwórstwie i przechowywaniu ziarna zbóż, roślin strączkowych i rzepaku.

#### 1.4.7. Pomiar za pomocą magnetycznego rezonansu jądrowego (NMR)

Metoda magnetycznego rezonansu jądrowego wykorzystuje zjawisko pochłaniania energii pola elektromagnetycznego z zakresu fal radiowych przez jądra atomów wodoru wody znajdującej się w badanym produkcie.

W stałym jednorodnym polu magnetycznym jądra wodoru mogą przybierać orientację równoległą (o niższej energii) lub antyrównoległą (o wyższej energii) do przyłożonego pola. W polu tym momenty magnetyczne jąder wodoru wykonują ruch precesyjny wokół kierunku stałego pola magnetycznego (precesja Larmora). Gdy częstotliwość precesji larmorowskiej zrówna się z częstotliwością pola elektromagnetycznego, energia ulega absorpcji, jądro zmienia orientację, osiągając wyższy stan energetyczny, a urządzenie rejestrujące wykazuje sygnał. Energia pola elektromagnetycznego wysokiej częstotliwości jest pochłaniana przez jądra wodoru proporcjonalnie do ich ilości, stąd ilość pochłoniętej energii może być miarą wilgotności produktu. Pomiar przeprowadza się za pomocą spektrometrów NMR. Metoda ta ma wiele zalet: charakteryzuje się dużą dokładnością i powtarzalnością wyników, jest szybka, nadaje się do pomiarów seryjnych oraz do oznaczeń w szerokim zakresie wilgotności (3-100%), wynik nie zależy od składu chemicznego, granulacji czy upakowania próby; zasadniczą wadą jest wysoki koszt aparatury.



## 2. Część eksperymentalna

### 2.1. Cel ćwiczenia

Ćwiczenie polega na oznaczaniu zawartości wody w mące.

### 2.2. Odczynniki, akcesoria laboratoryjne i aparatura

#### a) Akcesoria laboratoryjne:

- Suszarka laboratoryjna – 1 szt.
- Waga techniczna – 1 szt.
- Łyżka – 1 szt.
- Folia aluminiowa

### 2.3. Wykonanie oznaczenia

Z arkusza folii aluminiowej o wymiarach około 25 cm x 25 cm przygotować naczynko do ważenia, zważyć i zanotować masę. Na tak przygotowanym naczynku odważyć 10 g próbki mąki (zanotować dokładną masę naważki), którą następnie trzeba rozłożyć na równą, cienką warstwę i suszyć w suszarce nagrzaną do temperatury 130 °C przez 1 h. Po tym czasie, próbkę ostudzić w temperaturze pokojowej i zważyć. Wykonać trzy niezależne oznaczenia dla każdej mąki.

### 2.4. Opracowanie wyników

- Wykorzystując uzyskane masy mąki przed i po ważeniu obliczyć procentową zawartość wody oraz suchej masy. Wynik podać jako średnią z trzech powtórzeń  $\pm$  odchylenie standardowe;
- Uzyskane wyniki odnieść do norm. Górna granica wilgotności dla wszystkich typów mąki wynosi 15%. Wyjątek stanowi mąka krupczatka, która może zawierać do 15,3%.

## 3. Literatura:

- Sikorski Zdzisław E.(red.), *Chemia Żywności*, wyd. 4, WNT, Warszawa, 2002.
- Klepacka Mirosława (red.), *Analiza żywności*, Fundacja Rozwój SGGW, Warszawa 2005.
- Małecka Maria (red.), *Wybrane metody analizy żywności*, Wydawnictwo Akademii Ekonomicznej w Poznaniu, Poznań, 2003.
- Krelowska-Kułas Maria, *Badanie jakości produktów spożywczych*, PWE, Warszawa 1993.



#### 4. Informacje dodatkowe

Zakres informacji, które student powinien umieć, aby móc uczestniczyć w zajęciach:

- Struktura i właściwości i właściwości fizykochemiczne wody
- Rodzaje wody występujące w żywności
- Metody oznaczania zawartości wody/substancji suchej

#### Przydatna literatura:

- Literatura spisana w Rozdziale 3.