

Voda

Důvody pro stanovení vody v potravinách

- vliv vody na údržnost a funkční vlastnosti potravin
- ekonomická hlediska
- vyjádření obsahu jiných složek potravin v sušině

Obsah vody v potravinách a potravinových surovinách

Obsah vody	p_{H_2O}	Příklady
velmi nízký	< 1%	cukr, oleje
nízký	3-6 %	ořechy, koření
	8-15 %	obilí, luštěniny, těstoviny
střední	15-18 %	máslo, margaríny
	20-40 %	med
	30-40 %	některé sýry
	35-45 %	chléb, pečivo
vysoký	60-80 %	maso, vnitřnosti, vejce, tvaroh
	60-90 %	zelenina
	80-90 %	ovoce
	87-91 %	mléko
velmi vysoký	> 90 %	nápoje

Metody stanovení vody resp. sušiny

- destilační metody
- chemické metody (metoda K. Fischera)
- plynová chromatografie
- NIR spektrometrie
- NMR spektrometrie
- dielektrimetrie
- vážkové stanovení sušiny
- refraktometrické stanovení sušiny

Vážkové stanovení sušiny

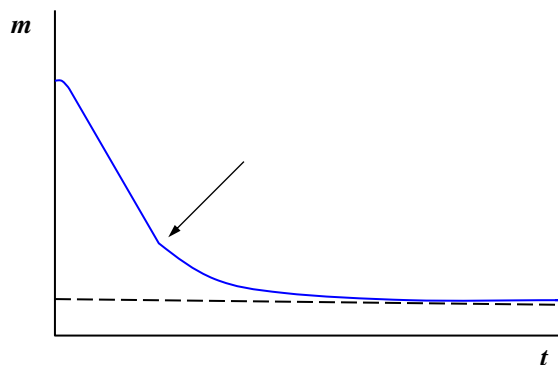
Sušina – hmota vzorku po odstranění vody sušením.

Obsah vody se určuje z hmotnostního úbytku po vysušení vzorku:

$$p_{\text{H}_2\text{O}} = 100 (m - m_{\text{suš}}) / m \text{ [%]}$$

Běžný způsob sušení: při 105 °C do konstantní hmotnosti

Průběh sušení:



Způsoby sušení

- teplota 105 °C, sušení do konstantní hmotnosti nebo do konstantního hmotnostního úbytku (zpravidla 5 hod)
- 130°C, 1 hod (metoda AOAC pro cereální materiály)
- sušení za sníženého tlaku (vakuová sušárna) při 98-100°C 1 hod (metoda AOAC pro cereální materiály)
- rychlé sušení 155°C, 15 min (→ hmotnostní úbytek je větší, než odpovídá skutečnému obsahu vody)
- sušení mikrovlnným ohřevem (velmi rychlá metoda)
- sušení v exsikátoru nad P₂O₅ nebo bezvodým Mg(ClO₄)₂ při 50°C, 100 hod (správné výsledky)

Možnosti chyb při vážkovém stanovení sušiny

- ztráta jiných těkavých látek (alkohol, silice...)
- částečná dehydratace některých materiálů za zvýšených teplot (karamelizace cukrů)
- oxidace lipidů → zvýšení hmotnosti

Celkové zhodnocení vážkového stanovení sušiny

- vhodné zejména pro analýzu vzorků s malým a středním obsahem vody
- většina postupů časově náročná (potřebná doba sušení závisí na obsahu vody a na interakcích vody ve vzorku)
- ke stanovení stačí obvykle základní vybavení laboratoře

Refraktometrické stanovení sušiny

Provedení: vzorek se zředí vodou (nebo glycerolem) a zfiltruje; změří se index lomu filtrátu, obsah sušiny se určí z tabulky indexů lomu vodných roztoků sacharosy resp. směsí voda-glycerol

Aplikace:

- cukerné roztoky, sirupy, med
- výrobky z ovoce a zeleniny – džemy, protlaky, kečupy
- (pečivo – extrakce vody glycerolem)

Výhody: rychlost, malé náklady

Nevýhody: vyšší podíl nerozpustných látek a variabilita vzorků způsobují chyby

Destilační stanovení vody

Provedení: ke vzorku se přidá organické rozpouštědlo nemísitelné s vodou s teplotou varu nad 100°C (xylen, toluen) a provede se destilace ve speciální aparatuře.

Destilát se jímá do kalibrované trubice a po oddělení fází se odečte objem vody v destilátu.

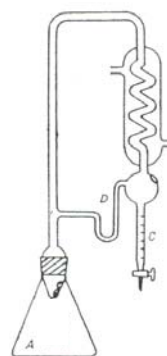
Stupnice je kalibrována tak, že lze přímo odečíst obsah vody v %

(při navážce 10 g vzorku).

Aplikace: vzorky s vyšším obsahem vody

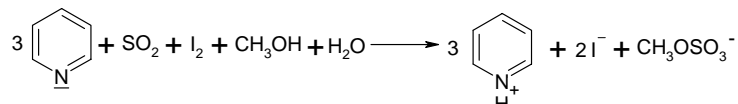
Doba destilace: cca 30 min.

Opakovatelnost: cca 0,2 g/100g



Titrační stanovení vody metodou podle K. FISCHERA

Voda se extrahuje ze vzorku bezvodým methanolem (nebo ethanolem). Extrakt se titruje Fischerovým činidlem ($\text{SO}_2 + \text{I}_2 + \text{CH}_3\text{OH} + \text{pyridin}$). Složky činidla za přítomnosti vody reagují mezi sebou – probíhá oxidačně-redukční reakce



Bod ekvivalence se indikuje biamperometricky.

Vlastnosti a použitelnost metody:

- vysoká přesnost a správnost (absolutní metoda)
- stanovení je rychlé
- drahé zařízení, toxické chemikálie
- metoda vhodná pro analýzu vzorků s nízkým obsahem vody

Další metody stanovení vody

Plynová chromatografie

- extrakce vody ze vzorku bezv. methanolem nebo iPrOH
- GC analýza (náplňová kolona se sorbentem Porapak Q, teplota 110°C , detektor tepelně-vodivostní, pořadí eluce: voda, MeOH, EtOH, iPrOH)
- kalibrace: roztoky vody v MeOH nebo iPrOH

Spektrometrie v blízké infračervené oblasti (NIR)

- měření reflektance při 1940-1960 nm
- signál: $\log(1/R)$ nebo jeho druhá derivace, nutná korekce měřením při jiných vlnových délkách
- rychlá a nedestruktivní metoda
- náročná kalibrace pro každý druh vzorku zvlášť

Další metody stanovení vody

¹H-NMR

- měření signálu protonů kapalné vody nízkorozlišovací NMR
- rychlá nedestruktivní metoda
- pro vzorky s obsahem nad 5 % vody
- drahé zařízení

Dielektrimetrie

- měření relativní permitivity (dielektrické konstanty)
voda má vysokou relativní permitivitu ($\epsilon = 80,3$)
- extrakce vody dioxanem nebo přímé měření tuhého vzorku
- u tuhých vzorků nutné provést kalibraci nezávislou metodou (sušením) pro každý typ materiálu zvlášť
- rychlá a nedestruktivní metoda