МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ
Бийский технологический институт (филиал)
федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования
«Алтайский государственный технический университет
им. И.И. Ползунова»

Е.Д. Рожнов

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ БЕНТОНИТОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ВИНОДЕЛИИ

Методические рекомендации к выполнению лабораторных работ
по дисциплинам «Технология отрасли» и «Технохимический
контроль и учет на предприятиях отрасли» для студентов направления
19.03.02 «Продукты питания из растительного сырья»
очной формы обучения

Бийск
Издательство Алтайского государственного технического университета
им. И.И. Ползунова
2016

УДК 663.255(076)
ББК 36.87
Р63

Рецензент: Е.А. Ковтун, технолог ООО «КиТ»

Рожнов, Е.Д.
Р63 Исследование свойств бентонитов, используемых в виноделии: методические рекомендации к выполнению лабораторных работ по дисциплинам «Технология отрасли» и «Технохимический контроль и учет на предприятиях отрасли» для студентов направления 19.03.02 «Продукты питания из растительного сырья» очной формы обучения / Е.Д. Рожнов; Алт. гос. техн. ун-т, БТИ. – Бийск: Изд-во Алт. гос. техн. ун-та, 2016. – 15 с.

В рекомендациях представлены основные методы анализа бентонитов. Рекомендации содержат перечень контрольных вопросов по рассматриваемой теме.

УДК 663.255(076)
ББК 36.87

Рассмотрены и одобрены на заседании
кафедры «Биотехнология».
Протокол № 5 от 29.01.2016 г.

© Рожнов Е.Д., 2016
© БТИ АлтГТУ, 2016

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ 4
1 ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ 4
1.1 Общие сведения о бентонитах 4
1.2 Механизм действия бентонита 6
2 ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ 7
2.1 Определение набухаемости бентонита 7
2.2 Определение коллоидальности бентонита 7
2.3 Определение pH, титруемой кислотности и щелочности бентонита 7
2.4 Определение содержания монтмориллонита в бентоните 8
2.5 Определение способности бентонита к адсорбции протеинов 8
2.6 Определение железа в бентоните 9
2.7 Определение кальция в бентоните 10
2.8 Требования к содержанию отчета по лабораторной работе 11
3 ТРЕБОВАНИЯ К ОФОРМЛЕНИЮ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА 12
4 КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ 13
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ 14

ВВЕДЕНИЕ

Важнейшим потребительским свойством вин является их прозрачность, обусловленная стабильностью к помутнениям различного характера. Для удаления веществ, вызывающих помутнения (в том числе и коллоидной природы), в промышленности используется широкий перечень осветляющих веществ органической и минеральной природы. Однако применение бентонитов является наиболее эффективной и легко проводимой обработкой виноматериала.

Выбор используемого оклеивающего материала зависит от ряда факторов: типа виноматериала и его химического состава, природы и количества мутящих и нестойких веществ в обрабатываемом виноматериале. В связи с этим задача выбора материала для оклейки может быть решена только опытным путем.

Пробная оклейка позволяет не только выбрать вариант, обеспечивающий максимальное осветление, но и подойти к процессу осветления экономически обоснованно.

В зависимости от месторождения бентониты различаются как по химическому составу, так и по технологическим свойствам. Это приводит к необходимости тщательного технохимического контроля каждой партии бентонита, используемого на предприятии.

1 ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

1.1 Общие сведения о бентонитах

Бентониты представляют собой природные минеральные вещества семейства глин, гидратированных силикатом алюминия, состоящие, главным образом, из монтмориллонита. Это природный глинистый минерал, имеющий свойство разбухать при гидратации (в 14–16 раз).

Монтмориллонит относится к минералу с составом, приблизительно описываемым формулой $(Na, Ca)_{0,33}(Al, Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot nH_2O$, а также к группе минералов, образующихся в результате замещения и обладающих такой же структурой и свойствами. Состав всех минералов группы монтмориллонита можно выразить общей структурной формулой:

$$X_{0,33}Y_{(2-3)}Z_4O_{10}(OH)_2 \cdot nH_2O,$$

где X – взаимозамещаемые ионы, которыми могут быть Ca/2, Li, Na;

Y – ионы Al, Cr, Mg, Ni, Zn, Fe;

Z – ионы Al, Si.

По внешнему виду бентонит – порошок с серым, коричневым, зеленоватым, красноватым, синеватым или другим оттенком в зависимости от наличия в его составе тех или иных окрашенных катионов металлов.

В пищевой промышленности бентонит зарегистрирован в качестве пищевой добавки Е558, препятствующей слёживанию и комкованию.

По физико-химическим показателям бентонит, применяемый в виноделии, должен удовлетворять требованиям отраслевого стандарта ОСТ 18-49-71 «Бентониты для винодельческой промышленности» и соответствовать характеристикам, представленным в таблице 1.

Таблица 1 – Показатели качества бентонита для виноделия

Показатель	Допустимый уровень
Влажность, %	5,0–10,0
pH водной суспензии, не более	9,0
Набухаемость, %, не менее	80,0
Адсорбция протеинов, %, не менее	25,0
Вещества, растворенные в 10%-ной уксусной кислоте, г/100 г, не более	5,0
Содержание ионов кальция в уксуснокислой вытяжке, мг/100 г, не более	60,0
Содержание ионов железа в уксуснокислой вытяжке, мг/100 г, не более	28,0
Щелочность, мл 0,1 н. раствора H_2SO_4 на 100 г бентонита	30,0–40,0
Содержание песка, %	4,0
Тиксотропность и отстой 10%-ной водной суспензии	Без отстоя

Все показатели, перечисленные в таблице 1, имеют лишь эмпирический характер и указывают лишь на возможность использования в виноделии конкретного образца бентонита. Они не дают информации ни о технологическом этапе, на котором следует применять данный бентонит, ни, тем более, о его дозе для обработки.

Образование бентонита происходило на поздних этапах геологического развития нашей планеты. Причиной его возникновения было преобразование вулканических осадочных пород под воздействием влаги и высокой температуры.

Следует отметить, что помимо гидротермального процесса на возникновение месторождений оказывало влияние множество внешних

факторов. Поэтому в мире имеется огромное количество мест, где производится добыча бентонитовых глин. Но при этом они имеют различные свойства и применяются в разных отраслях промышленности.

В современной добывающей промышленности разработка бентонитовых глин производится преимущественно открытым карьерным способом. Это связано с особенностями залегания данной осадочной породы, глубина нахождения которой не превышает обычно 100 метров.

1.2 Механизм действия бентонита

Суспензия бентонита в воде образует коллоидную дисперсию, частицы которой, заряженные отрицательно, фиксируют коллоидные частицы белков, имеющие при pH вина 2,5–3,5 преимущественно положительный заряд. При этом бентонитом фиксируются не только нативные белки вина, но и белки вина, специально внесенные в него для оклейки (например, желатин).

Бентониты задают в виноматериал в виде 20%-ной водной суспензии. Дозу определяют путем проведения пробной оклейки. Обычно производственную обработку бентонитами совмещают с деметаллизацией, оклейкой желатином или поливинилпирролидоном. Для ускорения образования осадка можно добавлять полиакриламид или полиоксиэтилен. Обработка сусла бентонитом целесообразна при приготовлении белых столовых и полусладких вин.

При осветлении сусла бентонит повышает скорость оседания мутящих частиц, адсорбирует окислительные ферменты, удаляет микроорганизмы, снижает количество белка и других веществ. Наибольшее применение бентониты нашли для осветления и стабилизации виноматериалов. Осветление достигается путем совместного действия процессов флокуляции и адсорбции бентонитами мутящих частиц виноматериала, стабильность – вследствие адсорбции белка, конденсированных фенольных веществ, полисахаридов и других соединений, которые при длительном хранении способны вступать в реакцию между собой и с другими компонентами вина или выпадать в осадок.

Бентонит адсорбирует оксидазы и, оседая, захватывает их на дно. Однако инактивации оксидаз при этом не происходит. Если осадок бентонита снова помутить, то дольки бентонита вместе с адсорбированными на них ферментами вступают в контакт с воздухом в поверхностных слоях сусла, и кислород снова поглощается суслом. Поэтому после осветления сусло следует быстро отделить от бентонитового осадка.

2 ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

2.1 Определение набухаемости бентонита

В химический стакан объемом 1 дм^3 помещают 100 г воздушно-сухого бентонита, заливают 200 см^3 горячей воды (температура 75–80 °С), перемешивают и оставляют для набухания на 24 часа.

Набухшую массу бентонита размешивают, приливают постепенно 500–600 см^3 горячей воды до получения однородной суспензии. Не переставая перемешивать, суспензию нагревают на электроплитке до кипения и кипятят 10 мин.

Затем стакан с суспензией бентонита охлаждают и переносят в мерную колбу на 1 дм^3, доводят до метки водой и тщательно взбалтывают. Полученная таким образом 10%-ная суспензия используется для дальнейших исследований.

Для определения набухаемости 10%-ную водную суспензию бентонита наливают в цилиндр емкостью 100 см^3 и оставляют на 24 часа. По истечении этого срока определяют объем отстоявшейся суспензии (в см^3), отношение которого ко всему объему (100 см^3), выраженное в процентах, представляет собой набухаемость бентонита.

2.2 Определение коллоидальности бентонита

В пробирку диаметром 15 мм и высотой 150 см насыпают 1 г бентонита. В пробирку наливают 15 см^3 дистиллированной воды и содержимое тщательно взбалтывают до получения однородной суспензии. После этого в пробирку добавляют 0,1 г окиси магния и снова взбалтывают в течение одной минуты. Затем пробирку оставляют стоять на 24 часа, по истечении которых рассчитывают отношение высоты столба осадка к высоте всего содержимого пробирки. Результат, выраженный в процентах, представляет собой значение коллоидальности.

2.3 Определение pH, титруемой кислотности и щелочности бентонита

Величину pH определяют в 10%-ной суспензии бентонита согласно инструкции к pH-метру. Предварительного разбавления суспензии водой не производят.

Для определения титруемой кислотности 1 г бентонита заливают 50 мл дистиллированной воды, добавляют 1 см^3 1%-ного раствора фе-

нолфталеина и титруют 0,01 н. раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски.

Для определения щелочности 1 г бентонита заливают 50 мл дистиллированной воды, добавляют 1 $см^3$ 1%-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,01 н. раствором серной кислоты до исчезновения розовой окраски.

2.4 Определение содержания монтмориллонита в бентоните

Для определения содержания в образце бентонита монтмориллонита 100 $см^3$ раствора метиленовой сини с концентрацией 0,1 $г/дм^3$ наливают в цилиндр и вносят в него однородную суспензию бентонита из расчета 0,25 $г/дм^3$. Полученную смесь хорошо перемешивают и оставляют при комнатной температуре на сутки. По окончании отстаивания надосадочную жидкость в необходимом для исследования объеме центрифугируют при 4–5 тыс. об./мин до абсолютной прозрачности.

В прозрачном центрифугате определяют интенсивность окраски исходного раствора метиленовой сини и раствора после обработки бентонитом. Перед колориметрированием растворы необходимо разбавить дистиллированной водой в 10 раз.

Показания фотоэлектроколориметра снимают при 630–660 нм в кювете на 10 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду. В случае необходимости растворы метиленовой сини можно разбавить в 20 раз (в случае незначительного расхождения показаний прибора до и после обработки).

Содержание монтмориллонита в бентоните определяют как разницу между коэффициентом светопропускания раствора метиленовой сини до обработки бентонитом и после обработки бентонитом.

2.5 Определение способности бентонита к адсорбции протеинов

Для определения способности бентонита к адсорбции протеинов используют стандартный раствор желатина концентрацией 1 %.

Перед определением стандартный раствор желатина разбавляют в 2 раза дистиллированной водой. Полученный 0,5%-ный раствор желатина наливают в мерный цилиндр и вносят в него 10%-ную водную суспензию бентонита из расчета 1 $г/дм^3$. Содержимое цилиндра перемешивают и оставляют на 24 часа, по истечении которых отстоявшую-

ся жидкость фильтруют и определяют содержание белка колориметрическим методом.

Для определения белка в 10 см^3 фильтрата, полученного ранее, вносят 10 см^3 6%-ного раствора едкого натра и 1 см^3 реактива Бенедикта, полученную смесь перемешивают. Через 30 минут после перемешивания смесь колориметрируют на фотоэлектроколориметре при длине волны 540 нм в кювете на 30 мм. Содержание белка определяют по калибровочной кривой.

Построение калибровочной кривой. В мерные колбы на 100 см^3 вносят 1,5; 2,0; 2,5; 5,0; 7,5 и 10 см^3 1%-ного раствора желатина, содержимое каждой колбы доводят до метки водой. Из полученных растворов, содержащих 0,15; 0,20; 0,25; 0,50; 0,75 и 1,0 г/дм^3 белка соответственно, пипеткой отбирают по 10 см^3 в чистые стаканчики. В каждый стаканчик добавляют 10 см^3 6%-ного раствора едкого натра и 1 см^3 реактива Бенедикта, полученную смесь перемешивают и поступают, как указано выше.

По показаниям оптической плотности строят калибровочную кривую, откладывая по оси абсцисс оптическую плотность, по оси ординат – содержание белка в мг/дм^3.

Адсорбцию протеинов (%) определяют по формуле

$$x = \frac{a - b}{a} \cdot 100, \qquad (1)$$

где a – содержание белка до обработки бентонитом, мг/дм^3;

b – содержание белка после обработки бентонитом, мг/дм^3.

Приготовление раствора Бенедикта. 173 г цитрата натрия и 100 г карбоната натрия растворяют в воде при подогревании (не доводя до кипения). Затем к раствору добавляют 17,3 г сульфата меди, растворенного в 100 см^3 воды. Смесь доводят дистиллированной водой до 1 дм^3. Раствор хранится в холодильнике в течение месяца.

2.6 Определение железа в бентоните

Для определения содержания железа в бентоните 0,5 г пробы заливают 50 см^3 разбавленной соляной кислоты (1:3), перемешивают в течение 10–15 мин стеклянной палочкой. Затем суспензию фильтруют через складчатый фильтр, в фильтрате определяют железо методом, указанным ниже.

10 см^3 фильтрата вносят в мерную колбу емкостью 50 см^3, добавляют 3 капли 30%-ной перекиси водорода, 20 см^3 5%-ного раствора роданистого калия и доводят до метки водой. После перемешивания

раствор сразу колориметрируют при длине волны 540 нм в кювете на 5 мм против воды.

Построение калибровочной кривой. В качестве стандартного раствора используют раствор железоаммонийных квасцов с содержанием железа 0,1 г/дм^3. Для этого в мерную колбу емкостью 1 дм^3 вносят 0,864 г железоаммонийных квасцов. После растворения навески в воде добавляют 4 см^3 серной кислоты (конц.) и доводят водой до метки при 20 °С. Перед употреблением раствор разбавляют в 5 раз.

При построении кривой в мерных колбах емкостью 50 см^3 готовят 4 эталона, содержащих 1, 2, 3 и 4 мг/дм^3 железа, для чего вносят 2,5; 5,0; 7,5 и 10 см^3 разбавленного раствора железоаммонийных квасцов, затем 1 см^3 азотной кислоты (разбавленной 1:1), 3 капли перекиси водорода, 20 см^3 5%-ного раствора роданида калия, доводят до метки водой и колориметрируют, как указано выше. По полученным данным строится калибровочная кривая и определяется содержание железа в бентоните.

2.7 Определение кальция в бентоните

Для определения содержания кальция в бентоните 0,5 г пробы заливают 25 см^3 соляной кислоты (разбавленной 1:3), выдерживают 10–15 мин, приливают 70–80 см^3 кипящей воды, перемешивают, дают раствору отстояться и фильтруют через беззольный фильтр. Осадок на фильтре промывают горячей водой до удаления ионов хлора (проба с нитратом серебра: несколько капель промывной воды смешивают с каплей нитрата серебра, появление белого осадка свидетельствует о наличии в растворе ионов хлора).

Фильтрат со всеми промывными водами переводят в фарфоровую чашку и выпаривают на водяной бане до 200 см^3, доводят раствор до кипения и приливают при помешивании 20 см^3 насыщенного раствора щавелевокислого аммония, кипятят 2–3 мин, нейтрализуют по метилоранжу и оставляют при 30–35 °С около двух часов.

Затем раствор охлаждают до комнатной температуры и фильтруют через беззольный фильтр. Осадок промывают 6–8 раз дистиллированной водой. Полноту промывания проверяют по изменению окраски марганцевокислого калия, для чего 2 см^3 фильтрата отбирают в пробирку, добавляют 3–4 капли серной кислоты, каплю 0,05 н. раствора марганцевокислого калия и нагревают пробирку в стакане с кипящей водой. Розовая окраска не должка исчезать в течение 1 мин.

Фильтр с промытым осадком переносят в коническую колбу на 250 см^3, для его растворения приливают 100 см^3 разбавленной сер-

ной кислоты (в соотношении 5:95), нагретой до 80–90 °С и горячий раствор титруют 0,05 н. раствором марганцевокислого калия до бледно-розовой окраски, сохраняющейся в течение 1 мин.

Количество кальция выражают в г/100 г бентонита и определяют по формуле

$$m = \frac{a \cdot T}{G} \cdot 100, \qquad (2)$$

где a – количество 0,05 н. раствора марганцевокислого калия, $см^3$;

T – титр марганцевокислого калия по кальцию, равен 0,001;

G – навеска бентонита, г.

2.8 Требования к содержанию отчета по лабораторной работе

Отчет по лабораторной работе должен содержать: цель работы, краткое описание методик, результаты работы (оформленные в виде таблицы 2) и выводы.

Таблица 2 – Результаты эксперимента

Показатель	Образец 1	Образец 2	Литературные данные
Набухаемость, %			
Коллоидальность, %			
pH, ед. pH			
Кислотность, мл 0,01 н. раствора NaOH			
Щелочность, мл 0,01 н. раствора H_2SO_4			
Содержание монтмориллонита, %			
Адсорбция протеинов, %			
Содержание железа, мг/100 г			
Содержание кальция, г/100 г			

3 ТРЕБОВАНИЯ К ОФОРМЛЕНИЮ ЛАБОРАТОРНОГО ЖУРНАЛА

При выполнении лабораторных работ каждым студентом ведется лабораторный журнал, в котором после выполнения всей работы проводится обработка экспериментальных данных и оформление отчета по лабораторной работе. Текст пишется аккуратно, от руки в ученической тетради (18 или 24 листа). Структура отчёта по лабораторной работе:

– номер лабораторной работы и ее название;

– цель работы (объект исследования);

– экспериментальная часть (описание хода работы);

– выводы.

Экспериментальная часть включает: описание методики проведения опыта, зарисовки и краткое описание устройства приборов или установки; полученные результаты анализа, расчеты, графики, таблицы и другие данные. В выводах анализируются и объясняются полученные результаты.

При оформлении отчёта по лабораторной работе не допускается:

- сокращать наименование единиц физических величин, если они употребляются без цифр;

- применять сокращения слов, кроме установленных правилами русской орфографии, а также ГОСТ 7.12;

- употреблять в тексте математические знаки без цифр, например ≤ (меньше или равно), ≥ (больше или равно), ≠ (не равно), а также знаки ∅ (диаметр), % (процент), № (номер), § (параграф), применять индексы стандартов (ГОСТ, ОСТ, СТ СЭВ, СТ ИСО, СТ МЭК) без регистрационного номера.

Отчёты по лабораторному практикуму составляются каждым студентом индивидуально.

4 КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Какие вещества минеральной природы применяют для осветления и стабилизации вин?
2. Каков химический состав бентонита?
3. Опишите механизм осветляющего действия бентонита.
4. Каким требованиям должен отвечать бентонит для винодельческой промышленности?
5. В чем сущность методики определения набухаемости бентонита?
6. Каким образом определяют коллоидальность бентонита?
7. Как определяют содержание монтмориллонита в бентоните?
8. В чем состоит сущность метода определения сорбции протеинов бентонитом?
9. Каким образом определяют содержание железа в бентоните?
10. Каким образом определяют содержание кальция в бентоните?

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Датунашвили, Е.Н. Сборник инструкций и положений по техническому и микробиологическому контролю в винодельческой промышленности / Е.Н. Датунашвили. – Симферополь: Крым, 1970. – 140 с.

2. Мержаниан, А.А. Лабораторный практикум по курсу «Технология вина»: учебное пособие / А.А. Мержаниан [и др.]. – М.: Легкая и пищевая промышленность, 1981. – 216 с.

3. Мехузла, Н.А. Плодово-ягодные вина / Н.А. Мехузла, А.Л. Панасюк. – М.: Легкая и пищевая промышленность, 1984. – 240 с.

4. Могилянский, Н.К. Плодовое и ягодное виноделие / Н.К. Могилянский. – М.: Пищепромиздат, 1954. – 180 с.

5. Охременко, Н.С. Вспомогательные материалы в виноделии / Н.С. Охременко [и др.]. – М.: Пищевая промышленность, 1971. – 240 с.

6. Сборник основных правил, технологических и нормативных материалов по производству винодельческой продукции / под общ. ред. академика Россельхозакадемии Н.Г. Саришвили. – М.: Пищепромиздат, 1998. – 244 с.

7. Справочник по виноделию / под ред. В.М. Малтабара. – М.: Пищевая промышленность, 1973. – 408 с.

8. Скрипников, Ю.Г. Производство плодово-ягодных вин и соков / Ю.Г. Скрипников. – М.: Колос, 1983. – 256 с.

9. Технология и технохимический контроль виноделия / спец. редактор В.А. Зарубин. – М.: Пищевая промышленность, 1966. – 480 с.

Учебное издание

Рожнов Евгений Дмитриевич

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ БЕНТОНИТОВ,
ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ВИНОДЕЛИИ

Методические рекомендации к выполнению лабораторных работ
по дисциплинам «Технология отрасли» и «Технохимический контроль
и учет на предприятиях отрасли» для студентов направления
19.03.02 «Продукты питания из растительного сырья»
очной формы обучения

Редактор Малыгина И.В.
Технический редактор Ускова И.А.

Подписано в печать 25.07.16. Формат 60×84 1/16.
Усл. печ. л. 0,87. Тираж 25 экз. Заказ 2016-110.
Печать – ризография, множительно-копировальный
аппарат «RISO EZ300».

Издательство Алтайского государственного
технического университета им. И.И. Ползунова.
656038, г. Барнаул, пр-т Ленина, 46.

Оригинал-макет подготовлен ИИО БТИ АлтГТУ.
Отпечатано в ИИО БТИ АлтГТУ.
659305, г. Бийск,
ул. имени Героя Советского Союза Трофимова, 27.