



й лист методических
и указаний, методических
, методических указаний

Форма
Ф СО ПГУ 7.18.3/40

Министерство образования и науки Республики Казахстан

Павлодарский государственный университет им. С. Торайгырова

Кафедра биотехнологии

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ И УКАЗАНИЯ

к лабораторным работам

по дисциплине «Контроль и оценка качества сырья
и продовольственных продуктов»

для студентов специальности 050727 - технология продовольственных
продуктов

Павлодар



«Рекомендации методических
и указаний, методических
, методических указаний»

Форма
Ф СО ПГУ 7.18.3/41

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по УР
_____ Н.Э.Пфейфер
«___» _____ 2010 г.

Составитель: _____ доцент, канд. техн. наук Ахметова Н.К.

Кафедра биотехнологии

Методические рекомендации и указания к лабораторным работам

по дисциплине «Контроль и оценка качества сырья
и продовольственных продуктов»

для студентов специальности 050727 – технология продовольственных
продуктов

Рекомендованы на заседании кафедры «17» августа 2010г. Протокол № 1
Заведующий кафедрой _____ М.С. Омаров «___» _____ 2010 г.

Одобрены учебно-методическим советом
Агротехнологического факультета «25» августа 2010 г. Протокол № 1

Председатель УМС _____ М.Е. Жагипарова «___» _____ 2010 г.

ОДОБРЕНО:

Начальник ОПиМОУП _____ А.А. Варакута «___» _____ 2010 г.

Одобрена учебно-методическим советом университета
«25» августа 2010 г. Протокол № 8

Основные цели и задачи выполнения лабораторных работ

Цели:

- ознакомление с химическими, физическими и физико-химическими методами контроля качества пищевого сырья и готовых продуктов питания;
- изучение приборов, с помощью которых можно контролировать качество различных биосистем.

Задачи:

- изучение химических методов контроля качества пищевых продуктов;
- изучение физических методов контроля качества пищевых продуктов;
- изучение физико-химических методов контроля качества пищевых продуктов (хроматографических, фотоколориметрических, рефрактометрических и др.);
- изучение методов анализа отходов производства.

На любых предприятиях пищевой промышленности производственная лаборатория выполняет функции отдела технического контроля. Предприятие должно реализовывать только ту продукцию, которая принята производственной лабораторией и оформлена документом, который удостоверяет ее соответствие определенным установленным требованиям.

Исследование любого пищевого продукта – сложная аналитическая задача. Из-за индивидуального состава и многокомпонентности продуктов необходимо приспособлять стандартные методы к особенностям состава и физико-химической структуры продукта – т.е. в каждом конкретном случае требуется проведение в той или иной мере аналитической исследовательской работы. При этом необходимо учитывать физическое состояние исследуемого вещества и сопутствующих определяемому веществу компонентов.

Только комплекс анализов (физико-химических, органолептических, микробиологических и др.) дает возможность контролировать качество сырья и технологические процессы производства, а также готовую продукцию.

Тематика лабораторных занятий тесно связана с лекционным материалом и посвящена вопросам контроля качества биосистем, общим методам анализа, использованию физико-химических методов контроля качества при выпуске продовольственной продукции.

В результате проведения лабораторных работ студент должен знать

- классификацию химических методов контроля качества пищевых продуктов;
- методики определения качества пищевых продуктов с помощью химических анализов;
- физические методы контроля качества биосистем;

- классификацию физико-химических методов контроля качества пищевых продуктов;
- приборы, используемые при определении физико-химических показателей качества пищевых продуктов;
- физико-химические методы контроля качества пищевого сырья и готовых изделий в ходе технологической обработки различного сырья и выпуске готовой продукции на предприятиях пищевой промышленности и в торговой сети.

уметь

- использовать знания методов контроля качества пищевых продуктов при создании качественных продуктов питания;
- пользоваться приборами для определения физико-химических показателей качества пищевых продуктов;
- применять полученные знания на практике.

иметь навыки в области:

- определения в сырье и в готовых пищевых продуктах химических и физико-химических показателей качества пищевых продуктов, в том числе опасных для здоровья человека;
- идентификации и фальсификации продовольственных товаров;
- правильной организации теххимического контроля производства, способствующего более эффективной переработке сырья на всех стадиях получения готового изделия, получению продукции высокого качества и позволяющего предотвращать выпуск продукции, не соответствующей стандартам и техническим условиям.

Структура и штат производственной лаборатории предприятия устанавливаются в зависимости от вида предприятия (здесь учитывается объем и ассортимент выпускаемой продукции и условия работы производства) и утверждаются директором предприятия или объединения. Штат лаборатории, количество и состав производственных помещений зависят от мощности предприятия. Теххимическую лабораторию возглавляет заведующий, который административно подчиняется главному инженеру или главному технологу. В работе производственной лаборатории очень важная роль отводится ведению специальных лабораторных журналов. Записи в лабораторные журналы должны вноситься своевременно, четко и аккуратно, сразу же после выполнения анализов. Полученные данные необходимо доводить до сведения технологов предприятия. В лабораториях при анализах применяют химические вещества разной степени чистоты. К работе в производственной лаборатории допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие медицинское освидетельствование, инструктаж и обучение безопасным методам работы. Все нарушения норм санитарии, техники безопасности и пожарной безопасности следует немедленно устранять силами сотрудников лаборатории, а при невозможности этого - доводить до сведения администрации. Не рекомендуется приступать к работе, если имеющиеся нарушения норм безопасности могут стать причиной

несчастливого случая или пожара. Лица, виновные в нарушении правил техники безопасности, привлекаются к ответственности в соответствии с действующим законодательством.

Требования к организации контроля

На любых предприятиях пищевой промышленности производственная лаборатория выполняет функции отдела технического контроля. Предприятие должно реализовывать только ту продукцию, которая принята производственной лабораторией и оформлена документом, который удостоверяет ее соответствие определенным установленным требованиям.

Посуда, ее мойка и сушка.

Для работы должна использоваться только чистая сухая посуда. Стеклопосуда считается чистой, если на стенках ее после мытья не образуются отдельные капли, а вода стекает равномерной тонкой пленкой.

При выборе способа мойки необходимо учитывать свойства загрязняющих посуду веществ. Для водорастворимых загрязнений вполне достаточна обработка теплой или горячей водой, а загрязнения жировой и смолообразной природы удаляют поверхностно-активными моющими средствами (мылом, стиральным порошком и пр.) или органическими растворителями (ацетоном, спиртом, эфиром и др.). Налет солей, осадок удаляют механически.

Универсальным и наиболее часто применяемым средством является безводная хромовая смесь. Действие этой смеси основано на том, что хромовокислые соли в кислом растворе являются сильными окислителями, которые при реакциях с загрязняющими веществами образуют растворимые соединения. Приготовление безводной хромовой смеси: к 100 см³ концентрированной серной кислоты при перемешивании стеклянной палочкой добавляют 10 г тонкоизмельченного бихромата калия (K₂Cr₂O₇) или бихромата натрия (Na₂Cr₂O₇). Необходимо отметить, что хромовая смесь, разведенная водой, обладает более слабым моющим действием. В некоторых случаях может применяться хромовая смесь на основе азотной кислоты. По моющим свойствам она превосходит обычную хромовую смесь, но применение ее опасно, т.к. при попадании в нее органических веществ возможны самовоспламенение и взрыв. Хранят хромовую смесь в фарфоровых емкостях, снабженных крышками. Перед мытьем хромовой смесью посуду очищают с помощью горячей воды и ерша. Затем смесь осторожно (действует на кожу и слизистые оболочки сильнее концентрированной серной кислоты!) наливают в посуду примерно на 1/4 объема и медленно поворачивают так, чтобы она смочила стенки посуды. При мытье пипеток хромовую смесь засасывают грушей или выдерживают пипетки в цилиндрах с хромовой смесью несколько часов. После использования хромовую смесь выливают обратно в сосуд, где она хранится. Хромовая смесь служит достаточно продолжительное время. Потерю окислительных свойств хромовой смеси и необходимость ее замены новой смесью после продолжительного употребления характеризует изменение

цвета смеси: цвет из темно-оранжевого переходит в темно-зеленый. Несмотря на потерю окислительных свойств, использованную хромовую смесь ни в коем случае нельзя выливать в раковину, а только в специально отведенное для сливов место.

После мойки посуду тщательно ополаскивают сначала водопроводной водой, а затем двумя-тремя порциями дистиллированной воды и проверяют на чистоту. Вымытая посуда постепенно высыхает на воздухе в опрокинутом состоянии. Если необходимо ускорить процесс сушки, посуду ставят в сушильный шкаф при температуре 100-120 °С в опрокинутом состоянии, чтобы не замедлять улетучивание паров воды.

Требования к работе с реактивами

В лабораториях при анализах применяют химические вещества разной степени чистоты. Обычно все выпускаемые промышленностью химические продукты подразделяют на четыре группы:

- сырые продукты природного происхождения и полуфабрикаты с большим содержанием примесей;
- технические продукты с относительно небольшим содержанием примесей;
- реактивы для аналитических, препаративных и иных лабораторных работ;
- продукты особой чистоты, качество которых значительно выше качества химических реактивов.

Для химических анализов в пищевой промышленности также используют реактивы, которые выпускаются следующей квалификации в зависимости от содержания основного вещества и допустимых примесей:

- чистый (ч.) - низшая квалификация реактива;
- чистый для анализа (ч. д. а.) - характеризует аналитическое применение препарата;
- химически чистый (х. ч.) - высшая степень чистоты реактива;
- вещества особой чистоты (ос. ч.) - для определения микроколичеств веществ.

Необходимая степень чистоты химических продуктов указывается в стандартах на методы испытаний. Реактивы, поступающие в лабораторию, должны быть снабжены этикетками. На этикетках должны быть указаны наименование, степень чистоты и срок хранения (если необходимо). Для каждой квалификации реактивов этикетка на таре должна быть определенного цвета или на этикетку должна быть нанесена цветная полоса:

- зеленый – для квалификации "ч.";
- синий - для "ч. д. а.";
- красный - для "х. ч.";
- желтый - для "ос. ч.";
- светло-коричневый - для прочих реактивов.

Не рекомендуется пользоваться реактивами неизвестного состава, без этикеток. При невозможности установления состава реактива его необходимо уничтожить.

Реактивы хранят в закрытых емкостях во избежание загрязнения самих реактивов и воздуха в лаборатории. Если реактив расфасован в полиэтиленовый мешочек, то при первом же вскрытии мешочка содержимое пересыпают в закрытую стеклянную или полимерную банку и наклеивают на банку соответствующую этикетку. Концентрированные растворы кислот и аммиака хранят в склянках или стеклянных банках с притертыми пробками, на которые сверху надевают стеклянный колпачок или химический стакан. Все реактивы, чувствительные к действию света, например йодистый калий, перманганат калия, хранят в банках из темного стекла. Условия хранения пожароопасных, токсичных, едких веществ должны соответствовать требованиям техники безопасности. При непосредственном использовании реактивов (их отборе) необходимо позаботиться о сохранении их качества. Сыпучие реактивы отбирают чистой ложкой или шпателем из материала, который не вступает в реакцию с реактивом. Запрещается брать реактив руками и закрывать его крышкой от другой емкости. Пробку от емкости необходимо класть так, чтобы конец ее, входящий в горло, не касался стола (в качестве подкладки можно использовать сухой бумажный фильтр). При открытии нового реактива вначале аккуратно освобождают горло емкости и пробку от парафина. Излишки реактива хранят отдельно, не пересыпая в общую емкость. Жидкие реактивы отбирают пипетками и сифонами. Правила отбора едких, токсичных и легковоспламеняющихся жидкостей должны отвечать требованиям техники безопасности.

Техника безопасной работы в лаборатории.

К работе в производственной лаборатории допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие медицинское освидетельствование, инструктаж и обучение безопасным методам работы. Каждый работающий должен досконально знать:

- свойства используемых химических веществ;
- правила обращения с лабораторным оборудованием и инвентарем;
- возможные вредные и опасные моменты при проведении лабораторных работ;
- правила поведения на пожаре и оказания первой помощи пострадавшим.

В производственной лаборатории должен вестись журнал учета инструктажей, где ознакомление сотрудников с правилами безопасной работы не реже одного раза в полгода должно подтверждаться их личными подписями. Работы в лаборатории могут проводиться только при исправном состоянии газо- и электрооборудования, заземляющих устройств, вентиляции, а также аппаратов, работающих под давлением или вакуумом. В коридоре и помещениях лаборатории в доступных и известных всем местах должны находиться готовые к употреблению средства пожаротушения,

полностью укомплектованная аптечка первой помощи и план эвакуации в случае пожара. Коридоры и подходы к средствам пожаротушения и аптечке не должны быть достаточно свободными. На каждом рабочем участке должна иметься инструкция по технике безопасности, соответствующая специфике проводимой работы.

Все работающие в лаборатории обеспечиваются спецодеждой и средствами индивидуальной защиты в соответствии с действующими нормами. Все работы в лаборатории должны вестись в спецодежде с применением необходимых средств индивидуальной защиты. Для хранения спецодежды и средств индивидуальной защиты предназначены шкафы. После работы с токсичными веществами спецодежду стирают не реже одного раза в неделю.

Запрещается:

- курить, хранить и принимать пищу в помещениях химического и микробиологического отделений лаборатории;
- курить в помещениях органолептического отделения;
- применять лабораторную посуду для личного пользования;
- хранить в одном холодильнике химические реактивы и пищевые продукты;
- хранить рядом реактивы, взаимодействие которых может вызвать пожар.

Работы с веществами, предельно допустимые концентрации которых не превышают 100 мг/м^3 , осуществляют только в вытяжном шкафу. Вытяжной шкаф должен быть исправен и не загроможден лишними предметами.

При работе в вечернее и ночное время, а также при выполнении опасных работ в любое время суток в помещении должно находиться не менее двух человек, один из которых назначается старшим. Рабочие места, где выполняются работы, связанные с огневым или электрическим нагревом должны находиться под постоянным присмотром.

При использовании легковоспламеняющихся, едких, токсичных веществ работающие не должны приступать к выполнению операций, предварительно не убедившись в наличии и готовности к использованию необходимых средств пожаротушения и средств оказания первой помощи.

По окончании какой-либо работы проводивший ее выключает использовавшиеся воду, газ, электрооборудование, приборы и т.п. После окончания рабочего дня должны быть:

- отключены все приборы и устройства;
- закрыты склянки с реактивами;
- закрыты водяные и газовые краны;
- выключены рубильники силовой сети, вентиляция, освещение;
- заперты двери лаборатории, а ключ должен быть передан дежурному охраны.

Все нарушения норм санитарии, техники безопасности и пожарной безопасности следует немедленно устранять силами сотрудников

лаборатории, а при невозможности этого - доводить до сведения администрации. Не рекомендуется приступать к работе, если имеющиеся нарушения норм безопасности могут стать причиной несчастного случая или пожара. Лица, виновные в нарушении правил техники безопасности, привлекаются к ответственности в соответствии с действующим законодательством.

Правила безопасной работы с едкими, легковоспламеняющимися и горючими жидкостями и токсичными веществами.

Едкие и токсичные вещества. Едкие и токсичные вещества должны поступать в лабораторию и храниться в толстостенной стеклянной посуде вместимостью не более 1 л. Концентрированные кислоты должны стоять в вытяжном шкафу, на поддонах, дымящаяся азотная кислота - в ящике из нержавеющей стали.

Переноска больших бутылей с едкими жидкостями разрешается в исключительных случаях и на близкое расстояние двумя людьми; переноска их одним человеком допускается только в стеклянной толстостенной посуде вместимостью не более 5 л, помещенной в специальную корзину.

При работе с едкими и токсичными веществами необходимо пользоваться защитными очками, перчатками, респираторами, а при работе с большими количествами едких веществ - также резиновыми фартуками.

Необходимо избегать попадания этих веществ на кожу, в глаза, на одежду и обувь; в случае попадания их на кожу пораженное место немедленно промывают под быструющей струей воды, а затем - раствором нейтрализующего вещества.

Розлив едких и токсичных жидкостей осуществляют при помощи стеклянных сифонов с грушей; ни в коем случае нельзя набирать их в пипетки ртом. Розлив концентрированных кислот и летучих токсичных веществ производят в вытяжном шкафу при включенной тяге.

Подготовительные работы со щелочами и токсичными веществами (измельчение, растворение и пр.) проводят в специально отведенном месте; измельчение осуществляют в закрытых ступках.

При разбавлении серной, азотной и других кислот их необходимо приливать тонкой струей в воду, а не наоборот и использовать при этом фарфоровые стаканы и другую термостойкую посуду. При растворении щелочей необходимо добавлять их небольшими кусочками в воду, при перемешивании; запрещается кусочки брать руками.

После окончания работы с едкими и токсичными веществами необходимо как можно скорее произвести тщательную уборку рабочего места. Пролитые кислоты или щелочи необходимо засыпать песком. Если пролита кислота, то после уборки песка засыпают облитое место известью или содой. Если пролита щелочь, то облитое место заливают слабым раствором уксусной кислоты, после чего замывают водой. Пролитую токсичную жидкость необходимо обезвредить и облитое место промыть водой.

Посуду из-под едких и токсичных веществ необходимо отдавать в мойку только после ее нейтрализации и обезжиривания (это должен сделать пользовавшийся ею работник лаборатории).

Загрязненные токсичными веществами спецодежду, полотенца, перчатки и пр. немедленно обезвреживают и передают в стирку.

Отработанные кислоты или щелочи необходимо собирать в отдельную специальную посуду, и после нейтрализации сливать в определенное место, отведенное для этих целей (слив в канализацию концентрированных кислот и щелочей запрещается).

Отработанные токсичные вещества необходимо обезвреживать и уничтожать в соответствии с установленным порядком (слив их в канализацию запрещается).

Легковоспламеняющиеся и горючие жидкости. Легковоспламеняющиеся и горючие жидкости должны поступать в лабораторию и храниться в толстостенной стеклянной посуде вместимостью до 1 л с притертыми пробками. Запрещается использовать полиэтиленовую посуду для их хранения и перевозки. Сосуды с легковоспламеняющимися или горючими жидкостями необходимо хранить в металлическом ящике с крышкой, выложенным асбестом. Легковоспламеняющиеся и горючие жидкости необходимо хранить вдали от источников нагрева, окислителей (азотная кислота, пероксид водорода, перманганаты и пр.) и горючих веществ. Серный эфир во избежание образования взрывчатого вещества (пероксида этила) необходимо хранить в посуде из темного стекла. В тонкостенной посуде допускается держать не более 0,2 л горючих жидкостей.

Общий запас одновременно хранящихся в лабораторном помещении огнеопасных жидкостей не должен превышать суточной потребности, но не более 3 л на одного сотрудника, 5 л - в комнате площадью до 20 м², 10 л - в комнате площадью до 40 м² (нормы могут быть увеличены с разрешения администрации, по согласованию с пожарной охраной).

В лабораторных помещениях запрещается держать запас легковоспламеняющихся жидкостей с температурой кипения ниже 60 °С (серный эфир, этилацетат, ацетон и т. п.).

Розлив легковоспламеняющихся и горючих жидкостей и другие работы с ними проводят при включенной вентиляции, в вытяжном шкафу, под тягой, при выключенных газовых горелках и электронагревательных приборах.

Нагрев и перегонку легковоспламеняющихся и горючих жидкостей осуществляют в круглодонных колбах из тугоплавкого стекла, в вытяжном шкафу, на предварительно нагретой бане с соответствующим теплоносителем. При нагревании более 0,5 л легковоспламеняющейся жидкости под прибором ставят кювету для предотвращения разлива жидкости в случае аварии. Ведущий перегонку работник лаборатории должен постоянно наблюдать за работой холодильника перегонной установки.

Запрещаются нагрев и перегонка более 1 л жидкости одновременно; работа с большими количествами легковоспламеняющихся или горючих

жидкостей может проводиться только с разрешения заведующего лабораторией.

Чтобы произвести перегонку простых эфиров, диоксанов и других подобных веществ, необходимо убедиться в отсутствии в них пероксидов: для этого 2-3 см³ эфира встряхивают с равным объемом 2%-ного раствора йодида калия или йодида натрия, подкисленного несколькими каплями соляной кислоты. Появление коричневого оттенка через некоторое время означает присутствие пероксидов. Для удаления пероксидов эфир обрабатывают специальным раствором (данный раствор содержит 30 г сульфата железа в 55 см³ воды и 1 см³ концентрированной (96%-ной) серной кислоты). На 1 дм³ эфира берут 10-20 см³ раствора сульфата железа, тщательно встряхивают, отделяют нижний слой. Эфир промывают водой и высушивают хлоридом кальция или гидроксидом калия.

Во избежание взрыва запрещается перегонять эфиры досуха; в колбе следует оставлять не менее 10% первоначального объема жидкости.

При случайных проливах легковоспламеняющихся или горючих жидкостей необходимо немедленно выключить все источники огня и нагревательные приборы, силовую, а в дневное время - и осветительную сеть. Место разлива жидкости засыпают песком, который затем убирают деревянной лопатой; запачканную одежду немедленно заменяют.

Отработанные легковоспламеняющиеся и горючие жидкости необходимо собирать в специальную тару и в конце рабочего дня удалять из лаборатории для уничтожения или регенерации этих жидкостей (выливать их в канализацию запрещается).

Сосуды, в которых проводились работы с легковоспламеняющимися и горючими жидкостями, по окончании анализа необходимо немедленно промыть.

Контрольные вопросы:

1. Каковы основные требования организации лабораторного анализа?
2. Каковы требования к лабораторной посуде, к работе с реактивами?
3. Какие существуют правила техники безопасности в лаборатории?
4. Перечислите основные условия хранения химических веществ и реактивов.

Тема 4. Методы определения сухих веществ и влажности сырья и продовольственных продуктов.

Лабораторная работа № 1

Определение содержания сухих веществ методом высушивания (на примере оценки качества мясных полуфабрикатов)

Цель работы. Овладеть методами определения содержания сухих веществ и влаги в пищевых продуктах.

Теоретическое обоснование. Существует несколько методов определения содержания сухих веществ и влаги. Наиболее совершенным является метод определения содержания сухих веществ путем высушивания навески до постоянной массы в вакуум-сушильном шкафу при температуре обычно около 100-105 °С. Перед высушиванием точно устанавливаются: масса пустого бюкса, масса бюкса с сырой навеской и масса бюкса с высушенной навеской. Высушивание пустого бюкса, а затем бюкса с навеской в большинстве случаев продолжают до тех пор, пока разница между предыдущим и последующим взвешиваниями не будет превышать 0,0004 г. Данный метод является достаточно точным, однако продолжительность определения в зависимости от свойств исследуемого вещества длится не менее 10 ч. В настоящее время для экономии времени используются более быстрые методы определения содержания сухих веществ:

- высушивание в сушильном шкафу при повышенных температурах;
- высушивание на приборе ВЧ;
- рефрактометрический метод.

Оборудование и техническое оснащение лабораторной работы.

Сушильный шкаф с терморегулятором; теххимические весы; лабораторная мельница, измельчитель тканей; терка и ступка с пестиком; эксикатор, стеклянные или металлические бюксы; тигельные щипцы. Прибор ВЧ (источник инфракрасного излучения); ртутные термометры, контактный термометр с магнитной головкой, песочные часы, ротаторная и фильтровальная бумага; фольга, пергамент; шпатели. Рефрактометры, марля, вата; фарфоровая чашечка, стеклянная палочка.

Содержание и порядок выполнения лабораторной работы:

Определение содержания влаги высушиванием в сушильном шкафу

Определение содержания влаги высушиванием при повышенных температурах применяют в основном для муки, крупы, хлеба и хлебобулочных изделий, чая. В данном случае в анализируемом объекте определяют не влагу, а содержание сухих веществ. Для того чтобы получить сопоставимые результаты, необходимо соблюдение одинаковых условий (размеры сушильного шкафа, величина и степень измельчения навески, размер и форма бюксов, время и температура высушивания). В связи с тем, что в производственных лабораториях используются различные системы электрошкафов. Методика определения имеет ряд особенностей. Влажность определяют одновременно в нескольких навесках (обычно в двух) и конечный результат выражают как среднее арифметическое из нескольких определений.

Приборы и материалы: сушильный шкаф с терморегулятором; теххимические весы; лабораторная мельница, измельчитель тканей; терка и

ступка с пестиком; эксикатор, стеклянные или металлические бюксы; тигельные щипцы.

Подготовка навески. Все продукты, кроме муки, измельчают на лабораторной мельнице или на любом аналогичном измельчителе. Для круп крупность измельчения контролируется ситом (металлотканым) с диаметром отверстий 0,8 мм. Проход с этого сита должен быть не менее 75% (для овсяных круп - 50%, для гороха - 60%). Для хлеба определяется только влажность мякиша: отрезанный от булки хлеба ломоть толщиной около 1 см кладут на стекло и ножом вырезают из центра ломтя около 5 г мякиша и по 3 г из трех мест (вверху, внизу и сбоку ломтя, отступив от соответствующей корки примерно на 1 см); вырезки тщательно измельчают и перемешивают.

Методика анализа. В два предварительно высушенных и взвешенных металлических бюкса с крышками вносят по 5 г измельченной навески (взвешенной с погрешностью не более 0,01 г), вновь взвешивают. Бюксы с открытыми крышками высушивают в сушильном шкафу. После высушивания вынимают из сушильного шкафа тигельными щипцами, закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Заполняют дно эксикатора хлористым безводным гранулированным кальцием, пришлифованные края эксикатора смазывают вазелином. Металлические бюксы охлаждают в эксикаторе 15-20 мин, стеклянные – 25-30 мин.

Количество влаги W (в %) рассчитывают по формуле:

$$W = ((m_1 - m_2) \cdot 100) / m,$$

где:

m_1 - масса бюкса с навеской до высушивания, г;

m_2 - масса бюкса с навеской после высушивания, г;

m - навеска продукта, г.

Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,25%. Продолжительность определения около часа.

При данном методе определения влажности необходимо использовать металлические бюксы размером 45x20 мм. Температура и продолжительность высушивания для разных продуктов разные. Перед проведением определения сушильный шкаф предварительно нагревают до 140-145 °С.

Определение массовой доли влаги на приборе ВЧ (прибор Чижовой).

Данный метод основан на обезвоживании навески продукта с помощью тепловой энергии инфракрасного излучения. Инфракрасные лучи проникают внутрь продукта на небольшую глубину (2-3 мм) и быстро удаляют имеющуюся в продукте влагу. Высушивание на приборе ВЧ рекомендуется при анализе некоторых консервов (овощных

закусочных), варенья, конфитюров, джемов, повидла, кондитерских изделий, сушеных плодов и овощей, сыров, творога и других продуктов.

Прибор ВЧ состоит из двух шарнирно-соединенных между собой массивных металлических плит, которые нагреваются плоскими электронагревателями (электронагреватели расположены с наружной стороны плит). В рабочем положении между плитами устанавливается определенная щель около 2 мм для навески высушиваемого продукта. Прибор также имеет терморегулирующее устройство (контактный термометр с магнитной головкой, включенный последовательно в реле), предназначенное для поддержания постоянной температуры. Навеска исследуемого продукта, распределенная между двумя плитами быстро прогревается и высушивается при температуре обычно около 160 °С. (Приложение рис. №3)

Приборы и материалы: прибор ВЧ (источник инфракрасного излучения); ртутные термометры на 200-250 °С; контактный термометр с магнитной головкой на 200°С; песочные часы на 1, 2, 3 и 5 мин; эксикатор с хлористым безводным гранулированным кальцием; ротаторная и фильтровальная бумага; фольга, пергамент; шпатели.

Подготовка пакетов. Предварительно необходимо подготовить специальные пакеты: лист ротаторной бумаги размером 20x14 см складывают пополам, а затем открытые с трех сторон края пакета загибают на 1,5 см и получают готовые пакеты размером 8x11 см. Пакеты готовят двойные или одинарные в зависимости от консистенции и влажности анализируемого продукта. Для изготовления пакетов при определении влажности хлеба применяют торрированный лист фольги. Для изготовления пакетов при определении влажности сыров применяют газетный лист размером 150x150 мм: складывают бумажный лист по диагонали, загибают углы, а затем края примерно на 15 мм; этот пакет вкладывают в листок пергамента несколько большего размера, чем пакет, не загибая краев. Для изготовления пакетов при определении содержания сухих веществ в консервах используют ротаторную бумагу с прослойками из фильтровальной бумаги: фильтровальную бумагу размером 11x25 см складывают в три слоя так, чтобы два слоя помещались на нижней стороне пакета, а один слой на верхней стороне. Для изготовления пакетов при определении сухих веществ в варенье, конфитюре, джеме, повидле используют ротаторную бумагу с четырехслойными вкладышами из фильтровальной бумаги.

Методика анализа. Прибор прогревают в течение 20-25 мин: вначале прибор включают на полный обогрев и доводят температуру до 135-140 °С, а затем переключают на слабый обогрев и поддерживают температуру на уровне 155-160 °С. Подготовленные пакеты вкладывают между двумя плитами, высушивают (в течение 3 мин), охлаждают (в течение 5 мин) и взвешивают (с точностью $\pm 0,01$ г). Измельченные навески массой по 4-5 г вносят во взвешенные пакеты, равномерно распределяют их по внутренней поверхности пакета, пакеты с содержимым быстро взвешивают, загибают

края и высушивают. Температурный режим высушивания, масса навески и продолжительность высушивания на приборе Чижовой различаются для каждого вида продукта. Необходимо отметить, что измельчение навески следует проводить как можно быстрее, для уменьшения испарения влаги. После высушивания пакеты охлаждают в течение 5 мин и взвешивают (с точностью $\pm 0,01$ г).

Взвешивание следует проводить как можно быстрее, вследствие высокой гигроскопичности бумаги и высушенной навески.

Содержание влаги W (в %) рассчитывают по формуле:

$$W = ((m_1 - m_2) \cdot 100) / (m_1 - m),$$

Содержание сухих веществ X (в %) рассчитывают по формуле:

$$X = ((m_2 - m) \cdot 100) / (m_1 - m),$$

где:

m - масса пакета, г;

m_1 - масса пакета с навеской до высушивания, г;

m_2 - масса пакета с навеской после высушивания, г.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более $\pm 0,5\%$. Продолжительность определения - 15-17 мин.

Рефрактометрический метод.

Рефрактометрический метод основан на определении коэффициентов преломления веществ. По этим коэффициентам можно судить о характере веществ, чистоте и содержании в растворах. Но необходимо отметить, что применение данного метода для определения содержания растворимых сухих веществ характерно только в некоторых случаях, например, для томатопродуктов, соков, патоки и др.

Приборы и реактивы: рефрактометры ИРФ-22, РПЛ-3; марля, фильтровальная бумага или вата; фарфоровая чашечка, стеклянная палочка.

Подготовка рефрактометра. Перед использованием рефрактометра необходимо проверить нулевую точку прибора и правильность его показаний: откидывают верхнюю призму и помещают на нижнюю призму 2-3 капли дистиллированной воды, направляют зеркалом свет в окошечко призмы и смотрят в отверстие (вращая навинчивающуюся головку окуляра, добиваются четкости изображения делений и цифр на шкале); затем, поднимая или опуская рычаг, находят в поле зрения линию раздела света и тени и совмещают ее с пунктирной линией (смотрят, на какое деление шкалы приходится линия раздела, совмещенная с пунктирной линией).

При использовании в качестве исследуемого продукта дистиллированной воды шкала рефрактометра градуирована таким образом, что, содержание сухих веществ (правая шкала) на шкале равно нулю, а коэффициент преломления равен 1,333. При использовании растворов других веществ различной концентрации в зависимости от содержания в них сухих веществ и коэффициента их преломления происходит сдвиг границы светотени, и соответственно изменяются показания прибора (определение проводят при температуре 20°C).

Методика анализа. В центр нижней призмы помещают каплю исследуемого раствора и покрывают верхней призмой (если исследуемый продукт включает какие-либо твердые частицы, то сок этого продукта выжимают на призму через вдвое сложенную марлю). После фиксации обеих призм наблюдают в окуляр поле зрения и, передвигая окуляр, находят наиболее резкую границу между светлой и темной половиной поля зрения (необходимо чтобы эта граница совпала с пунктирной линией или центром кружка) и отсчитывают по шкале процентное содержание сухих веществ.

При проведении испытания необходимо фиксировать температуру, при которой проводится определение, так как показания шкалы прибора достоверны лишь при 20 °С. Если определение проводят при иной температуре, то необходимо внести соответствующую поправку.

При проведении исследований в продуктах, имеющих темную окраску или в продуктах, от которых трудно отделить жидкую фазу навеску массой 5-10 г (взвешенную с точностью $\pm 0,01$ г) вносят в фарфоровую чашечку, добавляют около 4 г кварцевого песка и дистиллированной воды в объеме, равном массе исследуемой навески; растирают пестиком, быстро выжимают (через вдвое сложенную марлю) несколько капель на призму прибора и отсчитывают по шкале показания рефрактометра.

Содержание сухих веществ X (в %) для данного случая вычисляют по формуле:

$$X = 2 \cdot a,$$

где:

a - содержание сухих веществ по рефрактометру с учетом поправки на температуру, %.

За конечный результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Расхождение между параллельными определениями не должно быть более 0,2%.

Продолжительность анализа – 8-10 мин.

Требования к отчету по лабораторной работе. Лабораторные записи необходимо вести аккуратно, поэтапно, в соответствии с порядком

выполнения лабораторной работы. Заносить тему, цель, материалы и оборудование, необходимые в лабораторной работе, основные этапы проведения опытов и результаты в виде тезисов, либо в табличном или графическом виде, а также с необходимыми рисунками.

Контрольные вопросы:

1. Перечислите основные методы определения сухих веществ.
2. По какой формуле вычисляют количество влаги W (в %)?
3. Какова основа метода определения массовой доли влаги на приборе ВЧ (прибор Чижовой)?
4. По какой формуле вычисляют количество сухих веществ X (в %)?
5. На чем основан рефрактометрический метод определения сухих веществ в продукте?

Тема 5. Методы определения белков.

Лабораторная работа № 2

Изучение методов определения содержания белка в сырье и готовой продукции.

Определение содержания белков.

Цель работы. Овладеть методами определения содержания белков в пищевых продуктах.

Теоретическое обоснование. Белки - это высокомолекулярные органические соединения, построенные из аминокислот, соединенных между собой пептидными связями. Роль белков в организме человека чрезвычайно важна, так как они участвуют в важнейших процессах в организме. Необходимость их постоянного обновления лежит в основе обмена веществ. Белки в организме выполняют структурную (входят в состав тканей и клеток) и функциональную (ферменты, гормоны и др.) роль.

Потребление белков должно быть оптимальным, так как и недостаток, и избыток белков в пище вреден для человека. Потребность взрослого человека составляет в среднем 100 г белка в сутки. По составу белковые вещества в пище должны быть примерно на 2/3 животного происхождения и на 1/3 - растительного. Белками богаты мясо, рыба, яйца, молоко, злаковые и бобовые культуры.

Массовую долю белка в пищевых продуктах определяют различными методами:

Наиболее точным является метод Кьельдаля, который заключается в окислении (сжигании) органических веществ концентрированной серной кислотой при кипячении в присутствии катализатора. Содержание белка определяют по количеству азота. Метод Кьельдаля длительный и трудоемкий, требует высокой квалификации работающего.

В связи с этим широко применяются физико-химические (ускоренные) методы количественного определения белка, основанные на специфических свойствах белка:

- способности адсорбировать некоторые красители (метод Юди);
- способности пептидных связей белка образовывать комплексное окрашенное соединение с ионами меди в щелочном растворе (биуретовый);
- способности активных групп различных аминокрупп, входящих в состав полипептидной цепи белка, давать характерные реакции (метод Лоури) и др. Преимущество этих методов в том, что они отличаются достаточно высокой точностью, простотой и быстротой определения.

Оборудование и техническое оснащение лабораторной работы.

Прибор нагревательный для сжигания навесок; прибор для перегонки с каплеуловителем; колбы Кьельдаля; колбы конические; цилиндры мерные; бюретки вместимостью; капельница. Мука, раствор КОН; сегнетова соль; дистиллированная вода; раствор SiSO_4 ; CCl_4 ; раствор CaOH ; сульфосалициловая кислота; мерные колбы, пробки для колб; пипетки; весы; механический встряхиватель; центрифуга; фотоэлектроколориметр; фотоэлектрический нефелометр.

Содержание и порядок выполнения лабораторной работы:

Метод Кьельдаля.

Навеску из гомогенной массы берут с таким расчетом, чтобы в пробе содержалось примерно 20...25 мг азота. Метод основан на сжигании органических компонентов пробы пищи в присутствии серной кислоты. Выделяющийся при этом азот улавливается серной кислотой и образуется сульфат аммония. При добавлении едкого натра выделяется аммиак, который отгоняют в раствор серной кислоты. Выделившийся аммиак определяют титрованием. Для ускорения сжигания применяют катализатор: смесь серно-кислой меди и серно-кислого натрия.

Аппаратура, материалы, реактивы. Прибор нагревательный для сжигания навесок; прибор для перегонки с каплеуловителем; колбы Кьельдаля вместимостью 100 см³ с грушевидной стеклянной пробкой; колбы конические вместимостью 250 см³; цилиндры мерные на 25, 50, 100 см³; бюретки вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,1 см³; капельница. Серная кислота плотностью 1,84 г/см³, 33 %-ный раствор гидроокиси натрия, 0,05 моль/дм³ раствор серной кислоты, смешанный индикатор (к 25 см³ 0,1 %-ного раствора метиленового голубого добавляют 3 см³ 0,02 %-ного спиртового раствора метилового красного), лакмусовая бумага.

Методика анализа. В колбу Кьельдаля переносят навеску, которую берут на аналитических весах в лодочку из алюминиевой фольги или подпергаментной бумаги, добавляют цилиндром 20 см³ серной кислоты, вливая ее постепенно по стенкам колбы и смывая частицы продукта. В колбу

добавляют катализатор (0,5 г серно-кислой меди и 7,5 г серно-кислого натрия), устанавливают ее в наклонном положении в вытяжном шкафу в нагревательный прибор, приливают 1 см³ этилового спирта. Колбу закрывают грушевидной стеклянной пробкой и осторожно нагревают. При образовании пены в первый период окисления колбу следует снять с нагревательного прибора и дать пене осесть, а затем продолжить нагревание, следя за тем, чтобы пена не попала в горло колбы. После прекращения пенообразования нагрев усиливают. Степень нагревания считают достаточной, когда кипящая кислота конденсируется в средней части горлышка колбы Кьельдаля.

Время от времени содержимое колбы перемешивают, смывая частицы со стенок колбы. Нагревание продолжают до тех пор, пока жидкость не станет бесцветной (слегка голубоватой) и совершенно прозрачной. Содержимое колбы охлаждают, осторожно по стенке добавляют 50 см³ дистиллированной воды, перемешивают и охлаждают.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ пипеткой отмеривают 40 см³ 0,05 моль/дм³ серной кислоты, добавляют четыре капли индикатора, перемешивают и погружают наконечник, соединенный с холодильником, в кислоту на 1,5...2 см.

В перегонную колбу переносят содержимое колбы Кьельдаля, ополаскивая ее несколько раз, 100...150 см³ дистиллированной воды, опускают красную лакмусовую бумажку и соединяют с холодильником с помощью каплеуловителя. Отмеривают цилиндром 80 см³ 33 %-ного раствора гидроокиси натрия и через делительную воронку вливают его в перегонную колбу. Сразу же после добавления щелочи закрывают кран делительной воронки для предотвращения потерь аммиака. Содержимое колбы нагревают до кипения, при этом необходимо избегать пенообразования. Продолжают перегонку до тех пор, пока жидкость не станет вскипать толчками. Нагрев регулируют таким образом, чтобы продолжительность дистилляции была не менее 20 мин. Перед окончанием перегонки опускают коническую колбу так, чтобы конец наконечника оказался над поверхностью раствора серной кислоты, и продолжают перегонку еще 1...2 мин. Нагревание прекращают. В коническую колбу смывают небольшими порциями дистиллированной воды остатки раствора серной кислоты с внутренней и внешней поверхностей наконечника. Дистиллят титруют 0,1 моль/дм³ раствором гидроокиси натрия до перехода окраски из фиолетовой в зеленую.

Параллельно проводят контрольный анализ, добавив в колбу Кьельдаля вместо навески 5 см³ дистиллированной воды. Контрольный опыт проводят в каждой серии определений количества белка и при каждой замене реактивов.

Массу белка (X, г) вычисляют с точностью до третьего знака по формуле:

$$X = \frac{0,0014 \cdot K \cdot (V - V_1) \cdot 6,25 \cdot P}{X}$$

M

где:

0,0014 - количество азота, эквивалентное 1 см^3 0,05 моль/дм³ раствора серной кислоты, г;

K - поправочный коэффициент 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия;

V - объем 0,1 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия, использованный на титрование 0,05 моль/дм³ раствора серной кислоты в контрольном опыте, см³; V₁ = 6,25 - коэффициент пересчета азота на белок;

P - масса обеда или рациона, г, в рабочем опыте;

m - масса навески, г.

При исследовании проводят не менее трех определений, по результатам которых рассчитывают среднее арифметическое. Фактическое содержание белка в обеде (рационе) сравнивают с теоретическим, рассчитанным по таблицам химического состава пищевых продуктов с учетом потерь при тепловой обработке.

Определение массовой доли белка биуретовым методом.

Специфической реакцией на содержание белка является биуретовая реакция, так как ее дают полипептидные связи. Она получила свое название от производного мочевины - биурета, который образует в щелочном растворе медного купороса окрашенное комплексное соединение. Интенсивность окрашивания пропорциональна содержанию пептидных связей, а следовательно, и концентрации белка в растворе.

Биуретовую реакцию дают все белки, пептоны и полипептиды, начиная с тетрапептидов.

Эта реакция длительное время использовалась как качественная реакция на белок. В дальнейшем она стала применяться для количественного определения белка в различных объектах. Биуретовый метод применяют в различных модификациях, различающихся условиями экстрагирования белка, способами внесения биуретового реактива и техникой колориметрирования.

Ниже приводится биуретовый метод определения массовой доли белка в муке в модификации Дженнингса.

Материалы, реактивы, оборудование. Мука (объект исследования); 10 н. раствор КОН; сегнетова соль; дистиллированная вода; 4%-ный раствор СиSO₄; СС1₄; 0,05 н. раствор КаОН; сульфосалициловая кислота; мерные колбы вместимостью 1000 см³; мерные цилиндры; конические колбы вместимостью 250-300 см³; пробки для колб; бюретки; пипетки; мерная колба вместимостью 50 см³; весы; механический встряхиватель; центрифуга; фотоэлектроколориметр; фотоэлектрический нефелометр.

Приготовление биуретового реактива. Для приготовления реактива берут 15 см³ 10 н. раствора КОН и 25 г сегнетовой соли, взятой с точностью

$\pm 0,01$ г, и растворяют примерно в 900 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 . К этому раствору медленно добавляют при постоянном перемешивании 30 см^3 4%-го раствора SiO_4 , отмеренных цилиндром. Объем колбы доводят дистиллированной водой до метки.

Методика анализа. Взвешивают около 1,5 г муки с точностью $\pm 0,001$ г и помещают в сухую коническую колбу вместимостью $250-300 \text{ см}^3$. Отмеривают под тягой цилиндром с ценой деления $0,1 \text{ см}^3$ 2 см^3 четыреххлористого углерода для извлечения жира из образца и добавляют пипеткой 100 см^3 биуретового реактива. Закрытую пробкой колбу встряхивают на механическом встряхивателе в течение 60 мин, а затем центрифугируют в течение 10 мин при частоте вращения 4500 мин^{-1} . Прозрачный центрифугат помещают в кюветы фотоэлектроколориметра с толщиной слоя раствора 5 мм. Измерение оптической плотности производят при длине волны 550 нм.

По величине оптической плотности белковой вытяжки с помощью калибровочной кривой определяют массовую долю белка в навеске y (мг). Калибровочная кривая представляет собой зависимость между массой белка в навеске муки (мг) и оптической плотностью раствора.

Рассчитывают массовую долю белка (% к массе сухих веществ).

Построение калибровочной кривой. Для построения калибровочной кривой подбирают образцы муки с различной массовой долей белка в диапазоне, встречающемся в реальных условиях (от 8 до 20 %). Интервал в содержании белка в используемых образцах должен находиться в пределах не более 1 %. Количество образцов должно быть не менее 10. С увеличением их числа точность определений возрастает. Затем приведенным выше биуретовым методом определяют оптическую плотность белковых вытяжек всех образцов. При построении кривой на оси абсцисс откладывают величины оптической плотности, а на оси ординат - массовую долю белка в навеске (мг).

Определение массовой доли белка нефелометрическим методом.

Метод основан на измерении интенсивности светового потока, рассеянного твердыми или коллоидными частицами, находящимися в растворе во взвешенном состоянии. По интенсивности светорассеяния, определяемой на фотоэлектроколориметре, судят о концентрации исследуемого вещества. В настоящее время широко применяют фотоэлектрические нефелометры. Растворы высокомолекулярных соединений, например растворы белков, при определенных условиях в присутствии некоторых химических реагентов способны опалесцировать. Одним из таких реагентов является сульфосалициловая кислота. Концентрация белка в этом случае может быть определена по интенсивности опалесценции.

Продукты гидролиза белка - пептоны, аминокислоты и другие азотсодержащие вещества не опалесцируют.

Экспериментальной проверкой установлено, что нефелометрический метод с использованием сульфосалициловой кислоты отличается быстротой, высокой точностью, простотой и хорошей Корреляцией по сравнению с методом Кьельдаля.

Методика анализа. Взвешивают 0,5 г исследуемой муки с точностью $\pm 0,001$ и помещают в коническую колбу вместимостью 250-300 см³. В колбу из бюретки добавляют 50 см³ 0,05 н. раствора гидроксида натрия. Закрытую пробкой колбу встряхивают на механическом встряхивателе в течение 15 мин. Затем вытяжку центрифугируют в течение 10 мин при частоте вращения 6000 мин⁻¹. Прозрачный центрифугат в количестве 5 см³ пипеткой переносят в мерную колбу на 50 см³ и содержимое колбы доводят до метки сульфосалициловой кислотой.

Получение правильных результатов при нефелометрическом методе анализа в значительной мере зависит от методики получения суспензии, в частности от порядка и скорости смешивания растворов. Поэтому после добавления сульфосалициловой кислоты колбу быстро переворачивают 2-3 раза (не более), раствор наливают в кювету с толщиной слоя 5 мм и измеряют величину оптической плотности раствора при длине волны 550 нм. Замеры следует проводить сразу после добавления кислоты, так как частицы белка быстро агрегируют.

Количество белка определяют по калибровочной кривой, построенной для этого метода и представляющей зависимость между массой белка в навеске (мг) и оптической плотностью раствора. Построение калибровочной кривой ведут аналогично описанному выше.

Запись в лабораторном журнале проводят точно так же, как в биуретовом методе. По полученным данным делают заключение о содержании белка в муке.

Требования к отчету по лабораторной работе. Лабораторные записи необходимо вести аккуратно, поэтапно, в соответствии с порядком выполнения лабораторной работы. Заносить тему, цель, материалы и оборудование, необходимые в лабораторной работе, основные этапы проведения опытов и результаты в виде тезисов, либо в табличном или графическом виде, а также с необходимыми рисунками.

Контрольные вопросы:

1. Перечислите основные методы определения белка в пищевых продуктах?
2. На чем основан метод Кьельдаля?
3. По какой формуле вычисляют количество белка X (в г.)?
4. Что такое биуретовая реакция определения белков?
5. Как проводится нефелометрический метод определения белков?

Тема 6. Методы определения содержания жира.

Лабораторная работа № 3

Изучение методов определения содержания жира в сырье и говяжьей продукции.

Определение содержания жира в жиросмере.

Приборы и реактивы: колба вместимостью 100 мл; жиросмер с резиновой пробкой; водяная баня; дистиллированная вода; 2%-ный раствор гидроксида натрия; этанол технический; изоамиловый спирт.

Методика анализа.

1. Разводят продукт: 10 мл продукта вносят в колбу, добавляют 30 мл дистиллированной воды (17-20°C) и тщательно перемешивают в течение 2-3 мин.
2. Готовят спиртовую смесь: к девяти объемным частям изоамилового спирта добавляют 91 объемную часть этанола.
3. Определяют содержание жира: наливают в жиросмер 16 мл 2%-ного раствора гидроксида натрия, 6 мл продукта и 6 мл спиртовой смеси, закрывают резиновой пробкой, завертывают в полотенце, встряхивают и ставят на 10-12 мин на водяную баню температурой 55-60°C.
4. Во время нагревания жиросмер несколько раз встряхивают, по истечении 10-12 мин нагревания жиросмер вынимают и центрифугируют 4-5 мин при 17 с⁻¹.
5. После центрифугирования жиросмер вновь помещают на водяную баню температурой 55-60°C на 3 мин пробкой вниз (уровень воды в бане должен быть несколько выше слоя жира в жиросмере).
Содержание жира рассчитывают по формуле:

$$x = 0,01133a \cdot 100 / m_0,$$

где:

x - содержание жира, %;

0,01133 - количество жира, соответствующее одному малому делению жиросмера, г;

a - высота столбика жира по шкале жиросмера;

m_0 - масса навески, г.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более $\pm 0,5\%$.

Определение содержания жира экстракцией смесью хлороформа с этанолом.

Приборы и реактивы: мерная колба вместимостью 50 мл; делительная воронка; стеклянный фильтр; водяная баня; сушильный шкаф; эксикатор; этанол технический; хлороформ технический.

Методика анализа.

1. 2 г замороженного продукта (взвешенного с точностью до 0,0001 г) вносят в фильтрующую делительную воронку на стеклянный фильтр, приливают в воронку 10 мл смеси хлороформа с этанолом (соотношение

- 2:1), закрывают притертой пробкой и встряхивают вручную в течение 1 мин.
2. Экстрагирующую смесь с помощью водоструйного насоса отсасывают в приемник.
 3. Экстракцию проводят три раза, экстракты сливают из приемника в мерную колбу вместимостью 50 мл, туда же сливают экстрагирующую смесь после ополаскивания воронки и приемника.
 4. Доводят объем мерной колбы до метки экстрагирующей смесью и перемешивают.
 5. 20 мл экстракта вносят в предварительно взвешенную бюксу и выпаривают на водяной бане.
 6. Затем бюксу с содержимым высушивают 20-25 мин в сушильном шкафу при 105°C, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.
- Содержание жира рассчитывают по формуле:

$$x = mV_1 \cdot 100 / (m_0 V),$$

где:

x - содержание жира, % ;

m - масса жира, г;

V_1 - общий объем экстракта, мл;

m_0 - масса навески, г;

V - объем экстракта, взятый для выпаривания, мл.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более $\pm 0,5\%$.

Тема 7. Методы определения содержания углеводов, спирта.

Лабораторная работа № 4

Качественное и количественное определение содержания крахмала в продовольственных продуктах.

Цель работы: Изучить методы качественного определения моносахаридов и полисахаридов.

Теоретическое обоснование работы:

Свойства моносахаридов восстанавливать металлы обусловлено наличием в их структуре карбонильной группы, которая очень легко вступает в окислительно-восстановительные процессы. Особенно легко восстанавливаются такие металлы как серебро, медь, железо, висмут. Поэтому эти свойства были взяты в основу методов качественного определения моносахаридов.

Определение содержания хлеба в котлетах.

Хлеб в котлетах составляет 18-20% их массы и содержание его контролируют по количеству крахмала, которое можно определить йодометрическим, колориметрическим и цианидным методами.

Определение содержания хлеба в котлетах йодометрическим методом (арбитражный). Основа метода - гидролиз крахмала с последующим восстановлением двухвалентной меди образующимися при гидролизе редуцирующими сахарами (количество невосстановленной меди определяют йодометрическим методом в кислой среде).

Приборы и реактивы: фарфоровая чашка или химический стакан; стеклянная палочка; конические колбы вместимостью 100, 250 мл; мерные колбы вместимостью 100, 250 мл; бумажный фильтр; обратный холодильник; жидкость Фелинга (смешивают равные объемы раствора 1 (69,6 г сульфата меди растворяют в воде и доводят объем раствора до 1 л) и раствора 2 (346 г виннокислого калия-натрия и 100 г гидроксида натрия растворяют в воде и доводят объем раствора до 1 л)); 10%-ный раствор соляной кислоты; 15%-ный раствор гексацианоферроата калия (желтая кровяная соль); 30%-ный раствор сульфата цинка; 25%-ный раствор серной кислоты, 0,1 М раствор тиосульфата натрия; 1%-ный раствор крахмала; 1%-ный раствор метилового красного.

Методика анализа.

- I. Проводят гидролиз крахмала:
 1. Измельченную навеску массой 5 г (взвешенную с точностью до 0,01 г) вносят в фарфоровую чашку или химический стакан, приливают 10 мл дистиллированной воды и размешивают стеклянной палочкой.
 2. Содержимое чашки вносят в коническую колбу вместимостью 250 мл (общее количество воды не должно превышать 40 мл), приливают 30-35 мл 10%-ного раствора соляной кислоты, присоединяют колбу к обратному холодильнику, кипятят 10 мин и охлаждают до комнатной температуры.
 3. После охлаждения нейтрализуют содержимое 15%-ным раствором гидроксида натрия или калия (индикатор метиловый красный) до появления слабо-желтой окраски.
- II. Удаляют белки:
 1. Нейтрализованный гидролизат вносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, добавляют 3 мл 15%-ного раствора гексацианоферроата калия и 3 мл 30%-ного раствора сульфата цинка (для осаждения белков).
 2. Затем доводят объем дистиллированной водой до метки, взбалтывают и после выделения осадка гидролизат фильтруют через бумажный фильтр.
- III. Определяют содержание редуцирующих сахаров в гидролизате:
 1. В мерную колбу вместимостью 100 мл вливают 30 мл жидкости Фелинга, 25 мл гидролизата, перемешивают, кипятят 2 мин и охлаждают.
 2. Затем доводят объем дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают осесть осадку оксида меди.
 3. 25 мл отстоявшейся ярко-синей жидкости переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 100-250 мл, добавляют 10 мл 30%-ного раствора йодида калия, 10 мл 25%-ного раствора серной кислоты.
 4. Выделившийся йод сразу титруют 0,1 М раствором тиосульфата натрия до слабо-желтой окраски.

5. Затем после появления слабо-желтой окраски добавляют 1 мл 1%-ного раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

Одновременно проводят контрольный опыт: в мерную колбу наливают 30 мл жидкости Фелинга, 25 мл дистиллированной воды и проводят те же операции, что и с исследуемым гидролизатом.

Содержание хлеба рассчитывают по формуле:

$$x = c \cdot 0,9 \cdot 250 \cdot 100 \cdot 100 / (m_0 V \cdot 48),$$

где:

x - содержание хлеба, %;

c - содержание глюкозы, г;

$0,9$ - коэффициент пересчета на крахмал;

m_0 - масса навески, г;

V - объем гидролизата, взятый для кипячения, мл;

48 - коэффициент пересчета на хлеб (учитывают содержание углеводов в 100 г хлеба).

Содержание глюкозы определяют по ПРИЛОЖЕНИЮ 2 в соответствии с количеством израсходованного 0,1 М раствора тиосульфата натрия.

Количество тиосульфата натрия рассчитывают по формуле:

$$x_1 = (V_1 - V_2)K / V_3,$$

где:

x_1 - количество тиосульфата натрия, мл;

V_1 - объем 0,1 М раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование контрольного опыта, мл;

V_2 - объем 0,1 М раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование испытуемого раствора, мл;

K - коэффициент пересчета на точно 0,1 М раствор тиосульфата натрия;

V_3 - объем испытуемого раствора, взятый для титрования, мл.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 0,5%.

Определение содержания хлеба в котлетах колориметрическим методом (ускоренный). Основа метода - гидролиз крахмала и последующее измерение интенсивности окраски раствора, возникающей при окислении редуцирующих сахаров щелочным раствором сульфата меди.

Приборы и реактивы: мерные колбы вместимостью 100 мл; стеклянный фильтр; дистиллированная вода; фотоэлектроколориметр; глюкоза х. ч.; жидкость Фелинга.

Построение калибровочного графика.

1. 1 г глюкозы, высушенной до постоянной массы при 70°C и взвешенной с точностью до 0,001 г, переносят количественно дистиллированной водой

в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем до метки и перемешивают (основной раствор глюкозы).

2. В три мерные колбы вместимостью 100 мл пипеткой вливают соответственно 10, 20, 30 мл основного раствора глюкозы, доводят каждую колбу до метки и перемешивают (получают растворы глюкозы соответственно 0,1%, 0,2% и 0,3%-ной концентрации).
3. Затем в три мерные колбы вместимостью 100 мл вносят по 30 мл жидкости Фелинга и по 25 мл 0,1%-ного раствора глюкозы, содержимое колб перемешивают, кипятят 2 мин и охлаждают.
4. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают, отстаивают и колориметрируют. Аналогично проводят реакцию с 0,2%-ным и 0,3%-ным растворами глюкозы, а также с дистиллированной водой.
5. Для каждого раствора по полученным данным рассчитывают среднее арифметическое значение оптической плотности и по ним строят калибровочный график: на оси абсцисс откладывают концентрацию глюкозы, на оси ординат - оптическую плотность.

Методика анализа.

1. Крахмал гидролизуют (методику см. выше).
2. После удаления белков 25 мл раствора гидролизата вносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, куда предварительно наливают 30 мл жидкости Фелинга, перемешивают, кипятят 2 мин и охлаждают.
3. Затем доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.
4. Для удаления осадка оксида меди раствор фильтруют через стеклянный фильтр № 4 и заливают в кювету фотоэлектроколориметра с расстоянием между рабочими гранями 5 мл. Интенсивность окраски измеряют при длине волны 630 нм (красный светофильтр против дистиллированной воды). Концентрацию глюкозы находят по оптической плотности на калибровочном графике (рис. 3).

Содержание хлеба рассчитывают по формуле:

$$x = a \cdot V_1 \cdot 100 \cdot 0,9 \cdot 100 / (m_0 V_2 \cdot 48),$$

где:

x - содержание хлеба, %;

a - содержание глюкозы, найденное по калибровочному графику, г;

V_1 - объем гидролизата, взятый для осаждения белков, мл;

$0,9$ - коэффициент пересчета глюкозы на крахмал;

m_0 - масса навески, г;

V_2 - объем гидролизата, взятый для кипячения, мл;

48 - коэффициент пересчета крахмала на хлеб (учитывает содержание углеводов в 100 г хлеба).

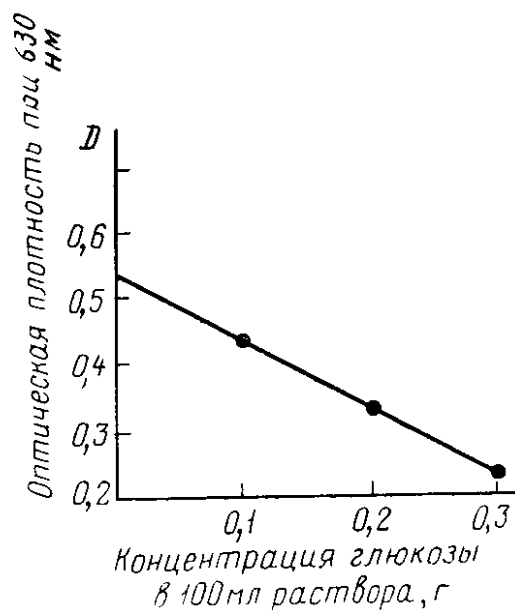
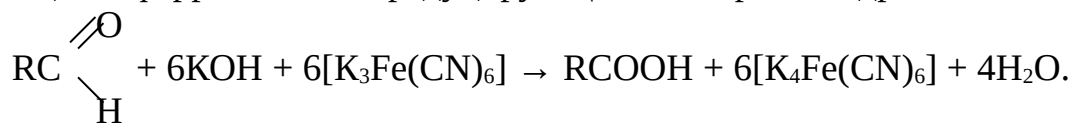


Рисунок 3. Калибровочный график определения сахара по глюкозе

Определение содержания хлеба в котлетах цианидным методом.

Основа метода - гидролиз крахмала и последующее восстановление гексацианоферриата калия редуцирующими сахарами гидролизата.



Приборы и реактивы: фарфоровая чашка или химический стакан; стеклянная палочка; конические колбы вместимостью 100, 250 мл; мерные колбы вместимостью 100, 250 мл; бумажный фильтр; обратный холодильник; 1%-ный раствор гексацианоферриата калия (10,5 г красной кровяной соли в 1 л дистиллированной воды); 0,1 М раствор тиосульфата натрия; 2,5 М и 15%-ный растворы гидроксида натрия; 10%-ный раствор соляной кислоты; йодид калия; 30%-ный раствор сульфата цинка; 1%-ный раствор метиленового голубого.

Методика анализа.

1. Осуществляют гидролиз и удаление белков (методику см. выше при описании арбитражного метода).
2. Определяют редуцирующие сахара (при этом проводят ориентировочное и окончательное титрование). Ориентировочное титрование: в коническую колбу вместимостью 100 мл приливают 10 мл титрованного 1%-ного раствора гексацианоферриата, 2,5 мл 2,5 М раствора гидроксида натрия, каплю 1%-ного раствора метиленового голубого. Затем содержимое колбы нагревают до кипения и к кипящему раствору непрерывно добавляют из бюретки (по 1 капле в 1 с) испытуемый гидролизат до исчезновения синей и появления светло-желтой окраски (наиболее точный результат получают, если на титрование кипящего раствора расходуется 5-6 мл гидролизата).

Окончательное титрование: в коническую колбу вносят 10 мл 1%-ного раствора гексацианоферриата калия, 2,5 мл 2,5 М раствора гидроксида натрия, каплю 1%-ного раствора метиленового голубого и гидролизат в объеме, меньшем на 0,2 - 0,3 мл, по сравнению с израсходованным при ориентировочном титровании. Затем содержимое нагревают до кипения и кипятят 1 мин (не допуская бурного кипения). Не прекращая кипения титруют по 1 капле гидролизатом до полного исчезновения синей окраски.

Содержание хлеба рассчитывают по формуле:

$$x = (10,06 + 0,0175V)K_1 \cdot 250 \cdot 0,9 \cdot 100 / (m_0V \cdot 10 \cdot 48),$$

где:

x - содержание хлеба, %;

10,06 и **0,0175** - поправочные коэффициенты, установленные эмпирически для 10 мл 1%-ного раствора гексацианоферриата калия;

V - объем гидролизата, израсходованный при окончательном титровании 10 мл 1%-ного раствора гексацианоферриата калия, мл;

K_1 - коэффициент пересчета на точно 1%-ный раствор гексацианоферриата калия;

0,9 - коэффициент пересчета на крахмал;

m_0 - масса навески, г;

48 - коэффициент пересчета на хлеб (учитывая содержание углеводов в 100 г хлеба).

Определение коэффициента K_1 . 50 мл 1%-ного раствора гексацианоферриата калия вносят в коническую колбу с притертой пробкой, добавляют 3 г йодида калия, 1,5 г 30%-ного сульфата цинка, смесь взбалтывают и титруют выделившийся йод 0,1 М раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала в качестве индикатора.

Коэффициент пересчета K_1 рассчитывают по формуле:

$$K_1 = 0,03202VK / 0,5,$$

где:

0,03202 - количество гексацианоферриата калия, эквивалентное 1 мл 0,1 М раствора тиосульфата натрия, г;

V - объем 0,1 М раствора тиосульфата натрия, мл;

K - коэффициент пересчета на точно 0,1 М раствор тиосульфата натрия;

0,5 - содержание гексацианоферриата калия в 50 мл 1%-ного раствора, г.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 0,5%.

Требования к отчету по лабораторной работе. По результатам анализа сделать выводы.

– **Контрольные вопросы:**

1. Основные свойства моносахаридов?
2. Какие металлы легко восстанавливаются моносахаридами?
3. С помощью какой реакции можно распознать кетозы?
4. С помощью какой реакции можно распознать гексозы?
5. С помощью какой реакции можно распознать крахмал?

Тема 8. Методы определения содержания золы, минеральных веществ и хлоридов. Методы определения кислотности.

Лабораторная работа № 5

Определение кислотности сырья и готовой продукции.

Определение кислотности является наиболее важным методом при определении качества молока, так как кислотность является основным показателем, определяющим свежесть молока (кислотность свежего молока зависит от наличия в нем белков, кислых, фосфорнокислых и лимоннокислых солей, лимонной кислоты, углекислоты). Кислотность реализуемого молока должна быть не более 21°Т (при хранении кислотность возрастает вследствие образования молочной кислоты при молочнокислом брожении).

Приборы и реактивы: технические весы; бутылка вместимостью 0,5 л с притертой пробкой; водяная баня; мерная колба на 200-250 мл; часы песочные на 2 и 10 мин; термометр; сухие конические колбы объемом 100 и 250 мл; стеклянные палочки с резиновыми наконечниками, стеклянная воронка; пипетки на 25 и 50 мл; титровальная установка; сухой складчатый фильтр; марля; вата; 0,1 н. раствор едкого натра; 1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина; 0,1%-ный спиртовой раствор тимолфталеина.

Методика анализа.

1. 10 мл молока вносят в коническую колбу вместимостью 100-150 мл, приливают 20 мл дистиллированной воды, 3 капли фенолфталеина, перемешивают и титруют 0,1 н. раствором едкого натра (едкого кали) до появления слабо-розовой окраски, соответствующей окраске контрольного образца (эталона), не исчезающей в течение 1 мин.
2. Приготавливают контрольный образец окраски (эталона): 10 мл молока вносят в коническую колбу вместимостью 100-150 мл, приливают 20 мл воды и 1 мл 2,5%-ного раствора сернокислого кобальта (2,5 г сернокислого кобальта вносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают водой до метки). Данный образец пригоден для работы в течение суток.

Кислотность молока X (в градусах Тернера) рассчитывают по формуле:

$$X = V \cdot K \cdot 10,$$

где:

V - количество 0,1 н. раствора едкого натра (едкого кали), затраченного на титрование, мл;

K - поправка к титру 0,1 н. раствора едкого натра (едкого кали);

10 - коэффициент пересчета на 100 мл молока.

Расхождение между двумя параллельными определениями не должно быть более 1°Т. За результат принимают среднее арифметическое. Продолжительность анализа - 10 мин.

Определение кислотности яичных продуктов

Кислотность яичных мороженых продуктов выражают в градусах Тернера (°Т) и число градусов соответствует количеству миллилитров 0,1 М раствора гидроксида натрия или калия, необходимому для нейтрализации 100 г яичной массы. Кислотность яичных мороженых продуктов зависит от содержания в них свободного диоксида углерода, бикарбонатов, ортофосфорной кислоты, свободных жирных кислот. На величину этого показателя может оказать существенное влияние повышенное содержание молочной кислоты за счет развития микробиологических процессов. Количественное соотношение кислот и оснований зависит от исходных свойств яичной массы, а также условий и режимных параметров процесса пастеризации и последующей холодильной обработки.

Основа метода - нейтрализация свободных кислот, содержащихся в размороженной пробе яичной массы, гидроксидом натрия или калия.

Приборы и реактивы: мерная колба вместимостью 250 мл; дистиллированная вода; 0,01 М раствор гидроксида натрия; 0,01 М раствор гидроксида калия; 2%-ный раствор фенолфталеина.

Методика анализа.

1. Навеску массой 20 г вносят в мерную колбу вместимостью 250 мл, доводят объем до метки дистиллированной водой и взбалтывают.

2. К 20 мл полученной эмульсии добавляют 20 мл дистиллированной воды, 10 капель спиртового 2%-ного раствора фенолфталеина и титруют 0,01 М раствором гидроксида натрия или калия до слабого розовато-оранжевого окрашивания.

Кислотность рассчитывают по формуле:

$$x = V_1 K \cdot 250 \cdot 100 / (m_0 \cdot 10V_2),$$

где: *x* - кислотность, °Т;

V₁ - объем 0,01 М раствора гидроксида натрия или калия, пошедший на титрование, мл;

K - коэффициент пересчета на точно 0,01 М раствор гидроксида натрия или калия;

m₀ - масса навески, г;

10 - коэффициент для перевода 0,01 М раствора в 0,1 М;

V₂ - объем эмульсии, взятый для титрования, мл.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более ±0,3°Т.

Тема 9. Методы определения содержания золы, минеральных примесей и хлоридов.

Лабораторная работа № 6

Определение содержания соли в пищевых продуктах.

Определение содержания хлорида натрия методом Мора.

Определение содержания хлорида натрия осуществляют методом Мора.

Приборы и реактивы: мерная колба вместимостью 150-200 мл; бумажный фильтр; дистиллированная вода; 0,05 М раствор нитрита серебра; 5%-ный раствор хромата калия.

Методика анализа.

Измельченную навеску фарша массой 5 г (взвешенную с точностью до 0,01 г) вносят в мерную колбу вместимостью 150-200 мл, приливают 100 мл воды и оставляют на 40 мин. По истечении 40 мин настаивания водную вытяжку фильтруют и 5-10 мл фильтрата титруют раствором нитрита серебра в присутствии 0,5 мл раствора хромата калия до появления оранжевого окрашивания. Содержание хлорида натрия рассчитывают по формуле:

$$x = 0,0029V_1K \cdot 100 \cdot 100 / (m_0V),$$

где:

x - содержание хлорида натрия, %;

0,0029 - количество хлорида натрия, эквивалентное 1 мл 0,05 М раствора нитрита серебра, г;

V_1 - объем 0,05 М раствора нитрита серебра, израсходованный на титрование испытуемого раствора, мл;

K - коэффициент пересчета на точно 0,05 М раствор нитрита серебра;

m_0 - масса навески, г;

V - объем вытяжки, взятый для титрования, мл.

Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 0,01 %.

Рекомендуемая литература

Основная

1. Ловачева Г.Н., Мглинец А.И., Успенская Н.Р. Стандартизация и контроль качества продукции. – М.: 1990. -239 с.
2. Борисова Е.А. Технохимический контроль на предприятиях общественного питания.
3. Основы стандартизации и контроль качества продукции общественного питания/ Бутенко Л.А., Бабиченко Л.В., Здобнов А.И., Сорочинская Е.Н. – К.: 1986. – 253 с.
4. Методы анализа пищевых продуктов. Под ред. Клячко Ю.А., Беленький С.М. – А.: Наука, 1988 – 270 с.

5. Безопасность пищевой продукции /Донченко Л.В., Надька В.Д. – М.: Пищпромиздат, 2001. – 528 с.
6. Антипова Л.В., Глотова И.А., Рогов И.А. Методы исследования мяса и мясных продуктов. - М.: "Колос", 2001;
7. Гавриленко А.Г. Аналитическая химия. Физико-химические методы анализа. - Алматы, Министерство образования РК, 1997;
8. Коробкина З.В., Страхова С.А. Товароведение и экспертиза вкусовых товаров. - М.: "КолосС", 2003;
9. Крусь Г.Н., Шалыгина А.М., Волокитина З.В. Методы исследования молока и молочных продуктов. - М.: "КолосС", 2002;
10. Лурье И.С., Скокан Л.Е., Цитович А.П. Технохимический и микробиологический контроль в кондитерском производстве. Справочник. - М.: "КолосС", 2003;
11. Лурье И.С., Шаров А.И. Технохимический контроль сырья в кондитерском производстве. Справочник. - М.: "Колос", 2001;
12. Пепелев А.Ф., Печенежская И.А., Кожухова О.И., Туров А.С. Товароведение и экспертиза зерно-мучных и плодоовощных товаров. - Ростов-на-Дону: "Феникс", 2002;
13. Солдатов А.П., Табакова Л.П., Табаков Г.П. Практикум по технологии производства молока и говядины. - М.: "Колос", 1999;
14. Чепурной И.П. Идентификация и фальсификация продовольственных товаров. - М.: Издательско-торговая корпорация "Дашков и К°", 2002;
15. Шепелев А.Ф., Кожухова О.И. Товароведение и экспертиза молока и молочных продуктов. - Ростов-на-Дону: Издательский центр "МарТ", 2001;
16. Щербakov В.Г., Лобанов В.Г. Биохимия и товароведение масличного сырья. - М.: "КолосС", 2003;
17. Экспертиза пищевых продуктов. - М.: "Издательство ПРИОР", 2002.

Дополнительная:

- Авдусь П.Б., Сапожникова А.С. Определение качества зерна, муки и крупы. - М.: Издательство "Колос", 1967;
- Гельфанд С.Ю., Дьяконова Э.В., Медведева Т.Н. Справочник работника лаборатории консервного завода. - М.: "Агропромиздат", 1990;
- Зверева Л.Ф., Немцова З.С., Волкова Н.П. Технология и технохимический контроль хлебопекарного производства. - М.: "Легкая и пищевая промышленность", 1983;
- Карушева Н.В., Лурье И.С. Технохимический контроль кондитерского производства. - М.: ВО "Агропромиздат", 1990;
- Максимец В.П. Контроль качества напитков. - М.: "Экономика", 1988;
- Муравицкая Л.В. Технохимический контроль пивоваренного и безалкогольного производств и основы управления качеством продукции. - М.: "Агропромиздат", 1987;

- Николаева М.А. Контроль качества плодов и овощей в торговле. - М: "Экономика", 1978;
- Состав и свойства молока как сырья для молочной промышленности: Справочник под ред. к.т.н. Я.И. Костина. - М.: "Агропромиздат", 1986;
- Справочник для работников лабораторий пищекокцентратного и овощесушильного производств. Под ред. к.т.н. В.Н. Гуляева, Т.Ж. Алимовой. - М.: "Агропромиздат", 1986;
- Ступин А.С., Семин О.А. Стандартизация и качество продовольственных товаров. - М.: "Экономика", 1983.