

**Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«КАЛИНИНГРАДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Н. Ю. Ключко

МЕТОДЫ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

**Учебно-методическое пособие по лабораторным работам
для студентов бакалавриата по направлению
подготовки 19.03.01 «Биотехнология»
(профиль подготовки «Пищевая биотехнология»)**

**Калининград
Издательство ФГБОУ ВО «КГТУ»
2017**

РЕЦЕНЗЕНТ

доктор технических наук, профессор, заведующая кафедрой пищевой биотехнологии
ФГБОУ ВО «Калининградский государственный технический университет»
О. Я. Мезенова

Ключко, Н. Ю.

Методы научных исследований. Учебно-методическое пособие / Н. Ю. Ключко. – Калининград: Изд-во ФГБОУ ВО «Калининградский государственный технический университет», 2017 г. – 85 с.

Учебно-методическое пособие предназначено для выполнения лабораторных работ по методам исследования качества пищевой продукции, биологически активных веществ и добавок. Работы включают задания и методологию анализа органолептических, физических, физико-химических и биохимических методов определения показателей пищевой ценности, а также качества сырья и готовой продукции: влаги и сухих веществ, белковых и небелковых веществ, липидов, минеральных веществ, витаминов и др.

Учебно-методическое пособие может быть использовано студентами высших учебных заведений, обучающимися по образовательным программам в области пищевых технологий.

Рис. 6, табл. 41, список лит. – 10 наименований.

Учебно-методическое пособие рассмотрено и одобрено кафедрой пищевой биотехнологии ФГБОУ ВО «Калининградский государственный технический университет» 6 октября 2017 г., протокол № 2

Учебно-методическое пособие рекомендовано к изданию учебно-методической комиссией механико-технологического факультета ФГБОУ ВО «Калининградский государственный технический университет» 15 ноября 2018 г., протокол № 2

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	4
Лабораторная работа № 1. Методы организации лабораторного контроля. Общие принципы анализа и подготовки проб	6
Лабораторная работа № 2. Методы определения массовой доли влаги, сухих веществ и плотности пищевых продуктов	17
Лабораторная работа № 3. Методы органолептического анализа	27
Лабораторная работа № 4. Методы определения активной, общей кислотности, щелочности пищевых продуктов. Методы определения органических кислот, минеральных веществ	39
Лабораторная работа № 5. Методы определения белковых и небелковых веществ в пищевых продуктах	50
Лабораторная работа № 6. Методы определения массовой доли жира в пищевых продуктах и его качественных показателей	59
Лабораторная работа № 7. Методы определения углеводов в продуктах питания	69
Лабораторная работа № 8. Оптические методы исследования пищевых продуктов	77
Список используемой литературы	80
ПРИЛОЖЕНИЯ	81
Приложение 1. Таблица приведения плотности коровьего молока к температуре 20 °С	81
Приложение 2. Таблица приведения плотности обезжиренного молока к температуре 20 °С	82
Приложение 3. Таблица поправок для определения фактической плотности коровьего молока в диапазоне температур 10-15 °С	83
Приложение 4. Таблица поправок для определения фактической плотности обезжиренного молока в диапазоне температур 10-15 °С	84

ВВЕДЕНИЕ

Настоящее учебно-методическое пособие предназначено для студентов-бакалавров, обучающихся по направлению подготовки 19.03.01 «Биотехнология», выполняющих лабораторные работы по дисциплине «Методы научных исследований», которая входит в вариативную часть образовательной программы бакалавриата. Знания, приобретенные по данной дисциплине, являются базовыми при подготовке биотехнологов, ориентированных на профессиональную деятельность в пищевой промышленности.

В результате освоения знаний по представленному разделу дисциплины обучающийся должен:

знать:

- теоретические основы организации научно-исследовательской деятельности;

уметь:

- анализировать тенденции современной науки, определять перспективные направления научных исследований;

- использовать экспериментальные и теоретические методы исследования в профессиональной деятельности;

владеть:

- современными методами научного исследования в предметной сфере;

- навыками совершенствования и развития своего научного потенциала.

Представленные лабораторные работы являются важной частью дисциплины «Методы научных исследований». Их выполнение позволит обучающимся приобрести необходимые знания и навыки для практической деятельности при оценке качества продуктов питания, биологически активных веществ и добавок, оценке их безопасности и пищевой ценности.

Результатами освоения дисциплины «Методы научных исследований» должны быть следующие этапы формирования у обучающегося профессиональных (ПК) компетенций, предусмотренных ФГОС ВО, а именно:

- по ПК-8 - способность работать с научно-технической информацией, использовать российский и зарубежный опыт в профессиональной деятельности:

ПК-8.2 - способность использовать научно-техническую информацию, российский и международный опыт для проведения научных исследований в области пищевой биотехнологии;

- по ПК-9 - владение основными методами и приемами проведения экспериментальных исследований в своей профессиональной области; способность проводить стандартные и сертификационные испытания сырья, готовой продукции и технологических процессов;

ПК-9.1 - способность использовать основные методы и приемы проведения экспериментальных исследований в своей профессиональной области;

- по ПК-10 - владение планированием эксперимента, обработки и представления полученных результатов;

ПК-10.1 - способность использовать планирование эксперимента, обработки и представления полученных результатов в научных исследованиях в области профессиональной деятельности;

- по ПК-11 - готовность использовать современные информационные технологии в своей профессиональной области, в том числе базы данных и пакеты прикладных программ;

ПК-11.2 - способность использовать современные информационные технологии и вычислительную технику для научных исследований в профессиональной области пищевой биотехнологии.

Результаты выполнения лабораторных работ заносятся студентами в рабочую тетрадь. Преподаватель проверяет усвоение студентами теоретического материала, знание методов анализа, оценивает уровень оформления работы и при его соответствии подписывает рабочую тетрадь. Лабораторные работы должны выполняться с соблюдением требований техники безопасности при работе в химической лаборатории.

Автор выражает глубокую благодарность за помощь в подготовке данного учебно-методического пособия ведущему инженеру кафедры пищевой биотехнологии ***Виктории Викторовне Липовской.***

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

МЕТОДЫ ОРГАНИЗАЦИИ ЛАБОРАТОРНОГО КОНТРОЛЯ.

ОБЩИЕ ПРИНЦИПЫ АНАЛИЗА И ПОДГОТОВКИ ПРОБ

Цель работы: формирование умений и навыков по калибровке посуды, правилам приемки, методам отбора и подготовки проб пищевых продуктов к исследованиям, статистической обработке количественных данных.

Задание по лабораторной работе:

1. Произвести проверку калибровки мерной пипетки, рассчитать поправку на ее объем, выявить грубые ошибки определения (промахи), выполнить статистическую обработку результатов калибровки.
2. Изучить принципы анализа пищевого сырья (на примере рыбных консервов), освоить методы отбора проб и их подготовку для анализа.

1.1. КАЛИБРОВКА МЕРНОЙ ПИПЕТКИ

Емкость мерных колб и пипеток, указанная на фабричной маркировке, не всегда точно совпадает с истинной емкостью. Важнейшая подготовительная операция в объемном анализе - калибровка мерной посуды. Калибровка мерной пипетки производится путем взвешивания в бюксе объема дистиллированной воды, отобранного калибруемой мерной пипеткой, расчета среднего значения объема пипетки (с учетом температуры калибровки) и введения поправки на ее объем.

Посуда и принадлежности: мерная пипетка, 5 мл; термометр спиртовой, 50°; резиновая груша; 5 шт. бюкс; аналитические весы.

Ход работы:

Температура воздуха в лаборатории _____ °С

Температура дистиллированной воды в лаборатории (измерить термометром), °С _____

Плотность дистиллированной воды (см. табл. 1.1) ρ , г/мл _____

Таблица 1.1 - Плотность воды в интервале температур 10÷30°С

t, °С	ρ , г/мл	t, °С	ρ , г/мл	t, °С	ρ , г/мл
10	0,99973	19	0,99843	24	0,99732
15	0,99913	20	0,99823	25	0,99707
16	0,99897	21	0,99802	26	0,99681
17	0,99880	22	0,99780	27	0,99654
18	0,99862	23	0,99756	28	0,99626

Взвешивание проводить на аналитических весах с точностью до 0,0001 г.

Тщательно вымыть калибруемую мерную пипетку на 5 мл и пять бюкс, при необходимости использовать хромовую смесь. Если в чисто вымытую посуду налить воду, а затем вылить ее, то вода будет стекать по внутренним стенкам посуды ровным монослоем, не образуя ни ручейков, ни капелек. Бюксу высушить и определить её аналитическую массу. Наполнить дистиллированной водой до риски калибруемую пипетку, вылить аликвоту во взвешенную чистую сухую бюксу, точно выполняя правила обращения с пипеткой (установка уровня жидкости на «0» по нижнему мениску, мениск – на уровне глаз, аликвоту из пипетки выливать, а не выдувать и пр.). Взвесить бюксу с точностью до 0,0001 г. Повторить операцию пять раз, используя пять разных бюкс (или одну и ту же бюксу, высушивая её перед каждым отбором в неё аликвоты). Температура взвешиваемой бюксы должна соответствовать температуре в лаборатории.

Результаты определений внести в табл. 1.2:

Таблица 1.2 - Результаты

Номер измерения	Масса пустой бюксы, г, m_1	Масса бюксы с аликвотой, г, m_2	Масса воды в бюксе $m=m_2-m_1$	Объем воды (до 0,01 мл): $V = \frac{m}{\rho}$
1				
2				
3				
4				
5				
				$V_{\text{среднее}} =$

Рассчитать поправку вместимости ΔV (мл). Для этого необходимо определить наличие грубых промахов, предварительно заполнив табл. 1.3.

Таблица 1.3 – Расчеты для определения грубых промахов

i	V_i	$V_i - V_{\text{cp}}$	$(V_i - V_{\text{cp}})^2$
1			
2			
3			
4			
5			

Грубые ошибки отсеивают по критерию Стьюдента t_p (расчетному) путем сравнения его с табличным значением t_m .

Если $t_p > t_m$, то результат измерения отбраковывают как грубый промах.

Если $t_p < t_m$, то результат считают пригодным.

Определение расчетного критерия Стьюдента t_p осуществляют по формуле

$$t_p = \frac{|V_i - V_{cp}|_{max}}{S},$$

где $|V_i - V_{cp}|_{max}$ - максимальная разница по модулю между сомнительным результатом V_i и средним арифметическим значением измеряемой величины V_{cp} ;

S – ошибка опыта.

Ошибка опыта S :

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - V_{cp})^2}{n - 1}},$$

где i – номер опыта;

V_i – конкретное значение измеряемой величины в i -м опыте;

n – количество параллельных опытов;

V_{cp} - среднее арифметическое значение величины в n параллельных опытах.

Табличное значение критерия Стьюдента t_m берется из статистических таблиц в зависимости от числа степеней свободы f и уровней значимости α (или надежности опыта $P = 100 - \alpha$). В технологических измерениях принимают, как правило, $\alpha = 5\%$ ($P = 95\%$). Число степеней свободы f определяется:

$$f = n - 1.$$

Фрагмент статистической таблицы приведен в табл. 1.4.

Таблица 1.4 - Значение критерия Стьюдента t_m при 5%-ном уровне значимости

f	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
t_m	12,71	4,30	3,18	2,78	2,57	2,45	2,37	2,30	2,26	2,23	2,20	2,18

После отсеивания грубых промахов (или при установлении их отсутствия) определяют доверительный интервал истинного значения измеряемой величины V_{cp} :

$$\Delta V = \frac{t_p \cdot S}{\sqrt{n}},$$

где t_p – расчетное значение критерия Стьюдента, определяемое после отбраковки грубых промахов;

S – ошибка опыта после отбраковки грубых промахов;

n – количество измерений без учета опыта, в котором обнаружен грубый промах.

После отбраковки грубых промахов записывают истинное значение измеряемой величины:

$$V_{cp} \pm \Delta V.$$

1.2. ПОДГОТОВКА ПРОБ

Пищевую продукцию принимают партиями. *Партией* считают определенное количество продукции одного наименования, одного вида обработки, одной или нескольких дат изготовления, одного изготовителя, сопровождаемой одним документом, оформленным в соответствии с требованиями, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

При приемке продукции из разных мест партии методом случайного отбора составляют выборку неповрежденных единиц транспортной тары нескольких дат изготовления.

Транспортная тара - тара, предназначенная для упаковывания, хранения и транспортирования продукции, образующая самостоятельную транспортную единицу.

Потребительская тара - тара, предназначенная для упаковывания и доставки продукции потребителю.

Объем выборки в зависимости от объема партии указан в табл. 1.5.

Таблица 1.5 - Объем выборки в зависимости от объема партии, шт.

Объем партии (число транспортной тары с продукцией)	Объем выборки (число отбираемой транспортной тары с продукцией)
От 2 до 150 включительно	2
От 151 до 280 включительно	3
От 281 до 500 включительно	4
От 501 до 1200 включительно	5
От 1201 до 3200 включительно	7
От 3201 до 10000 включительно	10
От 10001 до 35000 включительно	15
Св. 35001	20

Продукцию принимают по числу единиц тары и массе нетто, указанной на маркировке. Для проверки массы нетто из разных мест партии отбирают неповрежденную полновесную транспортную тару с продукцией. Массу нетто определяют взвешиванием продукции, выложенной из тары. Результат взвешивания распространяют на всю партию. При обнаружении в партии единиц не-

полновесной, в том числе поврежденной, транспортной или потребительской тары с продукцией проводят сплошную проверку её массы нетто, отдельно от полновесной. В этом случае при установлении общей массы нетто партии результаты взвешивания учитывают отдельно.

Для проверки массы нетто продукции в единице потребительской тары из разных мест выборки отбирают три единицы неповрежденной потребительской тары с продукцией. Массу нетто определяют поштучным взвешиванием продукции в единице потребительской тары с последующим вычитанием фактической массы потребительской тары (ведро, контейнер, пакет, коробка, банка с крышкой, резиновым кольцом или пергаментным кружком и др., предварительно очищенные от продукта, при необходимости чисто вымытые и высушенные).

При разногласиях в приемке продукции, упакованной в потребительскую тару, из разных мест выборки отбирают и взвешивают поштучно не менее десяти единиц неповрежденной потребительской тары с продукцией, но не более 0,03% их общего числа в партии.

Устанавливаются отклонения массы нетто по различным видам продукции в единице потребительской тары: отрицательные – по ГОСТ 8.579; положительные – по нормативным и техническим документам.

Рыбными консервами называется продукт из рыбного сырья в герметично укупоренной таре, подвергнутый стерилизации или пастеризации и пригодный для длительного хранения.

Групповой ассортимент включает: консервы из рыбы натуральные, консервы-супы, консервы в соусе и заливке, консервы-фарши, консервы-пудинги, консервы-паштеты, консервы-суфле, консервы с растительными гарнирами.

Задание 1. Определить качество упаковки и маркировки в соответствии с ГОСТ Р 51074-2003 «Информация для потребителя».

На этикетке консервов из рыбы и морепродуктов, изготовленных в Российской Федерации, должна содержаться следующая информация:

- наименование продукта;
- наименование и местонахождение изготовителя [его юридический адрес, включая страну; при несовпадении с юридическим адресом — адрес(а) производств(а)] и организации РФ, уполномоченной изготовителем на принятие претензий от потребителей на ее территории. Допускается не наносить наименование изготовителя при указании организации, в систему которой входит изготовитель;
- товарный знак изготовителя (при наличии);
- сорт (при наличии сортов);
- масса нетто;
- дата изготовления и срок годности (указываются на крышке или донышке);
- обозначение документа, в соответствии с которым изготовлен и может быть идентифицирован продукт;

- пищевая ценность (содержание витаминов указывают для консервов и пресервов и рыбопродуктов с содержанием витаминов В₁ и В₂ более 0,1 мг и РР более 2 мг на 100 г продукта);
- способ употребления (при необходимости);
- состав продукта;
- информация о подтверждении соответствия.

На дне или крышке нелитографированных жестяных и алюминиевых банок с рыбными консервами и пресервами наносят *знаки условных обозначений* в три ряда на площади, ограниченной первым бомбажным кольцом (или кольцом жесткости).

Первый ряд: дата изготовления продукта (число, месяц, год); число месяца - две цифры (до цифры 9 включительно впереди ставят ноль); месяц - две цифры (до цифры 9 включительно впереди ставят ноль); год - две последние цифры.

Второй ряд: ассортиментный знак - от одного до трех знаков (цифры или буквы, кроме буквы «Р»); номер предприятия-изготовителя - от одного до трех знаков (цифры и буквы). При обозначении ассортиментного знака и номера предприятия-изготовителя одним или двумя знаками перед ними оставляют пропуск, соответственно, в два или один знак.

Третий ряд: номер смены - одна цифра; индекс рыбной промышленности - буква «Р».

Пример маркировки: консервы с ассортиментным знаком 137, выработанные предприятием-изготовителем номер 157 в первую смену 5 октября 2017 года.

051017

C28157

1Р

На этикетке наносят надпись «Дата изготовления указана на крышке в первом ряду», а для литографированных банок с указанием на крышке только даты изготовления – надпись «Дата изготовления указана на крышке». На крышки литографированных банок наносят только реквизиты, отсутствующие на литографии, а дату изготовления указывают в первом ряду.

Изготовители с односменным режимом работы не указывают номер смены, а знаки условных обозначений наносят на крышку банки в два ряда.

Первый ряд: дата изготовления (число, месяц, год).

Второй ряд: индекс рыбной промышленности – буква «Р» (на литографированных банках не наносят); ассортиментный знак – от одного до трех знаков (цифры или буквы, кроме буквы «Р»); номер предприятия-изготовителя – до трех знаков (цифры и буквы).

Изготовители, производство которых оснащено импортным оборудованием, могут наносить знаки условных обозначений в три и два ряда.

Информация в три ряда.

Первый ряд: число – две цифры (до цифры 9 включительно впереди ставят нуль); месяц - буквой, исключая букву «З»; год – одной последней цифрой года.

Второй ряд: номер смены – одна цифра; ассортиментный знак – три цифры.

Третий ряд: индекс рыбной промышленности – буква «Р»; номер завода – три знака.

Информация в два ряда.

Первый ряд: индекс рыбной промышленности – буква «Р» (на литографированных банках не наносят); дата изготовления – число, месяц, год.

Второй ряд: номер смены – одна цифра (изготовители с односменным режимом работы не наносят); ассортиментный знак – от одного до трех знаков (цифры или буквы, кроме буквы «Р»); номер предприятия-изготовителя – до трех знаков (цифры и буквы).

Сделать заключение о соответствии упаковки и маркировки представленного образца (ГОСТ Р 51074-2003 «Информация для потребителя»).

Задание 2. Ознакомиться с технической документацией и заполнить таблицу на рыбные консервы. Данные занести в табл. 1.6.

Таблица 1.6 – Ассортимент рыбных консервов

Наименование товарной группы	Номер ГОСТа	Масса нетто продукта	Массовая доля составных частей
Консервы рыбные в томатном соусе	16978-99		
Шпроты в масле	280-85		
Консервы рыбные натуральные с добавлением масла	13865-2000		

Определение массы нетто продукта

Сущность метода заключается в определении массы продукта (нетто) по разности между массой продукта в банке (брутто) и массой пустой банки для каждой банки в отдельности.

Аппаратура. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-80 с пределами взвешивания, соответствующими определяемой массе. Посуда лабораторная фарфоровая по ГОСТ 9147-80 или другая посуда. Шпатели или пинцеты лабораторные (или ножи, вилки, ложки столовые).

Подготовка к испытаниям. Банки с продуктом, предназначенные для испытания, очищают, снимают этикетки и при необходимости моют теплой водой, подсушивают или тщательно вытирают.

Проведение испытания. Подготовленные к испытаниям банки с продуктом взвешивают, вскрывают, и содержимое переносят в чистый сосуд. Освобо-

дившиеся банки моют, высушивают и взвешивают. Если внутри банки использовалась пергаментная бумага, то ее очищают от продукта, подсушивают и взвешивают вместе с банкой. Взвешивание проводят с погрешностью в граммах, не более:

- ±0,1 - при определении массы до 100 г включительно;
- ±0,5 - при определении массы св. 100 до 500 г;
- ±1,0 - при определении массы св. 500 до 1000 г;
- ±2,0 - при определении массы св. 1000 до 2000 г;
- ±10 - при определении массы св. 2000 до 5000 г включительно;
- ±20 - при определении массы св. 5000 г.

Взвешивание пустых банок и банок с продуктом проводят на одних и тех же весах при температуре окружающей среды (20 ± 5)°С.

Обработка результатов

Фактическую массу нетто (m) в граммах вычисляют по формуле

$$m = m_2 - m_1,$$

где m_1 - масса банки без продукта, г;

m_2 - масса банки с продуктом, г.

Отклонение массы нетто продукта от значения, указанного на этикетке (Δm) в процентах, вычисляют по формуле

$$\Delta m = \frac{(m_2 - m_1) - m_0}{m_0} \times 100,$$

где m_0 - масса нетто продукта, указанная на этикетке, г;

m_1 - масса банки без продукта, г;

m_2 - масса банки с продуктом, г.

Определение массовой доли составных частей

Сущность метода заключается в разделении содержимого консервов или пресервов на составные части и определении их массы.

Аппаратура. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-80 с пределами

взвешивания, соответствующими определяемой массе. Посуда лабораторная фарфоровая по ГОСТ 9147-80 или другая посуда. Шпатели или пинцеты лабораторные (или ножи, вилки, ложки столовые). Шкаф сушильный или термостат лабораторные. Термометр с ценой деления шкалы 1°С. Электроплитка бытовая. Баня водяная.

Подготовка к испытаниям проводится аналогично таковой при определении массы нетто продукта. Кроме того, перед определением массовой доли составных частей консервов с различными соусами и желирующими заливками взвешенные банки с консервами подогревают до температуры содержимого 35-40°С в сушильном шкафу, термостате или на водяной бане. Консервы с добавлением животного жира подогревают до температуры 60-70°С.

Перед подогреванием в сушильном шкафу в крышках банок делают проколы, в отверстие одной из банок, одновременно поставленных в шкаф, вставляют термометр. Подогрев консервов в термостате при температуре 37-40°C проводят не менее 10 ч. При подогревании на водяной бане консервов в стеклянной таре уровень воды должен быть ниже уровня крышки на 2 см.

Проведение испытания. Массовую долю составных частей определяют в отдельности для каждой банки консервов не ранее чем через 10 дней после их изготовления. Массу нетто и массовую долю составных частей определяют в одной и той же банке.

Подготовленные к испытаниям банки с консервами взвешивают, затем вскрывают на 2/3 или 3/4 окружности, слегка отогнув крышку, устанавливают наклонно в чистый сосуд и осторожно сливают жидкую часть консервов в течение 15 мин, причем каждые 5 мин банку несколько раз осторожно поворачивают. Банки с консервами без жидкой части взвешивают, затем банку освобождают от содержимого, моют, высушивают и взвешивают. В рыборастворительных консервах основной продукт и гарнир разделяют пинцетом или шпателем и отдельно взвешивают.

Массу составных частей (кроме жидкой) определяют по разности взвешенных масс посуды с рыбой, с добавками, с гарниром и посуды. Взвешивание проводят с погрешностью, указанной выше.

Обработка результатов

Массовую долю рыбы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_3}{m} \cdot 100,$$

где m - фактическая масса нетто консервов, пресервов, г;

m_3 - масса рыбы, г.

Массовую долю гарнира или добавок (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_4}{m} \cdot 100,$$

где m - фактическая масса нетто, г;

m_4 - масса гарнира или добавок, г.

Массовую долю жидкой части (соуса, заливок) (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m - (m_3 + m_4)}{m} \cdot 100,$$

где m - фактическая масса нетто, г;

m_3 - масса рыбы, г;

m_4 - масса гарнира или добавок, г.

Вычисление проводят до первого десятичного знака. Результаты округляют до целого числа.

Задание 3. Провести органолептическую оценку представленного образца согласно ГОСТ 26664-85 «Консервы и пресервы из рыбы и морепродуктов. Методы определения органолептических показателей, массы нетто и массовой доли составных частей», а также ГОСТу, соответствующему исследуемой продукции (ГОСТ 16978-99 «Консервы рыбные в томатном соусе», ГОСТ 280-85 «Шпроты в масле», ГОСТ 13865-2000 «Консервы рыбные натуральные с добавлением масла»).

Внешний вид тары. Отобранные единицы расфасовки (банки) подвергаются осмотру. Обращают внимание на наличие и состояние литографического оттиска, содержание надписи, внешний вид тары, отмечая при этом наличие таких дефектов, как видимое простым глазом нарушение герметичности, подтеки, вздутие крышек, «птички» (деформация доньшек и крышек в виде уголков и бортиков банки), хлопающие крышки и др.; для алюминиевых банок особо отмечают деформацию корпуса и крышек; для жестяных дополнительно - ржавые пятна и степень их распространения, дефекты продольных и закаточных швов.

Герметичность банок определяют тремя способами: при помощи вакуума; в аппарате Бомбаж; погружением в теплую воду.

Состояние внутренней поверхности металлических банок определяют в освобожденных от содержимого промытых водой и досуха протертых банках. При этом отмечают: наличие и степень распространения ржавых и темных пятен; наличие и размер наплывов внутри банок; степень сохранности лака и эмали на внутренней поверхности лакированных банок, а также состояние резиновых прокладок или уплотнительной пасты у доньшка и крышки банок.

Внешний вид консервов обусловлен внешним видом твердой и жидкой части и их сочетанием.

Запах консервов определяют путем пронюхивания содержимого банки, выложенного на тарелку, обращая внимание на степень его выраженности и на степень проявления запаха добавок, а также на степень его свойственности.

Вкус консервов определяют путем опробования вначале плотной части рыбы, затем жидкой части, при этом акцентируют внимание на степени выраженности вкуса, свойственного данному виду продукта и типичного данному способу обработки, и на интенсивности проявления отдельных добавок.

Консистенцию твердой и жидкой частей консервов определяют отдельно.

Консистенцию твердой части (тушки, кусочки, формованные изделия) консервов характеризуют тремя признаками: плотностью, сочностью и нежностью.

Консистенцию жидкой части консервов определяют только для заливок, содержащих томатопродукты, например, томатного соуса, масляно-томатной

заливки. Консистенцию жидкой части консервов характеризуют одним признаком - густотой.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- 1. Калибровка мерной посуды: основные понятия и методика выполнения.*
- 2. Грубые промахи: основные понятия и способы их отбраковки.*
- 3. Основные правила подготовки проб для лабораторного анализа.*
- 4. Маркировка пищевой продукции.*
- 5. Способы определения массы нетто и брутто пищевых продуктов.*
- 6. Определение массовой доли составных частей консервов.*
- 7. Органолептическая оценка качества образцов консервов на соответствие НД (ГОСТ, ТУ, СТО).*

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ, СУХИХ ВЕЩЕСТВ И ПЛОТНОСТИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Цель работы: формирование умений и навыков по определению массовой доли воды, сухих веществ и плотности в пищевых продуктах с применением различных методов.

Задание по лабораторной работе:

1. Ознакомиться с методикой определения массовой доли влаги методом высушивания в сушильном шкафу.
2. Ознакомиться с методикой определения массовой доли влаги экспресс-методом на влагомере конструкции К.Н. Чижовой.
3. Ознакомиться с методикой определения массовой доли влаги и сухих веществ рефрактометрическим методом.
4. Освоить методы определения плотности пищевых продуктов ареометрическим и пикнометрическими методами.

2.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ МЕТОДОМ ВЫСУШИВАНИЯ В СУШИЛЬНОМ ШКАФУ

Материалы, реактивы, оборудование: ступка с пестиком, металлические бюксы, аналитические весы, эксикатор, сушильный шкаф.

Проведение анализа

Металлическую бюксу с 10 г хорошо промытого и прокаленного песка и стеклянной палочкой, не выступающей за края бюксы (для твердых навесок) или со скрученными трубочками из фильтровальной бумаги (для жидких навесок), помещают в сушильный шкаф и выдерживают при 102 ± 2 °С в течение 30-40 мин. После этого бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе не более 40 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,001 г.

В эту же бюксу пипеткой вносят 10 см³ молока, или 5 г куриного фарша, или 5 г рыбного фарша, взвешенных с погрешностью не более 0,001 г, закрывают крышкой и немедленно взвешивают.

Затем открытую бюксу и крышку помещают в сушильный шкаф с температурой (102 ± 2) °С. По истечении 2 ч бюксу вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе 40 мин и взвешивают.

Последующие взвешивания производят после высушивания в течение одного часа до тех пор, пока разность между двумя последовательными взвешиваниями будет равна или менее 0,001 г. Если при одном из взвешиваний после высушивания будет найдено увеличение массы, для расчетов принимают результаты предыдущего взвешивания.

После высушивания бюксы вынимают, тотчас закрывают крышками и переносят в эксикатор для охлаждения не менее 20 мин и более 2 ч. После охлаждения взвешивают.

Обработка результатов. Содержание влаги (W_1) в процентах вычисляют по формуле:

$$W_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \cdot 100,$$

где m_1 – масса бюксы с навеской до высушивания, г;
 m_2 – масса бюксы с навеской после высушивания, г;
 m_0 – масса пустой бюксы, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений. Влажность вычисляют с точностью до 0,5%, причем доли до 0,25 включительно отбрасывают; доли свыше 0,25 и до 0,75 включительно приравнивают к 0,5; доли свыше 0,75 – к единице.

2.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ ЭКСПРЕСС-МЕТОДОМ НА ВЛАГОМЕРЕ КОНСТРУКЦИИ К. Н. ЧИЖОВОЙ

Для быстрого удаления влаги используют высушивание с помощью инфракрасных лучей, которые воспринимаются не только поверхностью, но и проникают в глубь продукта на 2-3 мм, обуславливая его интенсивный прогрев. Одним из источников инфракрасных лучей могут быть нагретые металлические поверхности, дающие излучение в диапазоне длин волн 0,76 - 343 нм.

На этом принципе работает влагомер конструкции К.Н. Чижовой (рис. 2.1), представляющий собой две массивные металлические плиты (сплав алюминия и чугуна) круглой или прямоугольной формы, между которыми помещается тонкий слой высушиваемого материала.

Плиты соединены между собой шарниром и нагреваются электрическими элементами, расположенными с внешних сторон прибора, что обеспечивает быстрое обезвоживание продукта. В процессе работы расстояние между плитами прибора составляет 2 мм, температура контролируется двумя ртутными термометрами. Нагрев плит может быть как сильным, так и слабым. Сильный нагрев используется при первоначальном разогревании прибора, слабый – для поддержания требуемой температуры. Переключают сильный нагрев на слабый специальным переключателем. Контактный термометр обеспечивает постоянство заданной температуры в пределах ± 1 °С. В настоящее время выпускается модификация этого прибора под маркой ПИВИ.

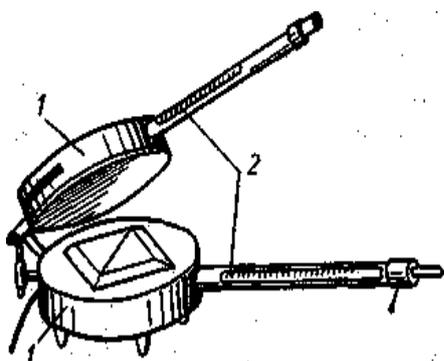


Рис. 2.1. Влагомер конструкции К. Н. Чижовой:
1 – металлические плиты;
2 – термометры, заключенные в гильзы

Высушивают объект в пакетах треугольной или прямоугольной формы, которые готовят из газетной бумаги (рис. 2.2).

Пакеты для прибора прямоугольной формы готовят следующим образом. Лист бумаги форматом 20 x 14 см складывают пополам, а открытые с трех сторон края пакета загибают на 1,5 см; размер готовых пакетов 8,5 x 11 см. Для прибора круглой формы бумагу форматом 15 x 15 см складывают по диагонали, загибая края на 1,5 см. В приборе легко помещаются два таких пакета, что позволяет проводить одновременно параллельные определения.

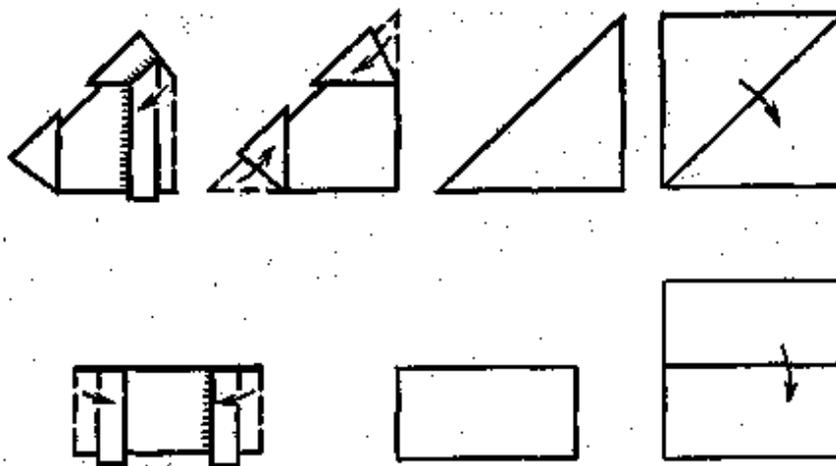


Рис. 2.2. Бумажные пакеты для влагомера конструкции К. Н. Чижовой

При определении влажности сочного растительного сырья в бумажный пакет помещают дополнительный лист из фильтровальной бумаги размером 11 x 24 см, сложенный в три слоя так, чтобы два слоя помещались на нижней стороне пакета, а один слой - на верхней стороне.

Материалы, реактивы, оборудование. Печенье, фарфоровая ступка с пестиком, пакеты из газетной бумаги, аналитические весы, эксикатор, влагомер конструкции К.Н. Чижовой.

Проведение анализа. Подготовленные пакеты предварительно высушивают в приборе при температуре 160°C в течение 3 мин, охлаждают 2-3 мин в эксикаторе и взвешивают с точностью $\pm 0,01$ г.

В высушенный и взвешенный бумажный пакет на технических весах взвешивают 3 г тщательно растертого печенья, помещают его между плитами прибора, нагретого до 160°C, и выдерживают при этой температуре в течение 3 мин. Затем, охладив в эксикаторе в течение 2 мин, пакет с пробой взвешивают.

Обработка результатов

Массовую долю влаги в печенье W_2 , %, определяют по формуле

$$W_2 = \frac{m_2 - m_4}{m_3} \cdot 100,$$

где m_1 - масса пакета, г;

m_2 - масса пакета с навеской до высушивания, г;

m_3 - масса навески образца ($m_3 = m_2 - m_1$), г;

m_4 - масса пакета с навеской после высушивания, г.

Во всех образцах рассчитать массовую долю сухих веществ (СВ) в процентах по формуле

$$\text{СВ} = 100 - W.$$

2.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ И СУХИХ ВЕЩЕСТВ РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Массовую долю влаги в мармеладе определяют рефрактометрическим методом, *сущность* которого состоит в определении массовой доли сухих веществ в изделии по коэффициенту преломления его раствора.

Материалы, реактивы, оборудование: мармелад, карамель, дистиллированная вода, стеклянный бюкс, стеклянная палочка, мерный цилиндр вместимостью 10 см³, весы технические, водяная баня, рефрактометр, термометр лабораторный.

Проведение анализа. Если проба имеет жидкую консистенцию (сахарные и сахарно-паточные сиропы и т.п.), две капли ее наносят на призму рефрактометра, темперируют их в течение 5 мин, передвигая окуляр до совмещения визира с границей темного и светлого полей, и, отметив температуру по термометру, установленному на рефрактометре, отсчитывают по шкале процент сухих веществ. Температура может быть в пределах от 15 до 30°C. Показания рефрактометра приводят к температуре 20 °С, пользуясь температурными поправками, приведенными в табл. 2.1.

Таблица 2.1 - Температурные поправки к показаниям рефрактометра

Температура, °С	Поправка	Температура, °С	Поправка	Температура, °С	Поправка
1	2	3	4	5	6
15	-0,38	20	0	25	+0,40

1	2	3	4	5	6
16	-0,30	21	+0,08	26	+0,48
17	-0,24	22	+0,16	27	+0,56
18	-0,16	23	+0,24	28	+0,64
19	-0,08	24	+0,32	29	+0,73
				30	+0,81

Если проба имеет твердую или очень густую консистенцию или содержит кристаллы сахара и при рефрактометрировании в пробе отсутствует хорошо и четко различимая граница между темным и светлым полями, видимыми в окуляре рефрактометра, во взвешенную вместе с крышкой и стеклянной палочкой бюксу или стаканчик с часовым стеклом помещают навеску продукта массой 5-10 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, приливают воду в трехкратном количестве по отношению к массе навески.

Навеску растворяют в открытой бюксе при перемешивании, ускоряя растворение нагреванием на водяной бане при температуре 60 - 70 °С, после чего раствор охлаждают, закрывают бюксу крышкой, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и рефрактометрируют, вводя поправку к полученному отсчету массовой доли сухих веществ в растворе навески.

Обработка результатов

Массовую долю сухих веществ (W_3) в процентах в исследуемом изделии вычисляют по формуле

$$W_3 = \frac{m_1 \cdot a}{m},$$

где m – масса навески, г;
 m_1 – масса раствора навески, г;
 a – показания рефрактометра.

При расчете массовой доли сухих веществ рефрактометром в яблочном и желейном мармеладах в вычисленный процент сухих веществ вводят следующие величины поправок (%) для различных видов мармелада:

фруктовый	+ 0,8
яблочный формовой	+ 0,7
яблочный пластовый	+ 0,9
желейный формовой	- 0,3
апельсиновые и лимонные дольки	- 0,3

При определении сухих веществ рефрактометром в карамельной массе, изготовленной с патокой, а также в сахарно-паточных сиропях или сахарной

помаде, содержащей патоку, в получаемые результаты, выраженные в процентах сухих веществ, вводят поправки в соответствии с табл. 2.2.

Поправки к массовой доле сухих веществ в процентах в изделиях из сахара и патоки даны из расчета, что каждый процент сухих веществ патоки завышает истинную массовую долю сухих веществ на 0,033%, а каждый процент сухих веществ инвертного сиропа, содержащего в среднем 75% редуцирующих веществ, снижает истинную массовую долю сухих веществ на 0,026%.

Таблица 2.2 – Поправки к показаниям рефрактометра при определении сухих веществ в кондитерских изделиях, изготовленных с патокой

Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара	Поправка	Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара	Поправка
5	-0,04	60	-0,97
10	-0,16	65	-1,03
15	-0,27	70	-1,09
20	-0,37	75	-1,14
25	-0,46	80	-1,19
30	-0,55	85	-1,24
5	-0,63	90	-1,28
40	-0,71	95	-1,33
45	-0,78	100	-1,37
50	-0,85	105	-1,41
55	-0,91	110	-1,45

При определении сухих веществ рефрактометром в карамельной массе, изготовленной с уменьшенным количеством патоки и замещением недостающих редуцирующих веществ инвертным сиропом, вводят следующие поправки в соответствии с табл. 2.3.

Таблица 2.3 - Поправки к показаниям рефрактометра при определении сухих веществ в кондитерских изделиях, изготовленных с уменьшенным количеством патоки

Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара	Поправка	Количество весовых частей патоки на 100 весовых частей сахара	Поправка
40	-0,44	20	-0,00
35	-0,33	15	+0,12
30	-0,23	10	+0,24
25	-0,13	5	+0,36

Результаты параллельных определений вычисляют до второго и округляют до первого десятичного знака. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,3%, при определении в разных лабораториях - 0,5%, а в изделиях с влажностью более 20% - не более 1,0%.

Предел возможных значений погрешности измерения 0,5% ($P=0,95$); для изделий с массовой долей влаги более 20% - 1,3% ($P=0,95$).

Примеры расчета массовой доли сухих веществ в карамельной массе

Пример 1. Карамельная масса изготовлена согласно рецептуре: 100 кг сахара + 50 кг патоки. Навеска карамельной массы - 5,03 г.

Масса раствора навески - 8,79 г.

Отсчет по рефрактометру при температуре 22 °С - 55,9%.

Температурная поправка - 0,16.

Массовая доля сухих веществ

$$\frac{(55,9 + 0,16) \cdot 8,79}{5,03} = 97,970\%.$$

Поправка по табл. 2.2 без учета нарастания редуцирующих веществ 0,85.

Массовая доля сухих веществ в карамельной массе 97,97-0,85=97,12%.

Влажность карамельной массы 100-97,12=2,88%.

Пример 2. Карамельная масса изготовлена по рецептуре: 100 кг сахара + 15 кг патоки + 19,3 кг инвертного сиропа с 75% редуцирующих веществ. Навеска карамельной массы - 5,23 г. Масса раствора навески - 10,77 г. Температура - 27 °С.

Отсчет по шкале рефрактометра - 47,1%. Видимая массовая доля сухих веществ составляет: 47,1+0,56=47,66%, а в самой карамельной массе без поправок за счет сухих веществ патоки и инверта

$$\frac{47,66 \cdot 10,77}{5,23} = 98,14\%.$$

Окончательный результат массовой доли влаги с учетом поправки на патоку и инверт составит: 98,14+0,12=98,26% сухих веществ и 100-98,26=1,74% влажность карамельной массы.

Результаты исследований представить в виде табл. 2.4.

Таблица 2.4 – Массовая доля влаги и сухих веществ в продуктах, %

Наименование продукта	Массовая доля влаги, %			Массовая доля сухих веществ, %
	по арбитражному методу	по экспресс-методу	по требованиям ГОСТ	

На основании полученных данных сделать вывод на соответствие требованиям нормативной документации.

2.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ АРЕОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Проведение испытаний

Пробу молока объемом 0,25 или 0,50 дм³ тщательно перемешивают и осторожно, во избежание образования пены, переливают по стенке в сухой цилиндр, который следует держать в слегка наклонном положении. Если на поверхности пробы в цилиндре образовалась пена, ее снимают мешалкой.

Цилиндр с исследуемой пробой устанавливают на ровной горизонтальной поверхности и измеряют температуру пробы. Отсчет показаний температуры проводят не ранее чем через 2-4 мин после опускания термометра в пробу.

Сухой и чистый ареометр опускают медленно в исследуемую пробу, погружая его до тех пор, пока до предполагаемой отметки ареометрической шкалы не останется 3-4 мм, затем оставляют его в свободно плавающем состоянии. Ареометр не должен касаться стенок цилиндра.

Расположение цилиндра с пробой на горизонтальной поверхности по отношению к источнику света должно быть удобным для отсчета показаний по шкале плотности и шкале термометра. Первый отсчет показаний плотности проводят визуально со шкалы ареометра через 3 мин после установления его в неподвижном положении.

После этого ареометр осторожно приподнимают на высоту до уровня балласта в нем и снова опускают, оставляя его в свободноплавающем состоянии. После установления его в неподвижном состоянии проводят второй отсчет показаний плотности. При отсчете показаний плотности глаз должен находиться на уровне мениска. Отсчет показаний проводят по верхнему краю мениска. Затем измеряют температуру пробы.

Расхождение между повторными определениями плотности (последовательно одно определение за другим в одной и той же пробе) не должно превышать 0,5 кг/м³.

Обработка результатов

За среднее значение температуры исследуемой пробы принимают среднеарифметическое результатов двух показаний. Если проба во время определения плотности имела температуру выше или ниже 20 °С, то результаты измерения плотности при температуре должны быть приведены к 20 °С в соответствии со справочными таблицами (приложения 1-2).

Результат определения плотности молока с учетом погрешности метода должен быть представлен в виде формулы $\rho_M^{20} = \rho_T \pm \Delta\rho_a; P=0,99$,

где ρ_T - значение плотности, приведенной к 20 °С, кг/дм³, найденное по таблице приложений 1 и 2;

$\Delta\rho_a$ - погрешность определения плотности молока ареометрическим методом, не более $\pm 0,5$ кг/м³;

P – вероятность, с которой погрешность измерения находится в границах от минус $\Delta\rho_a$ до плюс $\Delta\rho_a$

2.5 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ ПИКНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Пикнометрический метод предназначен для проведения научных и экспериментальных исследований по определению плотности молока и сгущенных молочных консервов.

Подготовка к измерению

Пикнометры (не менее двух) должны быть тщательно вымыты моющими растворами и промыты дистиллированной водой. После этого их тщательно высушивают в электропечи при (110 ± 10) °С не менее 30 мин, вынимают из неё, выдерживают при комнатной температуре не менее 30 мин и взвешивают методом точного взвешивания.

Проведение измерений

Подготовленные к измерениям пикнометры (не менее двух) заполняют при помощи шприца предварительно тщательно перемешанной исследуемой пробой заготавливаемого коровьего или обезжиренного молока немного выше отметки на их шейке, закрывают пробками и взвешивают методом точного взвешивания.

Заполнение пикнометров исследуемой пробой сгущенных молочных консервов проводят при помощи воронки, уровень до отметки доводят пипеткой.

После проведения измерений из пикнометров выливают молоко, и сгущенные молочные консервы промывают, высушивают, закрывают пробкой и хранят до проведения новых измерений.

Обработка результатов

Плотность молока и сгущенных молочных консервов при 20 °С, кг/м³, вычисляют по формуле

$$\rho_1 = ((m_3 - m_1) / (m_2 - m_1)) \cdot (\rho_e - e) + e,$$

где m_1 , m_2 , m_3 - массы гирь, уравновешивающих, соответственно, пустой пикнометр, пикнометр с водой и пикнометр с молоком, кг;

ρ_e - плотность воды при температуре 20 °С и нормальном давлении, равном $1,01 \cdot 10^5$ Па ($e = 998,20$ кг/м³);

e - плотность воздуха при 20 °С и нормальном давлении ($e = 1,2$ кг/м³).

Аналогично определяют плотность ρ_2 той же пробы молока с помощью второго пикнометра.

Допускаемое расхождение между двумя результатами определения плотности не должно превышать по абсолютному значению 0,3 кг/м³ – для молока и 10 кг/м³ - для сгущенных молочных консервов. Если расхождения превышают допустимые, то проводят повторные контрольные измерения плотности.

За плотность молока при температуре 20 °С принимают среднеарифметическое значение результатов двух полученных значений плотности молока при 20 °С.

Допускаемые расхождения между результатами определения плотности молока пикнометрическим и ареометрическим методами не должны превышать величины 1,0 кг/м при 20 °С.

Результаты представить в виде табл. 2.5.

Таблица 2.5 - Плотность молока

Наименование продукта	Ареометрический метод	Пикнометрический метод	Требования ГОСТ

На основании результатов сделать вывод о соответствии требованиям нормативной документации.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- 1. Вода в пищевых продуктах. Классификация видов связи воды с продуктом.*
- 2. Активность воды: понятие, значение для микроорганизмов, метод определения.*
- 3. Методы определения содержания воды в пищевых продуктах.*
- 4. Сущность метода определения массовой доли влаги высушиванием в сушильном шкафу.*
- 5. Сущность метода определения массовой доли влаги экспресс-методом на приборе ВЧ конструкции К.Н. Чижовой.*
- 6. Прямые методы определения влаги путем отгонки.*
- 7. Химические и физические методы определения влаги и сухого остатка.*
- 8. Определение содержания сухих веществ по плотности.*
- 9. Сущность метода определения массовой доли влаги и сухих веществ рефрактометрическим методом.*
- 10. Сущность метода определения плотности пищевых продуктов ареометрическим и пикнометрическим методами.*

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 МЕТОДЫ ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Цель работы: формирование умений и навыков органолептического анализа пищевых продуктов с применением различных методов.

Задание по лабораторной работе:

1. Ознакомиться с методикой оценки чувствительности вкуса дегустаторов для органолептического анализа. Определить дегустаторские способности студентов.

2. Приобрести практический навык органолептического анализа качества хлеба с применением методов предпочтения, профильным, балльных шкал.

3.1. ОЦЕНКА ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ВКУСА

Задание 1. Оценка способности распознавать основные типы вкуса.

Вкусовая агевзия диагностируется с помощью растворов сахарозы; натрия хлористого безводного; кислоты лимонной кристаллической; сульфата магния (табл. 3.1).

Для испытания необходима также вода дистиллированная или питьевая, специально приготовленная. Воду питьевую, без запаха и вкуса приготавливают следующим образом: кипятят 1000 см³ свежей питьевой воды в открытом эмалированном сосуде с диаметром не менее 15 см в течение 10 мин. После охлаждения её фильтруют через увлажненный фильтр, не влияющий на запах и вкус воды. Срок хранения один-два дня. Для испытаний применяют реактивы квалификации «чистый для анализа».

Таблица 3.1 - Концентрации растворов для проверки на вкусовую агевзию

Вид вкуса	Химическое вещество	Концентрация, г/дм ³
Сладкий	Сахароза	1,0
Соленый	Хлористый натрий	0,4
Кислый	Лимонная кислота	0,2
Горький	Сульфат магния	0,5

Проведение испытания. В девять одинаковых стеклянных сосудов наливают около 30 см³ контрольных растворов, а в один - приготовленную воду. Количество образцов каждого вида вкуса подают произвольно - от одного до трех. Сосуды кодируют и предлагают испытуемому, кроме того, подают около 100 см³ приготовленной воды. Образцы должны иметь температуру (20±2)°С.

Испытуемому предлагают опробовать около 10 см³ каждого из представленных образцов, определить вид вкуса (сладкий, соленый, кислый, горький или нейтральный). Пробу перекачивают во рту и выплевывают. Продолжительность нахождения пробы во рту 8-10 с. Между опробованием одного об-

разца делают одно-, двухминутный перерыв, обязательно ополаскивая рот чистой водой.

Повторное испытание разрешается проводить с интервалом не менее 30 мин. Результаты испытаний используют для отбора дегустаторов.

Результаты распознавания основных типов вкуса свести в регистрационный лист. При семи и более правильных ответах считают, что у человека имеются или могут быть развиты дегустационные способности.

Таблица 3.2 – Оценка сенсорной чувствительности

Номер пробы	Тип вкуса (сладкий, соленый, кислый, горький, нейтральный)
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	

Число правильных ответов _____

Число неправильных ответов _____

Задание 2. Определение индивидуального порога обнаружения вкуса

Порог обнаружения вкуса – минимальное количество вещества, вызывающее ощущение.

Для определения индивидуального порога используют триангулярный метод, сущность которого состоит в том, что из трех закодированных проб выбирают отличающуюся, а две другие являются идентичными. Студенту предлагается опробовать серию растворов возрастающей концентрации. Каждая серия состоит из двенадцати растворов (табл. 3.3).

Растворы подают тройными пробами, в каждой из которых один – исследуемый, два другие – растворители. Подают их в возрастающей, в пределах одной тройки случайной, неизвестной испытуемому последовательности. Концентрацию растворов считают обнаруженной, если в трех треугольных сравнениях опознан испытуемый раствор.

Таблица 3.3 – Концентрация растворов для определения индивидуального вкусового порога (г/дм³)

Вещество	Номер раствора								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Сахароза	0	1,0	1,3	1,7	2,0	2,7	3,5	4,5	5,7
Хлористый натрий	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,7	1,0	1,5
Лимонная кислота	0	0,2	0,4	0,5	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4
Сульфат магния	0	1,0	1,3	1,7	2,1	2,7	3,5	4,5	5,7

Проведение испытания

Студент пробует восемь вариантов тройных проб каждого типа вкуса. После опробывания каждого варианта необходимо ополаскивать рот водой и выдерживать одно-, двухминутный перерыв. После опробования трех – четырех серий проб следует использовать нейтрализующее средство для восстановления чувствительности органов вкуса – белый хлеб.

В регистрационном листе (табл. 3.4) отмечают пробы, вкус которых опознан. Здесь же, в карте, указывается индивидуальный порог к основным типам вкуса и данные сравниваются с пороговой чувствительностью, принятой для кандидатов в дегустаторы (табл. 3.5).

Таблица 3.4 – Регистрационный лист «Индивидуальный порог обнаружения вкуса»

Вещество	Номер раствора тройной пробы	Номер исследуемого раствора							
		1	2	3	4	5	6	7	8
Сахароза	1								
	2								
	3								
Хлористый натрий	1								
	2								
	3								
Лимонная кислота	1								
	2								
	3								
Сульфат магния	1								
	2								
	3								

Таблица 3.5 - Индивидуального порог чувствительности (ИПЧ) к основным типам вкуса

Тип вкуса	Норма для кандидата в дегустаторы, г/дм ³ , не более	ИПЧ
Сладкий	4,00	
Соленый	1,00	
Кислый	0,14	
Горький	2,00	

Задание 3. Определение индивидуального дифференциального порога вкусового восприятия

Дифференциальный порог вкусового восприятия – это минимальное изменение количества вкусового вещества, которое эксперт способен обнаружить.

Абсолютное значение пороговой разницы зависит от концентрации раствора, поэтому чувствительность вкуса эксперта оценивается по индивидуальному дифференцированному порогу вкуса (ИДПВ) на модельных растворах (табл. 3.6).

Таблица 3.6 – Концентрация модельных растворов для определения ИДПВ (г/дм³)

Вещество	Номер раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
Сахароза	10,0	10,7	11,5	12,3	13,1	14,0	15,0
Хлористый натрий	10,0	10,7	11,5	12,5	13,1	14,0	15,0
Лимонная кислота	1,0	1,05	1,1	1,2	1,3	1,4	1,5
Сульфат магния	10,0	10,7	11,5	12,5	13,1	14,0	15,0

1%-ный раствор сахарозы легко отличить от 2%-ного, но 20%-ный от 21%-ного - почти невозможно. В обоих растворах разность концентраций составляет 1%, но в первом случае градиент концентрации равен 2,0, а во втором – 1,05.

ИДПВ характеризует способность кандидата в дегустаторы определять изменения во вкусе исследуемого продукта.

Проведение испытания

Каждому студенту предлагается выстроить в порядке увеличения концентрации исследуемые растворы. Для этого проводится опробование проб каждого типа вкуса. Пробы предварительно зашифровываются инженером. Номера

проб записываются в регистрационном листе (табл. 3.7), после чего их правильность проверяется у инженера.

Таблица 3.7 – Регистрационный лист «Индивидуальный дифференциальный порог вкусового восприятия» на примере сахарозы

Вещество	Номер раствора	Концентрация модельных растворов, г/дм ³	Зашифрованные номера, определенные студентом	Зашифрованные номера, поставленные инженером
Сахароза	1	10,0		
	2	10,7		
	3	11,5		
	4	12,3		
	5	13,1		
	6	14,0		
	7	15,0		

3.2. ИЗУЧЕНИЕ МЕТОДА ПРЕДПОЧТЕНИЯ ПРИ ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКОЙ ОЦЕНКЕ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Задача лабораторной работы заключается в выявлении потребительского спроса на образцы ржано-пшеничного хлеба, используя потребительские методы, в частности метод гедонических шкал. В качестве потребителей выступают студенты группы.

Качество хлеба оценивают по основным показателям: внешний вид поверхности (форма, состояние поверхности, цвет корки); запах; вкус; внешний вид на разрезе (характер пористости, цвет мякиша); консистенция (мягкость, нежность, эластичность, разжевываемость). Каждый студент высказывает свое отношение к образцам хлеба, соответствующим принятой гедонической шкале, общему впечатлению, оставленному продуктами после их опробования (табл. 3.8).

Таблица 3.8 – Сводный дегустационный лист потребительской оценки качества ржано-пшеничного хлеба

Уровень желательности	Количество оценок по образцам продукции		
	наименование	наименование	наименование
Очень нравится			
Нравится			
Не очень нравится			
Очень не нравится			

Произвести подсчет количества оценок по образцам хлеба, выставленных группой студентов. Результаты свести в общую таблицу и сделать общее заключение об образцах хлеба, получивших наибольшее количество баллов.

3.3. ИЗУЧЕНИЕ МЕТОДА БАЛЛЬНЫХ ШКАЛ ПРИ ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКОЙ ОЦЕНКЕ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

В методологии сенсорного анализа наиболее важными являются описательные методы. К ним относят профильный анализ и балловую систему оценки качества продукта.

Задача лабораторной работы заключается в освоении метода балловых шкал для оценки качества продовольственных товаров.

В сенсорном анализе для количественной оценки качественного уровня признака принято использовать балловые шкалы.

Разработка балловой шкалы состоит из следующих этапов:

- 1) выбор номенклатуры единичных показателей, характеризующих органолептические свойства продукта;
- 2) составление схем-таблиц, содержащих словесную характеристику каждого показателя по всем качественным уровням шкалы;
- 3) назначение коэффициентов весомости показателей;
- 4) установление критериев для разных качественных уровней (категорий качества) продукции;
- 5) предварительное обсуждение разработанных элементов балловой шкалы;
- 6) испытание шкалы на нескольких образцах продукции (оценка в баллах единичных показателей качества с помощью зрительных, обонятельных, осязательных и вкусовых органов чувств, расчет комплексных показателей и отнесение продукции к определенной категории качества);
- 7) обсуждение результатов и корректирование балловой шкалы.

Для выбора наилучших решений на каждом из этапов применяют экспертные методы.

Задание 1. Выбрать единичные показатели качества продукта, руководствуясь нормативным документом

Пример: выбрать единичные показатели качества ржано-пшеничного хлеба.

Следует руководствоваться ГОСТ 2077-84 «Хлеб ржаной, ржано-пшеничный и пшенично-ржаной. Технические условия». Изучив требования к органолептическим показателям, определяем номенклатуру единичных показателей качества: внешний вид; консистенцию; запах; вкус.

Задание 2. Составить словесную характеристику выбранных единичных показателей по уровням качества в виде схемы-таблицы

Для оценки органолептических свойств наиболее удобно использовать 5-балловую шкалу, в которой каждому баллу соответствует определенная категория качества. Словесную характеристику единичных органолептических показателей следует дать, руководствуясь требованиями нормативно-технической документации (в нашем примере ГОСТ 2077-84). Результаты представить в виде таблицы (табл. 3.9).

Таблица 3.9 - Шкала органолептической оценки качества хлеба из ржано-пшеничной муки

Показатель качества	Коэффициент весомости	Численное значение уровней качества	Характеристика уровней качества изделий
1	2	3	4
Внешний вид поверхности: - форма	1,0	5	Правильная, соответствующая хлебной форме, в которой производилась выпечка, со значительно выпуклой коркой
		4	Правильная, с несколько выпуклой коркой
		3	Правильной формы, с плоской коркой
		2	Неправильная форма, с плоской коркой
		1	Форма мягкая, с выплывами
- состояние		5	Гладкая, без единых трещин и подрывов, исключительно гляцевитая
		4	Достаточно гладкая, достаточно гляцевая, единичные мелкие пузыри, едва заметные трещины и подрывы
		3	Слегка пузырчатая, шероховатая, заметные, но не крупные трещины и подрывы, едва заметные рубцы, глянец
		2	Заметно пузырчатая, бугорчатая, крупные трещины и подрывы, заметные рубцы, глянец слабый
		1	Разорванная корка с выплывом мякиша
- цвет корки	5	Темно-коричневый	
	4	Светло-коричневый	
	3	Очень светлый (бледный) или очень темный	
Запах	0,7	5	Аромат хорошо пропеченного хлеба из хорошо выброженного теста, ярко выражен
		4	Хлебный, выражен
		3	Дрожжевой, кислый, тестовой, хлебный, слабо выражен
		2	Пустой, пресный, хлебный, слабо выражен
		1	Запах горелой корки хлеба, невыброженного Виктории Викторовне теста, плесневелый, затхлый, посторонний, неприятный
Вкус	0,8	5	Вкус хорошо пропеченного хлеба из хорошо выброженного теста, ярко выражен, в меру соленый
		4	Сладковатый, хлебный, выражен
		3	Пустой, пресный, хлебный, слабо выражен
		2	Слегка тестовой, хлебный, не выражен, кислый, недосоленный
		1	Дрожжевой, пересоленный, горький, вкус прогорклой муки, не хлебный, посторонний привкус

Окончание табл. 3.9

1	2	3	4
Внешний вид на разрезе: - характер пористости	0,5	5	Равномерная, поры мелкие, тонкостенные
		4	Достаточно равномерная, поры мелкие и средние или только средние, тонкостенные
		3	Неравномерная, поры различной величины и средней толщины
		2	Поры очень мелкие или крупные, неразвитые, толстостенные, незначительные пустоты
		1	Значительное количество плотных участков, мякиш оторван от верхней корки, значительные пустоты
-цвет мякиша	0,6	5	Коричневый
		4	Светло-коричневый/темно-коричневый
		3	Очень светлый (бледный) или очень темный коричневый
Консистенция: -физико-химические свойства мякиша	0,4	5	Очень мягкий, нежный, очень эластичный
		4	Мягкий, эластичный
		3	Средний, удовлетворительной мягкости, эластичный
		2	Заметно уплотненный, недостаточно эластичный, слегка заминающийся
		1	Сильно заминающийся
-разжевываемость	0,4	5	Хорошо разжевывается, очень нежные ощущения
		4	Хорошо разжевывается, достаточно нежное ощущение во рту
		3	Слегка комкуется, немного грубый, крошится
		2	Заметно комкуется, немного грубый, крошится
		1	Сильно комкуется, сильно крошится, мажется, клейкий, хруст минеральных примесей
ИТОГО:	4,0		

Результаты органолептической оценки занести в дегустационный лист, после чего свести в общую таблицу группы (табл. 3.10), отбраковав грубые промахи. Произвести расчет общей органолептической оценки ржано-пшеничного хлеба с учетом коэффициентов значимости (табл. 3.11):

$$O = \text{вн. вид пов-ти} \cdot K_{\text{вн. вид пов-ти}} + 3 \cdot K_z + V \cdot K_v + K \cdot K_{\text{конс.}}$$

Сделать заключение об уровне качества ржано-пшеничного хлеба.

Таблица 3.10 – Дегустационный лист оценки качества ржано-пшеничного хлеба (наименование, производитель)

Комплексные показатели	Единичные показатели	Оценки дегустаторов, баллы					Среднее значение, баллы
		1	2	3	4	5	
Внешний вид поверхности:	форма						
	состояние поверхности						
	цвет корки						

Таблица 3.11 - Шкала органолептической оценки качества хлеба из ржано-пшеничной муки

Показатель качества	Баллы	Коэффициент значимости	Диапазон значений*
Внешний вид поверхности: - форма - состояние поверхности - цвет корки	1 – 5 1 – 5 1 – 5	1,0	1,0 – 5,0
Запах	1 – 5	0,7	0,7 – 3,5
Вкус	1 – 5	0,8	0,8 – 4,0
Внешний вид на разрезе: - характер пористости - цвет мякиша	1 – 5 1 – 5	0,5 0,6	0,5 – 2,5 0,6 – 3,0
Консистенция: - физико-химические свойства мякиша - разжевываемость	1 – 5 1 - 5	0,4	0,4 – 2,0
Итого		4,0	3,0 – 20,0

*Примечание. Дифференцированный уровень качества: 18,0 – 20,0 – превосходный продукт; 15,0 – 17,9 – хороший; 12,0 – 14,9 – удовлетворительный; ниже 11,9 – неудовлетворительный.

3.4. ИЗУЧЕНИЕ ПРОФИЛЬНОГО МЕТОДА ПРИ ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКОЙ ОЦЕНКЕ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Задача лабораторной работы заключается в освоении профильного метода оценки качества продовольственных товаров.

Пищевые продукты сложного химического состава создают так называемый пикантный флевор – комплексное ощущение вкуса, запаха и осязания. В сенсорном анализе таких продуктов наиболее удобен профильный метод, позволяющий наглядно оценить их органолептические свойства. Метод можно использовать при анализе изменений, происходящих в продукте под влиянием различных условий хранения, при замене составляющих в рецептуре или при изменении массовой доли какого-либо компонента.

Задание: разработать профили аромата различных образцов чая.

К определению аромата чая приступают не сразу после выливания настоя, а спустя 1-1,5 мин. За это время заваренный лист в чайнике слегка остывает, что способствует лучшему улавливанию аромата. Если чай горячий, то невозможно почувствовать его действительный аромат. Но не следует и медлить с опробованием его более 1,5 мин. Чем дольше остывает чай в заварнике, тем труднее уловить его аромат. При остывании невозможно отличить аромат чая высшего качества от аромата чая низшего качества. Для определения аромата чая быстро открывают крышку с чайника, подносят его к носу и, сильно втягивая воздух, оценивают запах.

Алгоритм составления профилей:

1. Описать вкус образца в сенсорных терминах (табл. 3.12).

Таблица 3.12 - Номенклатура характерных признаков аромата чая

№ п/п	Сенсорные термины
1	2
В титестеровской практике принята специальная терминология для определения аромата доброкачественного чая:	
1	Цитрусовый
2	Миндальный
3	Медовый
4	Розанистый (запах роз)
5	Смесь запахов земляники, герани и черной смородины
Нежелательные запахи в аромате, являющиеся следствием нарушения технологии или неправильного хранения чая:	
1	Прижаристый
2	Дымный
3	Травянистый запах
4	Запах сырости, затхлости, плесени, кислоты
5	Различные посторонние запахи
Другие характеристики аромата чая, которые студенты могут предложить самостоятельно:	
1	Фруктовый
2	Цветочный

1	2
3	Хлебный
4	Пряный
5	Полный, сбалансированный, гармоничный, насыщенный, тонкий, нежный, приятный и др.

2. Определить порядок, в котором проявляются признаки, и оценить интенсивность каждого из них по 5-балловой шкале:

- 0 - признак отсутствует;
- 1- едва ощущаемый;
- 2- умеренно интенсивный;
- 3- четко выраженный;
- 4- сильный;
- 5- очень сильный.

3. Заполнить дегустационный лист, определить средний балл по каждому показателю (табл. 3.13).

Таблица 3.13 - Дегустационный лист для оценки чая

Дескрипторы показателей (на примере аромата чая)	Эксперты			Средний балл
	1	2	3	
Медовый				
Розанистый				
Дымный				
Насыщенный				
Тонкий				

4. Выстроить вкусовые профили в виде окружности. Радиальные линии означают единичные признаки, которые наносятся по часовой стрелке в последовательности восприятия ощущений. Средние значения интенсивности признаков откладываются по радиусам по 5-балловой шкале. Точки на осях соединяются. Поверхность, ограниченная линиями, образует профиль показателей качества аромата чая (рис. 3.1).

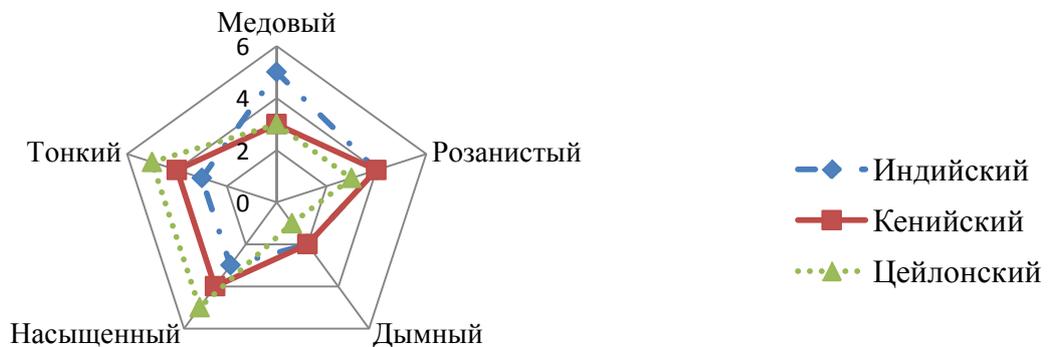


Рис. 3.1. Вкусовые профилограммы черных чаев

5. Оценить отличия профилей образцов и сделать вывод о качестве исследуемых продуктов.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. *Показатели качества пищевых продуктов.*
2. *Органолептический анализ: основные понятия, методы и их выбор в зависимости от поставленных задач.*
3. *Метод предпочтения.*
4. *Методы сравнения.*
5. *Профильный метод.*
6. *Метод балльных шкал.*
7. *Организация современного дегустационного анализа: отбор проб, требования к помещению, проведение испытаний, дегустационные комиссии.*
8. *Оценка чувствительности вкуса дегустатора (оценка способности распознавать основные типы вкуса, индивидуального порога обнаружения вкуса, индивидуального дифференциального порога вкусового восприятия).*

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ АКТИВНОЙ, ОБЩЕЙ КИСЛОТНОСТИ, ЩЕЛОЧНОСТИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ, МИНЕРАЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ

Цель работы: формирование умений и навыков определения активной и общей кислотности, щелочности пищевых продуктов, органических кислот, минеральных веществ с применением различных методов.

Задание по лабораторной работе:

1. Ознакомиться с методиками определения активной и общей (титруемой) кислотности пищевых продуктов.
2. Ознакомиться с методикой определения щелочности печенья.
3. Ознакомиться с методикой определения витамина С в пищевых продуктах.
4. Ознакомиться с методиками определения минеральных веществ.

4.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКТИВНОЙ КИСЛОТНОСТИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ С ПОМОЩЬЮ ИНДИКАТОРНОЙ БУМАГИ

Приближенные значения рН растворов могут быть определены при помощи индикаторной бумаги. В аналитической практике используется универсальная лакмусовая бумага.

Полоски универсальной индикаторной бумаги изменяют свою окраску при разных значениях рН от 1 до 14. Для установления величины рН растворов по окраске бумаги служит шкала, прилагаемая к фасовке индикаторной бумаги: каждому значению рН соответствует определенный цвет эталона. Использование индикаторной бумаги позволяет с точностью до единицы установить значение рН.

Проведение анализа. Каплей исследуемого раствора смачивают полоску индикаторной бумаги и, сравнивая образовавшуюся окраску с цветной шкалой, определяют величину рН. Точность метода не выше $\pm 0,5$ единицы рН.

4.2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ АКТИВНОЙ КИСЛОТНОСТИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Метод определения рН для продуктов основан на измерении электродвижущей силы электрода, погруженного в испытуемый раствор, величина которой зависит от концентрации водородных ионов.

Проведение анализа. Перед началом определения предварительно проверяют точность измерения прибора по какому-либо буферному раствору с известным значением рН: для этого в сосуд прибора наливают буферный раствор и помещают электроды таким образом, чтобы их концы целиком находились в растворе.

Стрелка шкалы прибора должна показать значение рН применяемого буферного раствора. В противном случае при помощи калибровочного переключателя указанную стрелку точно устанавливают на то деление шкалы, которое отвечает величине рН буферного раствора.

Буферный раствор вынимают, и концы электродов тщательно промывают дистиллированной водой.

При проверке точности рН-метра рекомендуется применять буферный раствор с рН, близким к рН исследуемого раствора.

Перед измерением концы электродов тщательно промывают дистиллированной водой. Для проведения испытания из тщательно подготовленной средней пробы берут в стаканчик или фарфоровую чашку навеску 20 г и без потерь переносят, смывая горячей дистиллированной водой через воронку, в мерную колбу вместимостью 250 мл, колбу доливают дистиллированной водой температурой 80⁰С до $\frac{3}{4}$ её объема. Колбу хорошо встряхивают и оставляют стоять на 30 мин, время от времени встряхивая. Затем содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, доливают дистиллированной водой до метки, закрыв пробкой, хорошо перемешивают. Жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр или вату в сухой стакан. Для определения активной кислотности жидких продуктов (соки, рассолы и т.п.) рН определяют непосредственно в исследуемом растворе.

В сосуд проверяемого прибора наливают исследуемый раствор, помещают в него концы электродов, включают прибор и снимают показания по шкале рН-метра.

Измерение рН повторяют 2-3 раза, каждый раз вынимая электроды из раствора и при измерении, вновь погружая их в раствор.

Значение рН выражают как среднее арифметическое этих определений. Расхождение между двумя параллельными определениями не должно превышать 0,1 единицы рН.

4.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ (ТИТРУЕМОЙ) КИСЛОТНОСТИ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Кислотность обуславливает вкусовые свойства продуктов и является показателем их свежести и доброкачественности. *Титруемой кислотностью* называют количество свободных органических кислот и их кислых солей, содержащихся в исследуемом продукте.

Метод определения титруемой кислотности основан на нейтрализации водных вытяжек, извлеченных из навесок исследуемого продукта раствором щелочи. Окончание процесса нейтрализации определяют по изменению окраски внесенного индикатора. В качестве индикатора наиболее часто применяют 1 %-ный спиртовой раствор фенолфталеина, в этом случае титрование вытяжки ведут 0,1 н. раствором едкого натрия до устойчивого слабо-розового окрашивания.

4.3.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ КИСЛОТНОСТИ РЫБНЫХ ПРОДУКТОВ

Проведение анализа. Измельченную навеску 25 г из средней пробы взвешивают на технических весах в стаканчике и без потерь переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ горячей дистиллированной водой (80°С) до 3/4 объема колбы. Содержимое колбы хорошо перемешивают и помещают на 0,5 ч на водяную баню, нагретую до 80-85°С, периодически встряхивая колбу. По истечении времени настаивания содержимое колбы охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки и, закрыв пробкой колбу, тщательно перемешивают. Полученную вытяжку фильтруют через складчатый фильтр, отбирают 50 см³ фильтрата пипеткой в коническую колбу, добавляют индикатор и титруют раствором гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/дм³. При бесцветных или слабоокрашенных фильтратах используют 1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина (3-5 капель). Сильно окрашенные вытяжки разбавляют дистиллированной водой в соотношении 1:1 и титруют в присутствии фенолфталеина не до розового окрашивания, а до изменения цвета вытяжки. При использовании 0,1%-ного спиртового раствора тимолфталеина (10 капель) конец титрования устанавливают по появлению синей окраски, не исчезающей в течение одной минуты.

Титруемую кислотность (в %) вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \times K \times K_T \times V_1 \times 100}{M \times V_2},$$

где V – количество раствора гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/дм³, пошедшего на титрование, см³;

K – коэффициент пересчета на соответствующую кислоту: яблочную – 0,0067; лимонную – 0,0064; винную – 0,0075;

K_T – поправка титруемого раствора гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/дм³;

V₁ – объем вытяжки из продукта в мерной колбе, см³;

V₂ – количество фильтрата, взятого для титрования, см³;

M – масса навески продукта для анализа, г.

Результаты проведенных исследований представить в виде табл. 4.1.

Таблица 4.1 - Общая кислотность рыбных продуктов

Наименование продукта	Общая кислотность, %	Требования ГОСТ

На основании данных, представленных в табл. 4.1, сделать вывод о зависимости общей кислотности от способа приготовления рыбных продуктов.

4.3.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ КИСЛОТНОСТИ ХЛЕБА

Проведение анализа. Взвешивают 25,0 г хлебной крошки. Навеску помещают в сухую бутылку (типа молочной) вместимостью 500 см³, с хорошо пригнанной пробкой.

Мерную колбу вместимостью 250 см³ наполняют до метки дистиллированной водой, подогретой до температуры 60⁰С. Около ¼ взятой дистиллированной воды переливают в бутылку с крошкой, быстро растирают деревянной лопаточкой до получения однородной массы, без заметных комочков нерастертой крошки.

К полученной смеси прибавляют из мерной колбы всю оставшуюся дистиллированную воду. Бутылку закрывают пробкой и встряхивают в течение 3 мин.

После встряхивания дают смеси отстояться в течение 1 мин, и отстоявшийся жидкий слой осторожно сливают в сухой стакан через частое сито или марлю. Из стакана отбирают пипеткой по 50 см³ раствора в две конические колбы вместимостью по 100 - 150 см³ каждая и титруют раствором молярной концентрации 0,1 моль/дм³ гидроксида натрия или калия с двумя - тремя каплями фенолфталеина до получения слабо-розового окрашивания, не исчезающего при спокойном стоянии колбы в течение 1 мин.

Титрование продолжают, если по истечении 1 мин окраска пропадает и не появляется от прибавления двух - трех капель фенолфталеина.

Правила обработки результатов анализа. Кислотность, град., вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \times V_1 \times a}{10m \times V_2} \times K,$$

где V - объем раствора молярной концентрации 0,1 моль/дм³ гидроксида натрия или калия, израсходованного при титровании исследуемого раствора, см³;

V_1 - объем дистиллированной воды, взятой для извлечения кислот из исследуемой продукции, см³;

a - коэффициент пересчета на 100 г навески;

K - поправочный коэффициент приведения используемого раствора гидроксида натрия или калия к раствору точной молярной концентрации 0,1 моль/дм³;

1/10 - коэффициент приведения раствора гидроксида натрия или калия молярной концентрации 0,1 моль/дм³ к 1,0 моль/дм³;

m - масса навески, г;

V_2 - объем исследуемого раствора, взятого для титрования, см³.

4.3.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ КИСЛОТНОСТИ МОЛОКА

Проведение анализа. Отмеривают пипеткой 10 см³ хорошо перемешенного молока в небольшой стаканчик или коническую колбу, прибавляют 20 см³

воды, 3 капли 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и тщательно перемешивают. Колбу помешают на лист белой бумаги и для установления конца титрования рядом располагают эталон (10 см³ молока и 20 см³ воды с 1 см³ 2,5%-ного раствора сернокислого кобальта). Титруют молоко 0,1 моль/дм³ раствором гидроксида натрия. Начиная титрование, приливают сразу около 1 см³ раствора гидроксида натрия, перемешивают, затем раствор гидроксида натрия добавляют медленно и в конце титрования по каплям, все время помешивая содержимое, до появления слабо-розового окрашивания, соответствующего эталону и не исчезающего в течение 1 мин.

Количество раствора гидроксида натрия, затраченного на нейтрализацию 10 см³ молока, умноженное на 10, дает кислотность в градусах Тернера. Расхождение

между параллельными определениями не должно превышать ± 1 °Т.

4.3.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА РАСТИТЕЛЬНОГО МАСЛА

Проведение измерения. В коническую колбу вместимостью 250 см³ взвешивают навеску массой 3...5 г с точностью до 0,01 г. Затем к навеске приливают 50 см³ спиртоэфирной или спиртохлороформной нейтрализованной смеси. Содержимое колбы перемешивают взбалтыванием. Если при этом масло не растворяется, его нагревают на водяной бане, нагретой до (50 ± 2) °С, затем охлаждают до 15...20 °С. К раствору добавляют несколько капель фенолфталеина. Полученный раствор масла при постоянном взбалтывании быстро титруют 0,1 н. раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия до получения слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

При титровании водным 0,1 н. раствором КОН или NaOH количество спирта, применяемого вместе с эфиром или хлороформом, во избежание гидролиза раствора мыла должно не менее чем в пять раз превышать количество израсходованного раствора гидроокиси.

При кислотном числе масла свыше 6 мг КОН/г берут навеску масла массой 1...2 г с точностью до 0,01 г и растворяют ее в 40 см³ нейтрализованной смеси растворителей. При кислотном числе масла менее 4 мг КОН/г титрование ведут из микробюретки.

Кислотное число масла, мгКОН/г, вычисляют по формуле

$$X = 5,611 \cdot V \cdot K / m,$$

где 5,611 – масса 0,1н раствора КОН, мг; при использовании NaOH значение получают умножением расчетной массы NaOH в 1 см³ раствора 0,1н. (равной 4,0) на 1,4 - отношение молекулярных масс КОН и NaOH;

K – отношение действительной концентрации раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия к номинальной;

V – объем 0,1 н. раствора гидроокиси калия или натрия, израсходованного на титрование, см³;

m – масса навески, г.

Вычисления ведут с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением результатов до первого десятичного знака.

Результаты проведенных исследований представить в виде табл. 4.2.

Таблица 4.2 - Результаты определения кислотности продуктов

Наименование продукта	Кислотность	Требования ГОСТ
Хлеб, град		
Молоко, °Т		
Растительное масло, мгКОН/г		

На основании результатов сделать вывод о соответствии требованиям нормативной документации.

4.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЩЕЛОЧНОСТИ МУЧНЫХ КОНДИТЕРСКИХ ИЗДЕЛИЙ

Для разрыхления печенья применяют химические разрыхлители основного характера: карбонат аммония и гидрокарбонат натрия (NaHCO_3 , питьевая сода). При нагревании теста в печи эти вещества разлагаются с образованием продуктов CO_2 и NH_3 , которые и разрыхляют тесто. Образующаяся в результате реакции углекислая сода придает печенью щелочную реакцию:



Щелочность печенья выражают в градусах. Под *градусом щелочности* понимают количество см^3 1 н. раствора серной кислоты, пошедшее на нейтрализацию щелочных веществ в 100 г печенья.

Для определения щелочности печенья ГОСТ предусматривает метод титрования, который основан на нейтрализации щелочных веществ, содержащихся в навеске, кислотой в присутствии бромтимолового синего до появления желтой окраски.

Проведение анализа. Навеску тонко измельченного печенья массой 25 г, взвешенного с точностью $\pm 0,01$ г, помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3 , приливают 250 см^3 дистиллированной воды, энергично взбалтывают, закрывают колбу пробкой и оставляют на 30 мин, взбалтывая через каждые 10 мин. Затем содержимое колбы фильтруют через вату, фильтровальную бумагу или два слоя марли в сухую колбу. В коническую колбу вместимостью 200 см^3 вносят пипеткой 50 см^3 фильтрата, прибавляют 2-3 капли бромтимолового синего и титруют 0,1 н. раствором серной кислоты до появления желтого окрашивания.

Щелочность печенья, град., вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot V_2 \cdot 10}{V_1 \cdot g},$$

где V – количество 0,1 н. кислоты, пошедшее на титрование, мл;

V_1 – объем вытяжки, взятой на титрование, мл;

V_2 – общий объем водной вытяжки, мл;

g – навеска, г.

Результаты проведенных исследований представить в виде табл. 4.3.

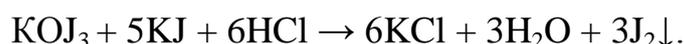
Таблица 4.3 - Результаты определения щелочности печенья

Наименование продукта	Щелочность	Требования ГОСТ

На основании результатов сделать вывод о соответствии требованиям нормативной документации.

4.5 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА С (АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ) В РАСТИТЕЛЬНЫХ ОБЪЕКТАХ

Метод основан на том, что при взаимодействии йодида и йодата калия в кислой среде выделяется йод:



Образовавшийся йод окисляет аскорбиновую кислоту в дегидроаскорбиновую. В качестве индикатора реакции используется раствор крахмала. Как только вся аскорбиновая кислота прореагирует с йодом, следующая его капля окрасит раствор крахмала в синий цвет.

Проведение анализа. Взвесить 2 г исследуемого материала с записью до второго знака, натереть на терке в чашку Петри или мелко порезать и тщательно растереть в фарфоровой ступке с небольшим количеством измельченного стекла, добавляя маленькими порциями 10 мл 5%-ного раствора соляной кислоты до получения однородной кашицы.

Хорошо перемешанную массу отфильтровывают на стеклянной воронке через вату в коническую колбу на 50-100 мл. Массу на фильтре следует промыть несколькими каплями воды. В фильтрат прилить 1 мл 1%-ного раствора крахмала и оттитровать рабочим раствором 0,003н. йода до появления синего окрашивания.

На основании средней величины титрования, полученной из двух-трех определений, рассчитать содержание аскорбиновой кислоты по формуле

$$X = \frac{0,264 \cdot V \cdot 100}{m},$$

где 0,264 – количество аскорбиновой кислоты в мг, соответствующее 1 мл 0,003н. раствора йода;

V - количество 0,003н. раствора йода, израсходованного на титрование, в мл;

m – количество вещества, взятое на анализ, в г;

100 – для пересчета на 100 г исследуемого материала.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА С (ДЛЯ ОКРАШЕННЫХ ОБЪЕКТОВ)

В мерную колбу на 100 мл вносят 1 мл исследуемого раствора и доводят водой до метки.

К 20 мл разведенного раствора добавляют 1 мл 2%-ной HCl, 0,5 мл 1%-ного раствора йодистого калия KJ и 2 мл 0,5%-ного раствора крахмала. Смесь перемешивают и титруют из микробюретки свежеприготовленным 0,001 н. раствором йодата калия KJO₃ до устойчивого синего окрашивания. Параллельно ведут контрольное титрование (вместо 20 мл исследуемого раствора берут 20 мл воды). Содержание аскорбиновой кислоты вычисляют по формуле

$$X = \frac{(C_3 - C_4) \times 0,088 \times C_1 \times 100}{H \times C_2},$$

где X – содержание аскорбиновой кислоты, мг %;

C₁ – общий объем вытяжки, в мл (в данном случае объем разведенного исследуемого раствора, равный 100 мл);

C₂ – аликвота исследуемого раствора, взятая на титрование;

C₃ – количество миллилитров 0,001 н. раствора йодата калия, пошедшего на титрование опытного образца;

C₄ – количество миллилитров 0,001 н. раствора йодата калия, пошедшего на контрольное титрование;

H – навеска исследуемой пробы, г. В данном случае 1 мл исследуемого раствора соответствует 1 г.

Результаты проведенных исследований представить в виде табл. 4.4.

Таблица 4.4 - Содержание витамина С в растительных объектах

Наименование продукта	Содержание витамина С	Требования ГОСТ

На основании результатов сделать вывод о соответствии требованиям нормативной документации.

4.6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЗОЛЫ

Содержание золы определяют путем сжигания и прокаливания исследуемого объекта сухим или мокрым методом.

Сухое озоление осуществляют при высокой температуре (около 500°C) в тигле в муфельной печи в условиях, исключающих потерю зольных элементов. При этом недопустимо доводить тигель до красного каления (500–600 °C), так как фосфаты могут сплавить частицы несгоревшего угля, что усложнит окончательное выгорание углерода. Кроме того, при температуре выше 500°C могут быть потери калия и особенно фосфора.

В ряде случаев при озолении в муфеле температуру контролируют только по окраске каления, что ограничивает использование сухого способа озоления.

Озоление сухим способом длительно и может продолжаться 6 ч и более. Для ускорения этого процесса применяют различные ускорители (концентрированная азотная кислота, пероксид водорода и др.), в присутствии которых процесс озоления сокращается до 2-3 ч. Наряду с этим существуют ускорители, которые одновременно с ускорением озоления предотвращают потери фосфора, связывая его. К такого рода ускорителям относятся ацетат магния, ацетат кальция и др.

При мокром озолении применяют смесь серной и азотной кислот или одну из этих кислот при температуре их кипения, а также пергидроль или другие окислители. Температура озоления находится на уровне 330°C. Для мокрого озоления можно использовать объекты с высокой влажностью и жидкие.

При определении количества микроэлементов в золе проводят озоление парами азотной кислоты (ускоренное).

В последнее время все большее распространение получает определение макро- и микроэлементов методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии, который позволяет выявить содержание многих элементов с высокой точностью. Принцип этого метода основан на способности диссоциированных атомов элементов (свободных от химических связей) поглощать свет в очень узкой области спектра. Этот метод прост в работе, универсален и высокочувствителен.

Проведение анализа. В заранее прокаленные и доведенные до постоянной массы тигли (взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г) отвешивают навеску исследуемого продукта. Тигли помещают у края дверцы муфельной печи, нагретой до темно-красного каления, что соответствует 400–500°C. Обугливают навески, не допуская воспламенения продуктов сухой перегонки. После прекращения выделения продуктов сухой перегонки тигли продвигают в глубь печи и сжигают образец до исчезновения черных частиц при температуре 600–900°C (ярко-красное каление). Цвет золы должен стать белым или слегка сероватым. Затем тигли помещают в эксикатор до полного охлаждения, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и вновь направляют в муфельную печь на прокаливание в течение 20 мин. Прокаливание продолжают до тех пор, пока погрешность взвешивания (0,0002 г) не превысит разницу между двумя последовательными взвешиваниями.

Из-за высокой гигроскопичности золы и тигля операцию взвешивания следует проводить быстро.

4.7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОВАРЕННОЙ СОЛИ В СОЛЕНОЙ РЫБЕ

Оборудование: Колбы мерные вместимостью 150 и 200 см³, воронки, пипетки, фильтры бумажные.

Реактивы: нитрат серебра - 0,1 н. (моль/дм³) раствор, хромат калия — 10%-ный насыщенный раствор, дистиллированная вода.

Проведение анализа. Навеску фарша рыбы массой 2 г помещают в мерную колбу вместимостью 200 см³ и заливают нагретой до 40 - 50 °С дистиллированной водой на 3/4 объема колбы. Смесь фарша с водой настаивают в течение 15–20 мин, сильно взбалтывая колбу в течение 30 с через каждые 5 мин.

Жидкость в колбе охлаждают до комнатной температуры, затем доводят дистиллированной водой до метки, взбалтывают и фильтруют через сухой складчатый фильтр, причем первые 20 - 30 см³ фильтрата отбрасывают.

Отбирают пипеткой 25 см³ фильтрата в колбу вместимостью 150 см³ и титруют 0,1 н. (моль/дм³) раствором нитрата серебра в присутствии двух-трех капель насыщенного (10%-ного) раствора хромата калия до исчезающей красновато-бурой окраски.

Содержание хлорида натрия определяют по формуле, %:

$$X = n \cdot 0,00585 \cdot V \cdot 100 / m \cdot V_1,$$

где n – объем 0,1 н. (моль/дм³) раствора нитрата серебра, израсходованного на титрование, см³;

0,00585 – содержание хлорида натрия, соответствующее 1 см³ точно 0,1 н. (моль/дм³) раствора нитрата серебра, г;

V – объем жидкости в мерной колбе, см³;

V_1 – объем фильтрата, взятый для титрования, см³;

m – навеска фарша, г.

Результаты проведенных исследований представить в виде табл. 4.5.

Таблица 4.5 - Содержание минеральных веществ

Наименование продукта	Содержание золы, мг/г	Требования ГОСТ	Содержание NaCl, %	Требования ГОСТ

На основании результатов сделать вывод о соответствии требованиям нормативной документации.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. *Пищевые кислоты: общая характеристика и их содержание в пищевых продуктах.*

2. *Методы определения органических кислот в пищевых продуктах.*

3. *Активная кислотность. Сущность метода определения активной кислотности пищевых продуктов с помощью индикаторной бумаги и потенциометрическим методом.*

4. *Сущность метода определения общей (титруемой) кислотности пищевых продуктов (на примере молочных, хлебобулочных, рыбных продуктов, растительных масел).*

5. *Сущность метода определения щелочности мучных кондитерских изделий.*
6. *Определение содержания витамина С (аскорбиновой кислоты).*
7. *Минеральные вещества: роль в организме человека; классификация.*
8. *Методы определения минеральных веществ.*
9. *Сущность метода определения массовой доли золы.*
10. *Сущность метода определения поваренной соли в пищевых продуктах.*

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕЛКОВЫХ И НЕБЕЛКОВЫХ ВЕЩЕСТВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

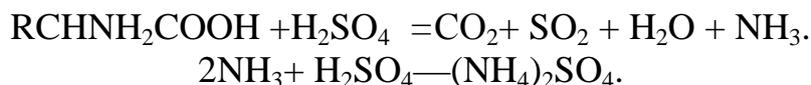
Цель работы: формирование умений и навыков для определения белковых и небелковых веществ в пищевых продуктах.

Задание по лабораторной работе:

1. Ознакомиться с методом определения белка биуретовым методом.
2. Ознакомиться с рефрактометрическим методом определения белка.
3. Ознакомиться с методом определения белка формольным титрованием.

5.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ БЕЛКА МЕТОДОМ КЬЕЛЬДАЛЯ

Метод основан на минерализации навески продукта при нагревании с концентрированной серной кислотой в присутствии катализаторов. При этом углерод и водород органических соединений окисляются до диоксида углерода и воды, азот, освобождаемый в виде аммиака, соединяется в колбе с серной кислотой, образуя сульфат аммония. Схематично происходящие реакции могут быть представлены следующим образом:



На последующей стадии дистилляции раствор сульфата аммония обрабатывают концентрированным раствором гидроксида натрия, при этом аммиак освобождается и улавливается титрованным раствором серной кислоты. Избыток серной кислоты оттитровывают раствором гидроксида натрия. Метод Кьельдаля применяют в нескольких модификациях, отличающихся в основном условиями минерализации. Для ускорения процесса вводят различные катализаторы: оксид меди, селен, свинец и другие, повышают температуру кипения серной кислоты добавлением солей, сульфата калия или натрия, сочетают добавление катализатора и солей при сжигании навески.

Методом Кьельдаля в любой модификации определяется количество общего азота. Массовая доля белка вычисляется умножением полученной величины общего азота на переводной коэффициент 6,25, исходя из того, что в белках в среднем содержится 16% азота. Условность полученных результатов при таком пересчете очевидна, так как не весь азот пищевого продукта находится в форме белка и, кроме того, процентное содержание азота в белках подвержено колебаниям как в сторону повышения, так и в сторону понижения от 16%. В некоторых продуктах азотистые вещества небелкового характера достигают значительных количеств (мышечная ткань рыбы – 15%, мясо животных – 10–16% от общего количества азотистых веществ).

Следовательно, для получения более точных результатов необходимо либо при пересчете общего азота на белок использовать различные коэффициенты в зависимости от процентного содержания азота в белках отдельных продуктов (мясо и овощи – 6,25; пшеница, рожь, горох и др. – 5,7; гречиха, рис – 6,0; молоко – 6,37 и т. д.), либо белковый азот определять отдельно специальными методами.

5.1.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО АЗОТА ПО КЪЕЛЬДАЛЮ

В кварцевую пробирку помещают 1 г тонко измельченной пробы. Во избежание потерь вещества на стенках горлышка колбы удобно пользоваться закрытыми с одного конца трубочками из чистой фильтровальной бумаги (не содержащей азотистых веществ). Для сжигания навески в колбу вливают 15 мл концентрированной серной кислоты и добавляют таблетку катализатора. Осторожно круговыми движениями перемешивают содержимое пробирки. Затем вносят в неё 20 см³ перекиси водорода, не допуская вспенивания.

Пробирки помещаются в блок озоления печи, которая снабжена числовым дисплеем, датчиком контроля температуры и инфракрасным нагревателем. Возможно проведение озоления шести образцов параллельно. Нагрев печи происходит постепенно в три этапа, достигая максимальной температуры горения 450 °С. Процесс занимает примерно 1,5 ч. Аппарат должен находиться под вытяжкой либо оборудоваться устройством для отвода рабочих паров с их нейтрализацией концентрированными растворами или сильными щелочами (например скруббер). Пары триоксида серы являются сильно агрессивными для слизистых оболочек даже при низких концентрациях.

По окончании минерализации пробирки оставляют остывать. Когда пробирки остыли, добавляют 20 мл не содержащей аммония дистиллированной воды и встряхивают пробирки.

В это время запускают аппарат отгонки и проводят холостой опыт. В пустую пробирку для минерализации вносят 20 мл воды, а в колбу для сбора дистиллята на 250 мл приливают 25 мл 4%-ного раствора борной кислоты и 10 капель раствора двойного индикатора. В пробирку для минерализации автоматически добавляется гидроксид натрия для нейтрализации и выщелачивания (от 50 до 100 мл) образца, а также дистиллированная вода для разбавления (обычно 50 мл). Конец силиконовой трубки из конденсирующего устройства должен быть опущен ниже поверхности раствора борной кислоты во избежание потерь аммония. Обычно собирают 100 мл конденсата. Данный цикл проходит в течение 5 мин. Содержимое конической колбы титруют раствором соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³ до изменения цвета.

После проведения холостого опыта проводят ту же самую процедуру с опытными пробирками. Холодную пробирку для минерализации и коническую колбу с борной кислотой и индикатором помещают в нужные позиции в паровом дистилляторе и начинают процесс отгонки. В процессе дистилляции цвет двойного индикатора изменяется с фиолетового на зеленый.

Содержимое конической колбы титруют раствором соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³ до изменения цвета индикатора обратно в фиолетовый.

Массовую долю белка X в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{1,4 \cdot N(V_1 - V_0) \cdot 6,38}{m},$$

где 1,4 – количество азота, эквивалентное 1 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией 0,1 моль/дм³, мг/см³;

N – коэффициент, численно равный величине молярной концентрации раствора соляной кислоты, выраженный в мг/см³;

V₁ – объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование дистиллята в основном анализе, см³;

V₀ – объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование дистиллята в контрольном анализе, см³;

6,38 – коэффициент пересчета массовой доли общего азота на массовую долю общего белка; m – масса молока, взятая на анализ, г.

За окончательный результат испытания при анализе по Кьельдалю принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,03%.

5.2. 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 Дженнинга.

Биуретовый реактив – 15 см³ 10 н. раствора КОН и 25 г сегнетовой соли, взятой с погрешностью ±0,01 г, растворяют примерно в 900 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Медленно добавляют при постоянном перемешивании 30 см³ 4 %-ного раствора CuSO₄, отмеренного цилиндром, и доводят объем колбы до метки дистиллированной водой.

Техника определения

Взвешивают около 1,5 г муки с погрешностью $\pm 0,001$ г и помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250–300 см³, снабженную пробкой. Отмеривают цилиндром с ценой деления 0,1 см³ под тягой 2 см³ четыреххлористого углерода для извлечения жира из образца, добавляют пипеткой 100 см³ биуретового реактива. Закрытую пробкой колбу встряхивают на механическом встряхивателе в течение 60 мин. Далее вытяжку 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 определяют содержание белка в навеске (мг) с помощью калибровочной кривой (рис. 5.1). Рассчитывают массовую долю белка (в % на сухие вещества) муки.

Запись в лабораторном журнале

Масса муки (m).....г
Величина оптической плотности (D)
Содержание белка в навеске муки
(по калибровочной кривой)(n/1000).....г
Массовая доля белка в муке (M₁)..... %
Массовая доля белка в 100 г сухих веществ (M)...%
Заключение

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 образцов 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 в модификации Дженнинга определяют оптическую плотность белковых вытяжек всех образцов.

При построении кривой на оси абсцисс откладывают величины оптической плотности, а на оси ординат – содержание белка в навеске в мг (рис. 5.1).

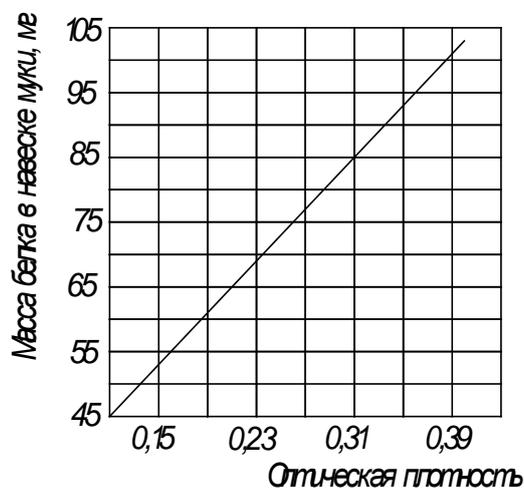


Рис. 5.1. Калибровочная кривая (биуретовый метод)

Результаты определения массовой доли белка в муке заносят в табл. 5.1.

Таблица 5.1 – Массовая доля белка в муке

Наименование муки	Массовая доля белка, мг	
	Результаты опыта	Требования ГОСТ

5.3. РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на установлении разности показателей преломления исследуемого вещества и раствора, полученного после осаждения белков раствором хлористого кальция при кипячении.

Техника определения

Отмеривают пипеткой 5 мл исследуемого вещества (молока) в пробирку, добавляют 5-6 капель 4%-ного раствора хлористого кальция. Пробирку закрывают пробкой и помещают на водяную баню на 10 мин. Затем содержимое фильтруют через складчатый фильтр. В прозрачном фильтрате, а также в исходном молоке определяют на рефрактометре показатель преломления при 20⁰С. Содержание белка в молоке (в %) рассчитывают по формуле

$$a = \frac{n_{D_m}^{20} - n_{D_c}^{20}}{0,002045},$$

где a – содержание белка, %; $n_{D_m}^{20}$ – показатель преломления молока при 20⁰С;

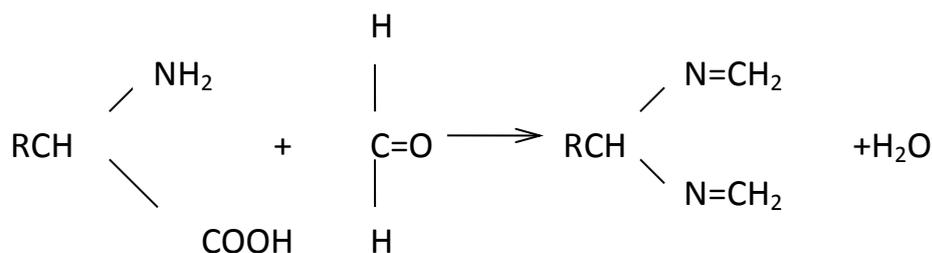
$n_{D_c}^{20}$ – показатель преломления фильтрата при 20⁰С;

0,002045 – коэффициент, позволяющий выразить полученную разность показателей преломления, % от общего белка.

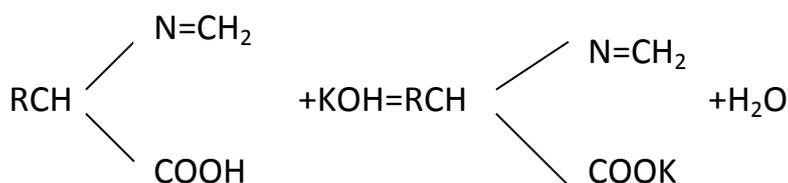
5.4. МЕТОД ФОРМОЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ

Сущность реакции формалина на белок заключается в том, что альдегидная группа формалина взаимодействует с аминогруппой белка, которая теряет свои основные свойства, в связи с чем кислые свойства белка усиливаются. Количество титруемых карбоксильных групп будет эквивалентно количеству связанных формальдегидом аминных групп.

Схематично эти реакции могут быть представлены в следующем виде:



Образующаяся в этой реакции метиленаминокислота является сильной кислотой. Процесс титрования этой кислоты щелочью протекает таким образом:



Техника определения

Отмеривают пипеткой 10 мл исследуемого молока и вносят его в коническую колбу вместимостью 100 мл, добавляют 10-12 капель 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором NaOH до слабо-розового окрашивания, не исчезающего при взбалтывании. После этого в колбу приливают из бюретки 2 мл 30-40%-ного раствора формалина, свежее нейтрализованно щелочью до слабо-розового окрашивания по фенолфталеину.

Содержимое колбы взбалтывают, молоко обесцвечивается, записывают показание бюретки и продолжают титрование до окраски жидкости, соответствующей окраске молока до прибавления формалина.

Показания бюретки вновь записывают и устанавливают количество миллилитров щелочи, пошедшее на второе титрование. Затем рассчитывают содержание белка в молоке.

V_1 – количество 0,1 н. раствора NaOH, израсходованное до прибавления формалина, мл;

V_2 – общее количество 0,1 н. раствора NaOH, израсходованное после прибавления формалина, мл;

$(V_2 - V_1)$ – количество 0,1 н. раствора NaOH, пошедшее на нейтрализацию карбоксильных групп, мл;

$(V_2 - V_1) \cdot 1,92$ – общее количество белка в молоке, %;

$(V_2 - V_1) \cdot 1,51$ – содержание казеина в молоке, %.

Примечание. 1,92 и 1,51 – экспериментально установленные коэффициенты для пересчета оттитрованных карбоксильных групп на процентное содержание белка в молоке.

Результаты проведенных исследований представить в табл. 5.2.

Таблица 5.2 – Массовая доля белка в молоке

Наименование образца молока	Массовая доля общего белка, %			Массовая доля казеина, %	
	Рефрактометрическим методом	Методом формольного титрования	Требования ГОСТ	Методом формольного титрования	Требования ГОСТ

На основании результатов сделать вывод о их соответствии требованиям нормативной документации.

5.5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АМИНОАММИАЧНОГО АЗОТА

На стадии глубокого автолиза ферментативный процесс созревания при высоких температурах хранения после достижения мясом полной зрелости может пойти так глубоко, что значительно увеличивается количество аминокислотного азота и других продуктов распада белков. При этом активизируются ферменты мышечной ткани – катепсины и пептидазы, которые катализируют разрыв пептидных связей белковых полипептидных частиц. При разрушении пептидных связей в белках освобождаются карбоксильные и аминогруппы и происходит дезаминирование аминокислот, что приводит к увеличению количества азота аминокислот и аммиака (аминоаммиачного азота).

Метод аминокислотного азота основан на связывании аминокислот и аммиака формальдегидом и титровании щелочью карбоксильных групп, количество которых эквивалентно азоту аминокислот и аммиака.

Работа выполняется фронтальным методом тремя группами студентов, которые исследуют мышечную ткань различных сроков и условий хранения. В конце работы сопоставляются полученные результаты и делается вывод о закономерностях накопления низкомолекулярных продуктов гидролиза белков и пептидов на различных стадиях автолиза. Каждой группой студентов выполняется не менее трех параллельных определений.

Техника определения

Приготовление исследуемых экстрактов выполняется всеми группами студентов следующим образом: навески предварительно измельченной мышечной ткани массой $(20,00 \pm 0,02)$ г растирают в ступках с 5-10 мл дистиллированной воды. Смесь количественно переносят в мерные колбы вместимостью 200 мл с помощью воронок и стеклянных палочек. Доводят до 2/3 объем раствора в колбе дистиллированной водой. Содержимое колбы встряхивают 15 мин, затем помещают на кипящую водяную баню на 10 мин для коагуляции белков. После извлечения из бани колбу охлаждают холодной водой и доводят содержимое до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу.

Для опыта отбирают пипеткой по 25 мл образца фильтрата в конические колбы для титрования. Добавляют 5 капель раствора фенолфталеина и осторожно по каплям нейтрализуют 0,1 моль/дм³ раствором гидроксида натрия до слабо-розового окрашивания.

К нейтрализованному фильтрату добавляют 10 мл формалина, предварительно нейтрализованного по фенолфталеину. Содержимое колбы хорошо перемешивают и титруют 0,1 моль/дм³ раствором гидроксида натрия до слабо-розового окрашивания.

Одновременно с тремя исследуемыми образцами проводят контрольное титрование. Для этого вместо фильтрата берут 25 мл воды.

Содержание аминного азота (азота конечных групп) вычисляют в мг% по формуле

$$AA = \frac{(V_1 - V_K) \cdot 1,4 \cdot V_3}{V_2 \cdot m_{\text{нав}}} \cdot 100,$$

где V_1 – количество 0,1н. раствора гидроксида натрия, израсходованное на титрование в рабочей пробе после добавления формалина, мл;

V_K – количество 0,1н. раствора гидроксида натрия, израсходованное на титрование в контрольной пробе, мл;

V_2 – объем экстракта, взятый для титрования мл;

V_3 – объем мерной колбы, мл;

$m_{\text{нав}}$ – масса навески мышечной ткани, г;

1,4 – количество аминного азота, соответствующее 1 мл 0,1н раствора гидроксида натрия, мг.

Результаты определения содержания аминного азота привести в табл. 5.3.

Таблица 5.3 – Содержание аминного азота, мг%

Срок хранения мышечной ткани	Содержание азота конечных групп, мг%

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Белки: общая характеристика и их содержание в пищевых продуктах.
2. Методы определения белковых веществ в пищевых продуктах: качественные реакции.
3. Методы определения белковых веществ в пищевых продуктах: количественные методы.
4. Определение биологической ценности белков.
5. Сущность метода определения массовой доли белка биуретовым методом.

6. *Сущность метода определения белка рефрактометрическим методом.*
7. *Сущность метода определения белка формольным титрованием.*
8. *Сущность метода определения содержания аминокислотного азота.*

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ И ЕГО КАЧЕСТВЕННЫХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ

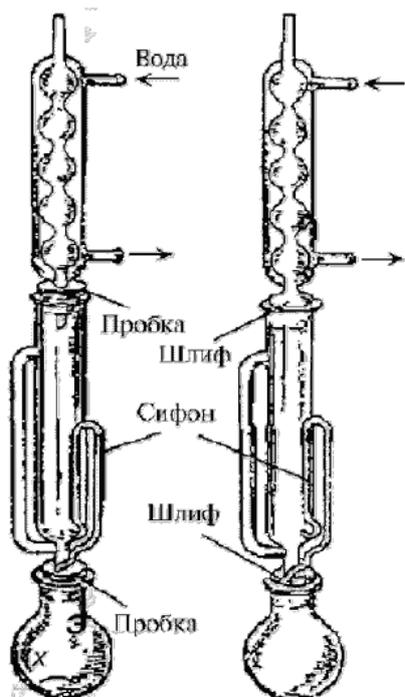
Цель работы: формирование умений и навыков определения массовой доли жира и его качественных показателей в пищевых продуктах.

Задание по лабораторной работе:

1. Ознакомиться с методами определения жира.
2. Провести идентификацию растительных масел по физическим показателям
3. Провести оценку качества растительных масел по физико-химическим показателям

6.1. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖИРА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Изучение липидов начинается с определения их количества (содержания) в пищевых продуктах. Для этого используются методы определения содержания липидов непосредственно в объекте и методы, связанные с извлечением липидов из пищевого продукта. Свободные липиды экстрагируются из анализируемого продукта неполярными растворителями, связанные - системами растворителей, содержащими спирт. Прочносвязанные липиды выделяют из обработанного щелочами и кислотами шрота, оставшегося после выделения связанных липидов.



Определение жира по Сокслету (прямое определение). Определение основано на извлечении жира растворителем из сухой навески исследуемого продукта в аппарате Сокслета, отгонке растворителя и взвешивании жира. В качестве растворителя чаще всего применяют этиловый эфир. Этиловым эфиром из исследуемого продукта извлекаются не только жиры, но и сопутствующие вещества. Поэтому определяемый этим методом жир называют «сырым» жиром. Берут навеску от 5 до 10 г, обезвоживают и количественно переносят в пакет из фильтровальной бумаги, затем помещают в экстрактор аппарата Сокслета. К экстрактору присоединяют предварительно высушенную при 105°C и взвешенную колбу Сокслета, наливают эфир и колбу нагревают на водяной бане.

Рис. 6.1. Аппарат Сокслета

Обычно экстрагирование продолжается 10 - 12 ч. Затем нагревание бани прекращают, колбе дают остыть и из нее отгоняют эфир. Потом колбу высушивают в сушильном шкафу. После окончания высушивания колбу взвешивают, содержание жира рассчитывают по формуле.

Определение жира по Рушковскому (по обезжиренному остатку). Метод заключается в том, что количество жира в исследуемом продукте определяется не по количеству извлекаемого жира, а по обезжиренному остатку. Предварительно готовят по два пакетика для каждой пробы, пакетики попарно высушивают до постоянного веса и окончательный вес записывают. Подготовленные навески заключают в пакетики, которые взвешивают на аналитических весах. Подготовленные пакетики помещают в экстрактор аппарата Сокслета, предварительно наполненный эфиром. По окончании экстракции пакетики высушивают при 100-105° С до постоянного веса. Содержание жира в процентах вычисляют по формуле.

6.2. ИДЕНТИФИКАЦИЯ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ ПО ФИЗИЧЕСКИМ ПОКАЗАТЕЛЯМ

При идентификации растительных масел определяют такие физические показатели, как плотность, вязкость, показатель преломления. Для оценки этих показателей используются простые физические приборы. Длительность исследования не превышает 10...20 мин, а методы относят к экспрессным.

6.2.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ

Аппаратура:

- рефрактометр для измерения показателя преломления от 1,3000 до 1,7000 с дискретностью шкалы не ниже 0,0002, обеспечивающий погрешность измерения $\pm 2 \cdot 10^{-4}$, типа ИРФ-22, ИРФ-23, ИРФ-454;

- термостат или аналогичное устройство, позволяющее регулировать температуру с точностью $\pm 0,25$ °С;

- термометр электроконтактный ТПК с пределами измерения от 0 до 150 °С, с ценой деления 2 °С, погрешностью измерения ± 2 °С;

- стеклянные палочки, пробирки с притертыми крышками, градуированные пипетки на 10 см³, груша резиновая, конические колбы на 100 см³.

Реактивы: α -бромнафталин; петролейный эфир, кипящий при температуре 40...60 °С, или гексан.

Подготовка к определению. Пробу испытуемого масла перемешивают и фильтруют. Если консистенция масла мягкая, то пробу испытуемого масла предварительно расплавляют.

Проведение определения. Перед определением показателя преломления поверхности призм рефрактометра вытирают мягкой тканью из хлопка или льна,

смоченной гексаном или петролейным эфиром. Образец масла, нанесенный на призмы рефрактометра, следует выдержать при этой температуре 5 мин.

Показатель преломления испытуемого образца определяют при 20, 40, 60 или 80 °С в зависимости от того, при какой температуре проба является жидкой. Определение проводят три раза.

Обработка результатов. За результат определения принимают среднее арифметическое трех параллельных определений. Вычисления проводят до четвертого десятичного знака. Если показатель преломления определяли не при 20 °С, то расчет этого показателя осуществляют по формуле

$$n^{20} = n' + (t - 20) \cdot 0.00035,$$

где n^{20} – показатель преломления растительного масла при температуре 20°С;

n' – показатель преломления растительного масла при температуре опыта;

t - температура опыта, °С;

0,00035 - изменение показателя преломления при изменении температуры на 1°С.

Допускаемые абсолютные расхождения между двумя параллельными определениями должны быть не более 0,0002.

По окончании определения масло удаляют с поверхностей призм сухой ватой, призмы протирают ватой, смоченной эфиром, и затем сухой мягкой льняной тканью.

Пользуясь данными, приведенными в табл. 6.1, устанавливается видовая принадлежность растительного масла. В окисленных маслах числовое значение показателя преломления выше по сравнению со свежим в результате увеличения молекулярной массы (вследствие присоединения кислорода, оксигрупп и т. д.).

Таблица 6.1 - Значения показателя преломления для растительных масел

Вид растительного масла	Показатель преломления	Температура определения, °С
1	2	3
Подсолнечное	1,4736...1,4762	20
Соевое	1,4722...1,4754	20
Хлопковое	1,4742...1,4768	20
Арахисовое	1,4680...1,4720	20
Льняное	1,4880...1,4870	20
Конопляное	1,4717...1,4780	20
Горчичное	1,4730...1,4769	20

1	2	3
Кукурузное	1,4720...1,4740	20
Рапсовое	1,4720...1,4760	20
Оливковое	1,4660...1,4710	20
Оливковое из ядра косточек	1,4460...1,4740	20
Кокосовое	1,4480...1,4500	40
Пальмовое	1,4540...1,4560	40
Пальмоядровое	1,4480...1,4520	40

6.2.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ПЛОТНОСТИ РАСТИТЕЛЬНОГО МАСЛА ПИКНОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Сущность метода. Пикнометрический метод заключается в установлении массы определенного объема дистиллированной воды при 4°С и равного объема исследуемого растительного масла при температуре 20 °С в специальной колбе-пикнометре. Пикнометр представляет собой узкогорлую стеклянную колбу с притертой пробкой объемом от 2 до 50 см³ с нанесенной на шейке меткой.

Аппаратура: мерный цилиндр (50 см³), пипетка, пикнометр; весы аналитические.

Порядок проведения работы. Тщательно вымытый, высушенный пикнометр взвешивают на аналитических весах и тщательно наполняют дистиллированной водой, имеющей комнатную температуру. Для наполнения пикнометра используют пипетку, чтобы избежать образования стойких пузырьков воздуха и попадания капелек воды на горлышко пикнометра выше метки. Наполненный немного выше метки пикнометр ставят в термостат при температуре 20 °С и выдерживают 30 мин. Для некоторых видов растительных масел определение производят при других температурах (табл. 6.2). Уровень воды в пикнометре устанавливают по верхнему краю мениска, избыток воды в пикнометре отбирают пипеткой или фильтровальной бумагой, внутренние стенки и наружные поверхности тщательно вытирают фильтровальной бумагой и взвешивают на аналитических весах с погрешностью измерения 0,0001 г.

Затем воду из пикнометра выливают, ополаскивают его этиловым спиртом для удаления влаги, высушивают в сушильном шкафу и охлаждают. Массу растительного масла определяют так же, как и массу дистиллированной воды.

Таблица 6.2 - Относительная плотность растительного масла

Вид растительного масла	Относительная плотность масла	Температура, °С	
		масла	воды
Подсолнечное	0,918...0,923	20	20
Соевое	0,919...0,925	20	20
Хлопковое	0,918...0,926	20	20
Арахисовое	0,914...0,917	20	20
Льняное	0,924...0,930	25	25
Конопляное	0,923...0,925	25	25
Горчичное	0,910...0,921	20	20
Кукурузное	0,917...0,925	20	20
Рапсовое	0,914...0,920	20	20
Оливковое	0,910...0,913	20	20
Рыжиковое	0,922...0,928	15,5	15,5
Кокосовое	0,908...0,926	40	20
Пальмовое	0,891...0,899	50	20
Пальмоядровое	0,899...0,914	40	25

Обработка полученных результатов. Плотность образца растительного масла определяют по формуле

$$d_{20}^{20} = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0),$$

где m_0 — масса пустого пикнометра г;

m_2 — масса пикнометра с исследуемым образцом растительного масла, г;

m_1 — масса пикнометра с дистиллированной водой, г.

Плотность воды при 4⁰С равна единице, при температуре 20⁰С - 0,998232 г/см³, при температуре 25⁰С - 0,997074 г/см³, при 15,5⁰С - 0,999048 г/см³.

Основываясь на данных, приведенных в табл. 6.2, дают заключение о видовой принадлежности пробы растительного масла.

6.2.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЯЗКОСТИ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ

Вязкость натуральных растительных масел колеблется в относительно узких пределах, но имеет большое значение при установлении природной чистоты жиров. Вязкость определяется при помощи вискозиметров различной конструкции. Наиболее часто используется вискозиметр Освальда.

Приборы и лабораторная посуда: вискозиметр Освальда, цилиндр мерный, пипетки лабораторные.

Вискозиметр Освальда представляет собой U-образную трубку, одна из частей которой имеет вверху расширение, переходящее внизу в капилляр. Дру-

гая, более широкая часть трубки, внизу расширена. Выше и ниже грушевидного расширения, в левой части трубки, имеются метки, определяющие объем заполнения.

Порядок проведения исследования. Пробу растительного масла наливают в широкую часть трубки (правую), а затем высасыванием из узкой (левой) части переводят ее в грушевидную часть так, чтобы жидкость поднялась немного выше верхней метки. После этого жидкость свободно вытекает в широкую (правую) часть вискозиметра. По секундомеру замечают длительность протекания растительного масла от верхней до нижней части прибора.

Обработка результатов исследования и выводы. Динамическую вязкость (в мПа • с) определяют по формулам:

$$\mu = v \cdot \rho;$$

$$v = g / 9.807 \cdot T \cdot K \cdot 1000,$$

где K - постоянная вискозиметра (0,9522 при диаметре капилляра 1,77 мм или 0,2928 при диаметре капилляра 1,52 мм);

T - время истечения масла, с;

g - ускорение свободного падения, м²/с.

Выводы о чистоте природных растительных масел делают, сравнивая полученные результаты с данными, приведенными в табл. 6.3.

Таблица 6.3 - Вязкость растительных масел при температуре 20 °С

Вид растительного масла	Динамическая вязкость, мПа • с	Температура определения, °С
Подсолнечное	54,9...59,8	20
Соевое	53,2...65,9	20
Хлопковое	59,2...72,3	20
Арахисовое	75,9...81,2	20
Льняное	47,9...53,0	20
Конопляное	64,6...64,9	15
Кукурузное	65,7...72,3	20
Оливковое	71,3...87,4	20
Рыжиковое	26,5	15
Кокосовое	27,3	40
Пальмовое	26,2	50
Пальмоядровое	23,5	50

Результаты исследований представить в виде табл. 6.4. Сделать вывод о соответствии продукции требованиям нормативной документации.

Таблица 6.4 – Физические показатели растительных масел

Наименование продукта	Показатель преломления	Плотность	Вязкость	Соответствие нормативным показателям

6.3. ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РАСТИТЕЛЬНОГО МАСЛА ПО ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИМ ПОКАЗАТЕЛЯМ

6.3.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОГО ЧИСЛА РАСТИТЕЛЬНОГО МАСЛА

Определение кислотного числа титриметрическим методом с визуальной индикацией (определяют кислотное число светлых и рафинированных масел) проводят по ГОСТ Р 52110-2003.

Аппаратура и материалы: весы лабораторные с пределом допустимой абсолютной погрешности не более $\pm 0,02$ г; шкаф сушильный лабораторный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (50 ± 2) °С; баня водяная; секундомер; цилиндры мерные (на 100 см³ и 500 см³); колбы конические (на 250 см³); бюретки; стаканы химические; термометр жидкостный стеклянный, позволяющий измерять температуру в интервале от 50 до 100 °С с ценой деления 1...2 °С; палочка стеклянная; бумага фильтровальная лабораторная.

Реактивы: калия гидроокись, х. ч. или ч.д. а.; 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) водный или спиртовой раствор КОН или NaOH; спирт этиловый технический (гидролизный) или спирт этиловый ректификованный технический; хлороформ технический; эфир этиловый очищенный или эфир медицинский; спиртовой раствор фенолфталеина массовой долей 1 %; вода дистиллированная.

Подготовка к измерению. Спиртоэфирную смесь готовят по объему из двух частей этилового эфира и одной части этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 см³ смеси.

Спиртохлороформную смесь готовят из равных частей хлороформа и этилового спирта с добавлением пяти капель раствора фенолфталеина на 50 см³ смеси.

Спиртоэфирную и спиртохлороформную смеси нейтрализуют 0,1 н. раствором КОН или NaOH до едва заметной розовой окраски.

При использовании спиртоэфирной смеси титрование проводят водным или спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия; при использовании спиртохлороформной смеси - спиртовым раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия.

Прозрачное незастывшее растительное масло перед взятием навески для анализа хорошо перемешивают. При наличии в жидком масле мути или осадка, а также при анализе застывших масел часть лабораторной пробы (50 г) помещают в сушильный шкаф, в котором поддерживается температура $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$, и нагревают до той же температуры. Затем масло перемешивают. Если после этого масло не становится прозрачным, его фильтруют в шкафу при температуре 50°C .

Проведение измерения. В коническую колбу вместимостью 250 см³ взвешивают навеску массой 3...5 г с точностью до 0,01 г. Затем к навеске приливают 50 см³ спиртоэфирной или спиртохлороформной нейтрализованной смеси. Содержимое колбы перемешивают взбалтыванием. Если при этом масло не растворяется, его нагревают на водяной бане температурой до $(50 \pm 2)^\circ\text{C}$, затем охлаждают до 15...20 °С. К раствору добавляют несколько капель фенолфталеина. Полученный раствор масла при постоянном взбалтывании быстро титруют 0,1 н. раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия до получения слабо-розовой окраски, устойчивой в течение 30 с.

При титровании водным 0,1 н. раствором КОН или NaOH количество спирта, применяемого вместе с эфиром или хлороформом, во избежание гидролиза раствора мыла должно не менее чем в пять раз превышать количество израсходованного раствора гидроокиси.

При кислотном числе масла свыше 6 мг КОН/г берут навеску масла массой 1...2 г с точностью до 0,01 г и растворяют ее в 40 см³ нейтрализованной смеси растворителей. При кислотном числе масла менее 4 мг КОН/г титрование ведут из микробюретки.

Кислотное число масла X , мг КОН/г, вычисляют по формуле

$$X = 5,611 \cdot V \cdot K / m,$$

где 5,611 – масса 0,1н. раствора КОН, мг; при использовании NaOH значение получают умножением расчетной массы NaOH в 1 см³ раствора 0,1н. (равной 4,0) на 1,4 – отношение молекулярных масс КОН и NaOH;

K – отношение действительной концентрации раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия к номинальной;

V – объем 0,1 н. раствора гидроокиси калия или натрия, израсходованного на титрование, см³;

m – масса навески, г.

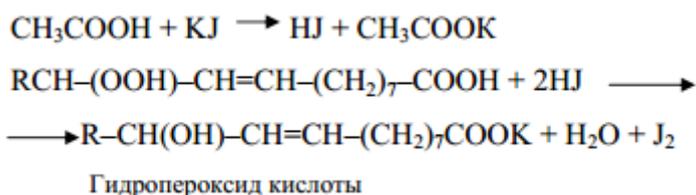
Вычисления ведут с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением результатов до первого десятичного знака.

6.3.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРЕКИСНОГО (ПЕРОКСИДНОГО) ЧИСЛА

Перекисное (пероксидное) число (ПЧ) выражают в миллимолях активного кислорода на 1000 г жира или в процентах йода, выделившегося при взаимо-

действии активного пероксидного или гидропероксидного кислорода с йодисто-водородной кислотой.

Метод основан на реакции взаимодействия активного пероксидного или гидропероксидного кислорода с йодисто-водородной кислотой при титровании:



Выделившийся свободный йод оттитровывают 0,01 моль/дм³ раствором тиосульфата натрия:



Метод предназначен для определения первичных продуктов окисления жиров и масел — пероксидных и гидропероксидных соединений.

Проведение анализа

В коническую колбу с пришлифованной пробкой взвешивают с точностью до третьего десятичного знака 1 г исследуемого масла (жира). Навеску масла (жира) растворяют в предварительно приготовленной смеси ледяной уксусной кислоты и хлороформа (в соотношении 2:1 по объему).

Добавляют в колбу 1 см³ 50 %-ного раствора КJ (не должно быть расслоения, в противном случае необходимо увеличить количество смеси). Колбу выдерживают 20 мин без доступа света. Затем в колбу добавляют 50 см³ дистиллированной воды и 5...6 капель 1 %-ного раствора крахмального клейстера. Выделенный йод титруют 0,01 моль/дм³ раствором тиосульфата натрия. Параллельно с основным определением проводят контрольное.

Перекисное число в миллимолях активного кислорода на 1000 г (1 кг) вычисляют по формуле

$$\text{ПЧ} = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 1000}{m},$$

где V_1 – количество 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование в основном опыте, см³;

V_2 – количество 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование в контрольном опыте, см³;

C – концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³;

m – масса исследуемого образца масла или жира, г;

1000 – коэффициент, учитывающий пересчет результата измерения в миллимоли активного кислорода на 1 кг.

Перекисное число в процентах йода вычисляют по формуле

$$\text{ПЧ} = \frac{(V_1 - V_2) \times K \times 0,001269 \times 100}{m},$$

где V_1 – количество 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование в основном опыте, см³;

V_2 – количество 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, пошедшего на титрование в контрольном опыте, см³, в котором используются те же реактивы, но без навески;

K – коэффициент нормальности 0,01 моль/дм³ раствора гипосульфита натрия;

0,001269 - количество йода, соответствующее 1 см³ точно 0,01 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, г;

m – масса исследуемого образца масла или жира, г;

100 – коэффициент, учитывающий пересчет результата измерения в проценты.

Результаты исследований представить в виде табл. 6.5. Сделать вывод о соответствии требованиям нормативной документации.

Таблица 6.5 – Физико-химические показатели растительных масел

Наименование продукта	Кислотное число	Перекисное число	Требование ГОСТ

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Липиды: классификация, общая характеристика и их содержание в пищевых продуктах.

2. Строение и свойства жиров.

3. Физико-химические показатели жиров.

4. Изменения жиров при хранении, технологической обработке.

5. Методы определения жиров в пищевых продуктах.

6. Методы идентификации растительных масел по физическим показателям.

7. Методы оценки качества растительных масел по физико-химическим показателям (определение кислотного, перекисного чисел).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕВОДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ

Цель работы: формирование умений и навыков определения углеводов в пищевых продуктах.

Задание по лабораторной работе:

1. Ознакомиться с методом определения массовой доли редуцирующих веществ.
2. Ознакомиться с методом определения пектиновых веществ.
3. Ознакомиться с методом определения клетчатки.
4. Ознакомиться с методами определения сахаров в напитках.

7.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ РЕДУЦИРУЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В МАРМЕЛАДЕ

В рецептуру мармелада, кроме большого количества сахара, входит патока, поэтому в готовом изделии, наряду с сахарозой, всегда присутствуют и редуцирующие вещества. Редуцирующие вещества предохраняют мармелад от засахаривания и высыхания, однако их избыточное содержание может вызвать увлажнение мармелада, так как они не только обладают антикристаллизационными свойствами, но еще и гигроскопичны.

Для определения массовой доли редуцирующих веществ в мармеладе могут быть использованы следующие методы: перманганатный, йодометрический, феррицианидный и фотоколориметрический. Определение редуцирующих сахаров этими методами включает нижеследующие этапы: приготовление водной вытяжки, осаждение мешающих нес сахаров, фильтрование и количественное определение редуцирующих сахаров в полученной вытяжке.

Следует иметь в виду, что результат анализа можно получить только при обязательном наличии избытка щелочного раствора феррицианида. Если такого избытка нет, то фотоколориметрирование или титрование не имеет смысла. Иногда при расчете массы навески предполагаемое количество редуцирующих веществ принято неточно, в результате чего оно в реакционной смеси оказывается большим, чем может окислить 25 см³ раствора феррицианида. В процессе кипения наблюдается сначала полное обесцвечивание раствора с последующей повторно возникающей окраской, но уже желтого цвета, как следствие разложения сахаров в щелочной среде. В этом случае опыт следует повторить, уменьшив вводимый объем водной вытяжки.

Фотоколориметрический метод с применением в качестве окислителя редуцирующих веществ мармелада гексацианоферрата(III)калия (феррицианида) является наиболее быстрым и простым. В основе этого метода лежит способность редуцирующих сахаров при нагревании их со щелочным раствором феррицианида (красной кровяной соли) восстанавливать его в ферроцианид (или желтую кровяную соль), причем сахара окисляются до соответствующих кислот:

$$C_6H_{12}O_6 + 6K_3Fe(CN)_6 + 6KOH = (CHON)_4(COOH)_2 + 4H_2O + 6K_4Fe(CN)_6.$$

Принцип метода заключается в том, что к раствору редуцирующих веществ прибавляют точно отмеренный избыток окислителя - феррицианида. О количестве сахара судят по остатку феррицианида после проведения реакции (чем меньше сахара, тем больше феррицианида). Остаток раствора феррицианида определяют по оптической плотности на приборе ФЭК-56М в кюветах с толщиной слоя 10 мм и со светофильтром, имеющим длину волны 440 нм (для ФЭК-56М эта длина волны соответствует светофильтру № 4 - синий).

Материалы, реактивы, оборудование. Мармелад, дистиллированная вода, фарфоровая ступка с пестиком, мерная колба вместимостью 100 см³, стакан вместимостью 100 см³, термометр, конические колбы, градуированная пипетка на 10 см³, бюретка вместимостью 25 см³, щелочной раствор феррицианида, фотоэлектроколориметр, весы технические.

Приготовление щелочного раствора феррицианида. Взвешивают 8г $K_3PF(CN)_6$ и 20 г NaOH (или 28 г KOH). Каждую навеску растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды отдельно, а затем сливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят до метки и тщательно перемешивают. Используют реактив не ранее чем через 1 сут, хранят в склянке из темного стекла или в темном месте.

Приготовление стандартного раствора глюкозы. Взвешивают 1,6 г безводной глюкозы с точностью до $\pm 0,0002$ г, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм³ и доводят дистиллированной водой до метки. Предварительно глюкозу выдерживают в эксикаторе в течение 3 сут над свежeproкаленным хлоридом кальция.

Построение калибровочного графика.

В шесть конических колб вместимостью 250 см³ вносят пипеткой по 25 см³ щелочного раствора феррицианида и по 7,0; 7,5; 8,0; 8,5; 9,0; 9,5 см³ стандартного раствора глюкозы. Из бюретки, соответственно, приливают 9,0; 8,5; 8,0; 7,5; 7,0; 6,5 см³ дистиллированной воды, доводя тем самым объем жидкости в каждой колбе до 41 см³. Содержимое каждой колбы нагревают до кипения и кипятят в течение 1 мин. Затем охлаждают и измеряют оптическую плотность на ФЭКе в кювете с толщиной слоя 10 мм и светофильтре, имеющем длину волны 440 нм. Оптическую плотность измеряют в каждом растворе не менее трех раз и из полученных результатов берут среднее арифметическое значение. По полученным

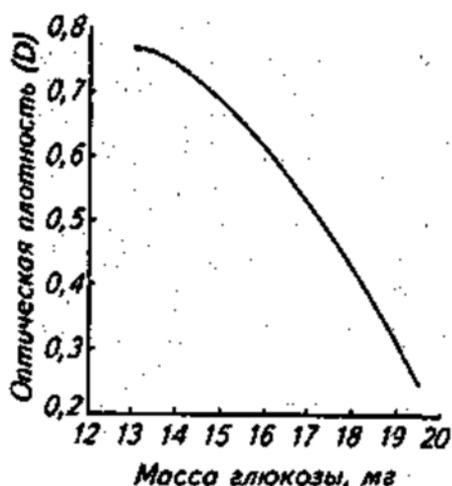


Рис. 7.1. Калибровочный график для определения содержания редуцирующих веществ и общего сахара

данным строят калибровочный график (рис. 7.1), откладывая на оси ординат значения оптической плотности, а на оси абсцисс - соответствующие этим значениям массы глюкозы в миллиграммах.

Подготовка образца к анализу. Навеску измельченного изделия берут из расчета, чтобы в 100 см³ раствора было около 0,2 г редуцирующих веществ. Масса навески

$$M = \frac{0,2 \times V_1}{C} = \frac{0,2 \times 100}{20} = 1,$$

где V_1 - вместимость мерной колбы, см³;

$V_1 = 100$ см³;

C - предполагаемое количество редуцирующих веществ в жележном мармеладе, %; $C = 20$ %.

Навеску растворяют в стакане с дистиллированной водой, подогретой до температуры 60 - 70°C. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают, доводят объем дистиллированной водой до метки и хорошо перемешивают.

Техника определения. В коническую колбу вместимостью 200 - 250 см³ отмеривают градуированной пипеткой 10 см³ испытуемого раствора и 6 см³ воды, добавляют из бюретки 25 см³ щелочного раствора феррицианида. Содержимое колбы доводят до кипения, кипятят ровно 1 мин и сразу охлаждают. После охлаждения заполняют раствором кювету прибора и определяют оптическую плотность при толщине просвечиваемого слоя 10 мм. Оптическую плотность измеряют на ФЭК-56М при длине волны 440 нм и светофильтре №4 (синий). По величине оптической плотности раствора с помощью калибровочной кривой (см. рис. 7.1) определяют количество редуцирующих веществ (миллиграммов глюкозы). Так как наиболее точные результаты получают при значении оптической плотности в интервале 0,30 - 0,60, то при получении других значений определение повторяют, изменив количество введенного испытуемого раствора и добавляемой дистиллированной воды (общий объем должен быть равен 41 см³).

Запись в лабораторном журнале:

Масса мармелада, взятая для определения редуцирующих сахаров (m), г;

Вместимость мерной колбы, в которой растворена навеска (V_1), см³;

Объем испытуемого раствора, взятый для реакции с феррицианидом (V_2), см³;

Масса мармелада, взятая для реакции с раствором феррицианида,

$m_2 = V_2 \cdot m / V_1$, г;

Оптическая плотность (D);

Количество редуцирующих веществ в m_1 (г) мармелада, найденное по калибровочному графику (a), мг;

Поправочный коэффициент (K), величина которого зависит от соотношения в мармеладе сахарозы и редуцирующих веществ:

<i>Количество редуцирующих сахаров, % по отношению к общему сахару</i>	<i>Поправочный коэффициент</i>
5 – 10	0,91
10 – 15	0,93
15 – 20	0,94
20 – 30	0,95
30 – 40	0,97
40 - 60	0,98

Количество редуцирующих веществ в 100 г мармеладной массы

$$m_3 = (100 \cdot a \cdot V_1 \cdot K) / (V_2 \cdot m_1 \cdot 1000), \%$$

Результаты исследований представить в виде табл. 7.1

Таблица 7.1 – Содержание редуцирующих веществ в продукте

Наименование продукта	Содержание редуцирующих веществ	Требования ГОСТ

7.2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕКТИНОВЫХ ВЕЩЕСТВ В ЯБЛОКАХ МЕТОДОМ МЕЛИТЦА

Метод основан на способности пектиновых веществ, находящихся в клеточном соке и в тканях яблок, извлекаться водой. Протокопектин извлекается водой со слабой кислотой, а свободная пектиновая кислота и ее кальциевые и магниевые соли - кипячением. Извлеченные пектиновые вещества вновь переводятся добавлением $CaCl_2$ в пектат кальция, который определяется весовым методом. Метод позволяет определить общее количество пектиновых веществ.

Подготовка пробы и расчет массы навески. Навеска яблок должна быть подготовлена с таким расчетом, чтобы масса осадка пектата кальция в фильтрате, взятом для обработки гидроксидом натрия и уксусной кислотой, не превышала 0,03 г. В противном случае затрудняется промывание и высушивание осадка, а результаты получаются завышенными. Поэтому, зная примерное содержание пектиновых веществ в продукте, общий объем вытяжки и количество фильтрата, взятое для омыления, расчет необходимой величины навески делают следующим образом:

$$X = \frac{0,03 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot П},$$

где 0,03 - заданное содержание пектиновых веществ в 10 см³ фильтрата;

V - общий объем фильтрата (500 см³);

V_1 - объем фильтрата, взятый для омыления (10 см³);

$П$ - условное содержание пектиновых веществ в продукте, %.

Например, для яблок с содержанием пектиновых веществ $П = 1\%$ максимальная расчетная навеска продукта $X = 150$ г.

Методика выполнения анализа. Среднюю пробу свежих или сушеных яблок нужно измельчить на терке или в ступке, сушеные продукты предварительно разрезать ножом на кусочки размером 2-3 мм. При этом нужно удалить семена, веточки, плодоножки, косточки и т.п., чтобы средняя проба была однородной.

Навеску продукта 50-100 г (сушеного 5-10 г) помещают в химический стакан вместимостью 400-500 см³, прибавляют 150 см³ дистиллированной воды и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 ч для гидролиза протопектина и получения водной вытяжки пектиновых веществ, поддерживая жидкость в стакане на постоянном уровне. После этого горячую массу переносят через воронку, укрепленную в кольце штатива, в мерную колбу вместимостью 500 см³, смывая остатки дистиллированной водой из промывалки в мерную колбу. Мерную колбу доливают теплой водой ниже метки и оставляют настаиваться. Когда содержимое охладится примерно до 20°C, в колбу приливают холодную воду до метки, перемешивают содержимое и фильтруют сначала через вату, а затем через бумажный фильтр несколько раз.

10 см³ прозрачного фильтрата переносят пипеткой в стакан вместимостью 400 - 500 см³, прибавляют 100 см³ раствора гидроксида натрия *NaOH* с концентрацией 0,1 моль/дм³ и оставляют на 5-7 ч в покое для омыления пектина (при упрощенном варианте на 0,5 ч). После этого к смеси приливают 50 см³ раствора уксусной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм³, а через 5 мин - 50 см³ концентрацией 1 моль/дм³ раствора *CaCl*₂ и оставляют на 1 ч. При этом в растворе появляется хлопьевидный беловатый осадок пектата кальция. Содержимое стакана кипятят около 5 мин и фильтруют через заранее высушенный до постоянной массы и взвешенный бумажный фильтр. Осадок на фильтре промывают кипящей водой до тех пор, пока промывная вода перестанет давать положительную реакцию с раствором *AgNO*₃ с концентрацией 0,1 моль/дм³, свидетельствующую о присутствии хлор-иона. Для проведения качественной реакции на отсутствие хлора в пробирку отбирают 1-2 см³ стекающей жидкости и добавляют несколько капель азотно-кислого серебра. При наличии в промывной воде ионов хлора образуется белая муть.

Осадок пектата кальция, не содержащий хлор-ионов, помещают вместе с фильтром в бюкс и сушат при 105°C до постоянной массы. Если масса осадка превышает 0,03 г, его анализ нужно повторить, причем вместо 10 см³ фильтрата взять 5 см³.

Содержание пектиновых веществ (в %) вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,9235 \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

- где *m* - масса навески продукта, г;
*m*₁ - масса фильтра с высушенным осадком, г;
*m*₂ - масса бумажного фильтра, г;
V - объем мерной колбы, см³;

V_1 - объем фильтрата, взятого для омыления, см³;

0,9235 - коэффициент для перевода пектата кальция в пектиновую кислоту.

Результаты исследований представить в виде табл. 7.2.

Таблица 7.2 – Содержание пектиновых веществ в яблоках

Наименование сорта яблок	Содержание пектиновых веществ	Требования ГОСТ

7.3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА КЛЕТЧАТКИ В ОТРУБЯХ

Сущность метода. Метод определения клетчатки основан на гидролизе легкорастворимых углеводов растворами кислоты и гидроксида натрия с последующим их удалением при промывке и очистке нерастворимого осадка. Для более точного определения предусматриваются экстракция жира петролейным эфиром и поправка на зольные вещества, содержащиеся в клетчатке. В данной работе используется упрощенная методика определения клетчатки.

Проведение анализа. Измельченную навеску печенья от 5 до 10 г из средней пробы (в зависимости от предполагаемого содержания клетчатки) взвешивают на технических весах в стаканчике и без потерь переносят в коническую колбу вместимостью 200 – 300 см³. Отмеривают цилиндром 50 см³ раствора серной кислоты с концентрацией 1,25% и часть раствора используют для переноса навески и для ополаскивания стаканчика, оставшийся раствор выливают в колбу с навеской. В течение 30 мин содержимое колбы кипятят, после чего дают осесть осадку и осторожно декантируют жидкость, не трогая осадка, 2-3 раза осадок промывают водой, каждый раз осторожно сливая надосадочную жидкость. Затем добавляют 50 см³ раствора гидроксида натрия с концентрацией 1,25% и снова кипятят 30 мин, декантируют надосадочную жидкость и промывают осадок 10 см³ 1,25%-ного раствора серной кислоты, а потом дважды небольшими порциями дистиллированной воды. Переносят количественно осадок на сухой взвешенный бумажный фильтр, высушивают при 105°С в сушильном шкафу и взвешивают на аналитических весах. Содержание клетчатки вычисляют в процентах к массе сырой навески.

Результаты исследований представить в виде табл. 7.3

Таблица 7.3 – Содержание клетчатки в отрубях

Наименование продукта	Содержание клетчатки	Требования ГОСТ

7.4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА САХАРА В СОКЕ

7.4.1. АРЕОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Общее количество сахара можно определить физическим способом, основанным на зависимости плотности сока от содержания в нем сахара.

Проведение анализа. Определяют процентное содержание сахара с помощью ареометра. В чисто вымытый сухой цилиндр осторожно, без вспенивания, наливают исследуемый сок и погружают в него тщательно вытертый ареометр, не касаясь им стенок цилиндра. Отсчет показаний шкалы проводят по нижнему уровню мениска, после того как прекратится погружение ареометра, при этом глаз наблюдателя должен быть на одном уровне с поверхностью жидкости.

При температуре сока выше 20°C к показанию ареометра надо прибавить величину, полученную от умножения разности градусов температуры на 0,0002. Например, при 25°C показания ареометра – 1,052, а действительный вес будет: $1,052+(5\times 0,0002)=1,053$. И, наоборот, если температура сока была ниже, то разность температур, умноженную на 0,0002, нужно отнять от показания ареометра. Например, показания ареометра – 1,042 при 16°C. Истинное же значение равно $1,042-(4\times 0,0002)=1,0412$. После внесения температурной поправки в показание ареометра по удельному весу сока определяют содержание в нем сахара.

В составе сока, помимо сахаров, имеются и другие экстрактивные вещества, и содержание их сильно колеблется. В показатель удельного веса входят все экстрактивные вещества, не только сахара, и приведенный простой способ определения сахара в соке дает не совсем точные результаты, допуская отклонения в пределах +1. Поэтому при использовании менее экстрактивных соков (культурных сортов яблок, груш) к показателю сахаристости по удельному весу надо прибавить единицу.

Расчет ведут по следующей формуле

$$C=(Y:5)+1,$$

где С – содержание сахара в соке, % или в г на 100 мл сока;

У – показатель удельного веса, в котором исключены впередистоящие единицы и нули.

Например, если удельный вес 1,042, то $Y=42$, тогда $C=(Y:5)+1=9,4\%$.

Определяя количество сахара в соках средней экстрактивности (красная и белая смородина, малина, земляника садовая и др.), следует пользоваться формулой $C=(Y:5)$.

Содержание сахара в более экстрактивных соках (черная смородина, слива, крыжовники др.), особенно если они были прогреты перед прессованием, вычисляют по формуле $C=(Y:5)-1$.

7.4.2. РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Рефрактометрический метод основан на измерении показателя преломления света в капле сока с помощью рефрактометра. Показатель измеряется в единицах массовой доли сухих веществ, %, по сахарозе.

Проведение анализа. На сухую поверхность измерительной призмы наносят 3-4 капли исследуемого напитка, опускают верхнюю камеру и проводят определения; после совпадения границы светотени с перекрестком сетки (визирной линии) проводят отсчет по шкале сухих веществ. Проводят два определения и после каждого из них призмы промывают дистиллированной водой и вытирают насухо мягкой льняной салфеткой.

Результаты исследований представить в виде табл. 7.4

Таблица 7.4 – Содержание сахара в соке

Наименование продукта	Ареометрический метод	Рефрактометрический метод	Требования ГОСТ

На основании результатов сделать вывод о соответствии продукции требованиям нормативной документации.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- 1. Углеводы: классификация, общая характеристика и их содержание в пищевых продуктах.*
- 2. Методы определения углеводов.*
- 3. Сущность метода определения редуцирующих веществ в пищевых продуктах.*
- 4. Сущность метода определения пектиновых веществ в яблоках методом Мелитца.*
- 5. Сущность метода определения количества клетчатки в отрубях.*
- 6. Сущность метода определения количества сахара в соке (ареометрический, рефрактометрический методы).*

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 8

ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

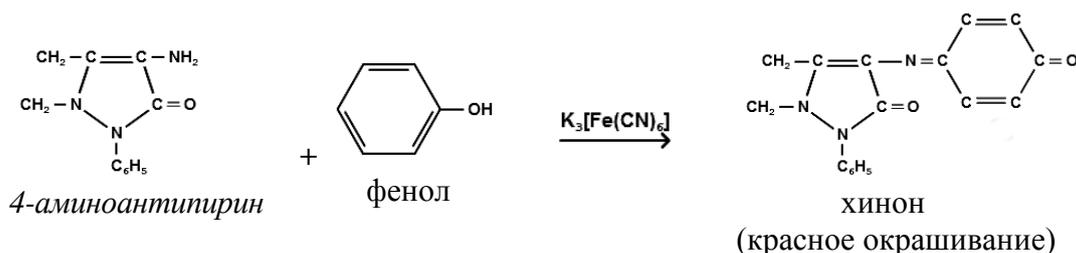
Цель работы: формирование умений и навыков по определению массовой доли фенолов в пищевой продукции.

Задание по лабораторной работе:

1. Изучить возможности применения оптических методов исследования для оценки качества пищевых продуктов.
2. Освоить метод определения массовой доли фенолов в копченой продукции.

8.1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ФЕНОЛОВ В КОПЧЕНЫХ ИЗДЕЛИЯХ С ПРИМЕНЕНИЕМ 4-АМИНОАНТИПИРИНА

Колориметрический метод определения содержания фенолов в копченостях (копильных средах) с применением 4-аминоантипирина основан на окислении в щелочной среде в присутствии железосинеродистого калия фенола с образованием хинона и получения окрашенного в красный цвет комплекса.



К 5 мл исследуемой копильной среды последовательно добавляют 0,5 мл 2%-ного водного раствора 4-амноантипирина, 20 мл 0,025%-ного раствора углекислого натрия (рН 10,5) и 0,25 мл 8%-ного водного раствора железосинеродистого калия.

Через 10 мин на фотоколориметре ФЭК-М (или другом оптическом приборе) измеряют оптическую плотность развившейся окраски (зеленый светофильтр, $\lambda = 541$ нм). Контрольный раствор — 5 мл дистиллированной воды с добавлением перечисленных выше реактивов. Концентрация фенолов определяется по калибровочному графику, построенному по гваяколу.

Массовая доля фенолов (Мдф) определяется по формуле (8.1):

$$\text{Мдф} = \frac{C \times 200}{1 \times 10 \times \rho \times 100}, \quad (8.1)$$

где C – концентрация фенолов, найденная по калибровочному графику;
 ρ – плотность раствора, принимаемая приблизительно равной единице.

Определение массовой доли фенольных веществ в копченном продукте проводят следующим образом.

При использовании спиртового экстракта коптильных веществ из средней пробы копченого продукта, пропущенного через мясорубку, отбирают навеску 20 г и гомогенизируют её в микроизмельчителе или фарфоровой ступке с 60 мл смеси, состоящей из 30 мл этилового спирта и 30 мл воды в соотношении 1 : 1 в течение 5 мин. Экстракт отфильтровывают, отбирают 5 мл в пробирку или колбу на 50 мл с притертой пробкой и последовательно добавляют 0,5 мл 2%-ного водного раствора 4 – аминоантипирина, 20 мл 0,025%-ного водного раствора метабората натрия (буры) с рН 10,5 и 0,25 мл 8%-ного водного раствора железосинеродистого калия.

При колориметрировании раствора фенолов в хлористом литии навеску средней пробы 10 г сначала гомогенизируют (на микроизмельчителе или в фарфоровой ступке) с 10-20 мл 30%-ного раствора хлористого лития, после чего содержимое количественно переносят в круглодонную колбу, ополаскивая ступку или приемник с режущими механизмами микроизмельчителя раствором хлористого лития. В колбу добавляют еще 200 – 250 мл 30%-ного раствора хлористого лития и проводят отгонку коптильных веществ в парах хлористого лития при температуре кипения 170⁰С. Отгонку рекомендуется проводить, помещая отгонную колбу в глицериновую или масляную баню с температурой 175 – 180⁰С. Отгонку считают законченной, когда в приемник поступит около 90% жидкой части. Измеряют объем раствора и в 5 мл его проводят цветообразующие реакции по схеме, описанной выше.

Через 10 мин на фотоэлектроколориметре измеряют оптическую плотность раствора, используя кюветы со стороной 10 мм и зеленый светофильтр № 5 с длиной волны 541 нм. В качестве контрольного на все время измерения устанавливают раствор, приготовленный путем добавления к 5 мл дистиллированной воды указанных выше растворов.

Количество фенольных веществ в 5 мл раствора находят по калибровочному графику, построенному по гваяколу. По оси ординат откладывают количество гваякола (в мг на 100 г продукта) в калибровочных пробах, по оси абсцисс – соответствующие значения оптической плотности.

Расчет содержания фенольных веществ X (в пересчете на гваякол) в миллиграммах на 100 г продукта определяют по следующей формуле:

$$X = \frac{C \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m},$$

где С – массовое содержание фенольных веществ в 5 мл раствора, найденное по калибровочному графику, мг;

V₁ – объем раствора, взятого на определение (5 мл), мл;

V – общее количество раствора, мл;

m – масса продукта (20 или 10 г), г.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. *Оптические методы исследования пищевых продуктов.*
2. *Закон Бугера-Ламберта-Бера и его применение для количественного анализа пищевых продуктов.*
3. *Основы рефрактометрии.*
4. *Основы поляриметрии.*
5. *Основы спектральных методов исследования.*
6. *Основы люминесценции.*
7. *Сущность метода определения фенольных веществ в копченых продуктах.*

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа / под ред. А. А. Ищенко. – Москва: ИЦ «Академия», 2010. – 416 с.
2. Антипова, Л. В. Методы исследования мяса и мясных продуктов: учебник для вузов / Л. В. Антипова, И. А. Глотова, И. А. Рогов. – Москва: Колос, 2001. – 376 с.
3. Базарнова, Ю. Г. Методы исследования сырья и готовой продукции: учеб.-метод. пособие / Ю. Г. Базарнова. – Санкт-Петербург: НИУ ИТМО; ИХИБТ, 2013. – 76 с.
4. Бёккер, Ю. Спектроскопия / Ю. Бёккер. – Москва: Техносфера, 2009. – 528 с.
5. Отто, М. Современные методы аналитической химии. – 3-е изд.: пер. с немец. / М. Отто. – Москва: Техносфера, 2008. – 535с.
6. Сенсорный анализ продуктов из гидробионтов: учеб. пособие / Г. Н. Ким [и др.]. – Москва: Колос, 2008. – 542 с.
7. Ключко, Н. Ю. Технология хлебобулочных и кондитерских изделий: метод. указ. к лаб. работам для студ. спец. 240902.65 – Пищевая биотехнология / Н. Ю. Ключко. – Калининград: Изд-во ФГОУ ВПО «КГТУ», 2010. – 226 с.
8. Тутельян, В. А. Химический состав и калорийность российских продуктов питания: [справочник] / В. А. Тутельян. – Москва: ДеЛи плюс, 2012. – 284 с.
9. Федянина, Л. Н. Экспертиза пищевой продукции из генетически модифицированных источников. Качество и безопасность / Л. Н. Федянина, Т. В. Танашкина. – Москва: Феникс, 2010. – 223 с.
10. Лобухов, В. И. Физико-химические методы исследования / В. И. Лобухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова. – Москва: Лань, 2012. – 48 с.

ПРИЛОЖЕНИЯ

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Таблица приведения плотности коровьего молока к температуре 20 °С

Плотность молока $\rho_{\text{ср}}^t$, кг/м ³	Плотность, приведенная к 20 °С, кг/м ³ , при температуре молока t , °С										
	15,0	15,5	16,0	16,5	17,0	17,5	18,0	18,5	19,0	19,5	20,0
1025,0	1023,4	1023,6	1023,7	1023,9	1024,0	1024,2	1024,4	1024,5	1024,7	1024,8	1025,0
1025,5	1023,9	1024,1	1024,2	1024,4	1024,5	1024,7	1024,9	1025,0	1025,2	1025,3	1025,5
1026,0	1024,4	1024,6	1024,7	1024,9	1025,0	1025,2	1025,4	1025,5	1025,7	1025,8	1026,0
1026,5	1024,9	1025,1	1025,2	1025,4	1025,5	1025,7	1025,9	1026,0	1026,2	1026,3	1026,5
1027,0	1025,4	1025,6	1025,7	1025,9	1026,0	1026,2	1026,4	1026,5	1026,7	1026,8	1027,0
1027,5	1025,9	1026,1	1026,2	1026,4	1026,5	1026,7	1026,9	1027,0	1027,2	1027,3	1027,5
1028,0	1026,4	1026,6	1026,7	1026,9	1027,0	1027,2	1027,4	1027,5	1027,7	1027,8	1028,0
1028,5	1026,9	1027,1	1027,2	1027,4	1027,5	1027,7	1027,9	1028,0	1028,2	1028,3	1028,5
1029,0	1027,4	1027,6	1027,7	1027,9	1028,0	1028,2	1028,4	1028,5	1028,7	1028,8	1029,0
1029,5	1027,9	1028,1	1028,2	1028,4	1028,5	1028,7	1028,9	1029,0	1029,2	1029,3	1029,5
1030,0	1028,4	1028,6	1028,7	1028,9	1029,0	1029,2	1029,4	1029,5	1029,7	1029,8	1030,0
1030,5	1028,9	1029,1	1029,2	1029,4	1029,5	1029,7	1029,9	1030,0	1030,2	1030,3	1030,5
1031,0	1029,4	1029,6	1029,7	1029,9	1030,0	1030,2	1030,4	1030,5	1030,7	1030,8	1031,0
1031,5	1029,9	1030,1	1030,2	1030,4	1030,5	1030,7	1030,9	1031,0	1031,2	1031,3	1031,5
1032,0	1030,4	1030,6	1030,7	1030,9	1031,0	1031,2	1031,4	1031,5	1031,7	1031,8	1032,0
1032,5	1030,9	1031,1	1031,2	1031,4	1031,5	1031,7	1031,9	1032,0	1032,2	1032,3	1032,5
1033,0	1031,4	1031,6	1031,7	1031,9	1032,0	1032,2	1032,4	1032,5	1032,7	1032,8	1033,0
1033,5	1031,9	1032,1	1032,2	1032,4	1032,5	1032,7	1032,9	1033,0	1033,2	1033,3	1033,5
1034,0	1032,4	1032,6	1032,7	1032,9	1033,0	1033,2	1033,4	1033,5	1033,7	1033,8	1034,0
1034,5	1032,9	1033,1	1033,2	1033,4	1033,5	1033,7	1033,9	1034,0	1034,2	1034,3	1034,5
1035,0	1033,4	1033,6	1033,7	1033,9	1034,0	1034,2	1034,4	1034,5	1034,7	1034,8	1035,0
1035,5	1033,9	1034,1	1034,2	1034,4	1034,5	1034,7	1034,9	1035,0	1035,2	1035,3	1035,5
1036,0	1034,4	1034,6	1034,7	1034,9	1035,0	1035,2	1035,4	1035,5	1035,7	1035,8	1036,0

Продолжение

Плотность молока $\rho_{\text{ср}}^t$, кг/м ³	Плотность, приведенная к 20 °С, кг/м ³ , при температуре молока t , °С									
	20,5	21,0	21,5	22,0	22,5	23,0	23,5	24,0	24,5	25,0
1025,0	1025,2	1025,3	1025,5	1025,6	1025,8	1026,0	1026,1	1026,3	1026,4	1026,6
1025,5	1025,7	1025,8	1026,0	1026,1	1026,3	1026,5	1026,6	1026,8	1026,9	1027,1
1026,0	1026,2	1026,3	1026,5	1026,6	1026,8	1027,0	1027,1	1027,3	1027,4	1027,6
1026,5	1026,7	1026,8	1027,0	1027,1	1027,3	1027,5	1027,6	1027,8	1027,9	1028,1
1027,0	1027,2	1027,3	1027,5	1027,6	1027,8	1028,0	1028,1	1028,3	1028,4	1028,6
1027,5	1027,7	1027,8	1028,0	1028,1	1028,3	1028,5	1028,6	1028,8	1028,9	1029,1
1028,0	1028,2	1028,3	1028,5	1028,6	1028,8	1029,0	1029,1	1029,3	1029,4	1029,6
1028,5	1028,7	1028,8	1029,0	1029,1	1029,3	1029,5	1029,6	1029,8	1029,9	1030,1
1029,0	1029,2	1029,3	1029,5	1029,6	1029,8	1030,0	1030,1	1030,3	1030,4	1030,6
1029,5	1029,7	1029,8	1030,0	1030,1	1030,3	1030,5	1030,6	1030,8	1030,9	1031,1
1030,0	1030,2	1030,3	1030,5	1030,6	1030,8	1031,0	1031,1	1031,3	1031,4	1031,6
1030,5	1030,7	1030,8	1031,0	1031,1	1031,3	1031,5	1031,6	1031,8	1031,9	1032,1
1031,0	1031,2	1031,3	1031,5	1031,6	1031,8	1032,0	1032,1	1032,3	1032,4	1032,6
1031,5	1031,7	1031,8	1032,0	1032,1	1032,3	1032,5	1032,6	1032,8	1032,9	1033,1
1032,0	1032,2	1032,3	1032,5	1032,6	1032,8	1033,0	1033,1	1033,3	1033,4	1033,6
1032,5	1032,7	1032,8	1033,0	1033,1	1033,3	1033,5	1033,6	1033,8	1033,9	1034,1
1033,0	1033,2	1033,3	1033,5	1033,6	1033,8	1034,0	1034,1	1034,3	1034,4	1034,6
1033,5	1033,7	1033,8	1034,0	1034,1	1034,3	1034,5	1034,6	1034,8	1034,9	1035,1
1034,0	1034,2	1034,3	1034,5	1034,6	1034,8	1035,0	1035,1	1035,3	1035,4	1035,6
1034,5	1034,7	1034,8	1035,0	1035,1	1035,3	1035,5	1035,6	1035,8	1035,9	1036,1
1035,0	1035,2	1035,3	1035,5	1035,6	1035,8	1036,0	1036,1	1036,3	1036,4	1036,6
1035,5	1035,7	1035,8	1036,0	1036,1	1036,3	1036,5	1036,6	1036,8	1036,9	1037,1
1036,0	1036,2	1036,3	1036,5	1036,6	1036,8	1037,0	1037,1	1037,3	1037,4	1037,6

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Таблица приведения плотности обезжиренного молока к температуре 20 °С

Плотность молока $\rho_{\text{ср}}^t$, кг/м ³	Плотность, приведенная к 20 °С, кг/м ³ , при температуре молока t , °С										
	15,0	15,5	16,0	16,5	17,0	17,5	18,0	18,5	19,0	19,5	20,0
1028,0	1026,7	1026,8	1027,0	1027,1	1027,2	1027,4	1027,5	1027,6	1027,7	1027,9	1028,0
1028,5	1027,2	1027,3	1027,5	1027,6	1027,7	1027,9	1028,0	1028,1	1028,2	1028,4	1028,5
1029,0	1027,7	1027,8	1028,0	1028,1	1028,2	1028,4	1028,5	1028,6	1028,7	1028,9	1029,0
1029,5	1028,2	1028,3	1028,5	1028,6	1028,7	1028,9	1029,0	1029,1	1029,2	1029,4	1029,5
1030,0	1028,7	1028,8	1029,0	1029,1	1029,2	1029,4	1029,5	1029,6	1029,7	1029,9	1030,0
1030,5	1029,2	1029,3	1029,5	1029,6	1029,7	1029,9	1030,0	1030,1	1030,2	1030,4	1030,5
1031,0	1029,7	1029,8	1030,0	1030,1	1030,2	1030,4	1030,5	1030,6	1030,7	1030,9	1031,0
1031,5	1030,2	1030,3	1030,5	1030,6	1030,7	1030,9	1031,0	1031,1	1031,2	1031,4	1031,5
1032,0	1030,7	1030,8	1031,0	1031,1	1031,2	1031,4	1031,5	1031,6	1031,7	1031,9	1032,0
1032,5	1031,2	1031,3	1031,5	1031,6	1031,7	1031,9	1032,0	1032,1	1032,2	1032,4	1032,5
1033,0	1031,7	1031,8	1032,0	1032,1	1032,2	1032,4	1032,5	1032,6	1032,7	1032,9	1033,0
1033,5	1032,2	1032,3	1032,5	1032,6	1032,7	1032,9	1033,0	1033,1	1033,2	1033,4	1033,5
1034,0	1032,7	1032,8	1033,0	1033,1	1033,2	1033,4	1033,5	1033,6	1033,7	1033,9	1034,0
1034,5	1033,2	1033,3	1033,5	1033,6	1033,7	1033,9	1034,0	1034,1	1034,2	1034,4	1034,5
1035,0	1033,7	1033,8	1034,0	1034,1	1034,2	1034,4	1034,5	1034,6	1034,7	1034,9	1035,0
1035,5	1034,2	1034,3	1034,5	1034,6	1034,7	1034,9	1035,0	1035,1	1035,2	1035,4	1035,5
1036,0	1034,7	1034,8	1035,0	1035,1	1035,2	1035,4	1035,5	1035,6	1035,7	1035,9	1036,0
1036,5	1035,2	1035,3	1035,5	1035,6	1035,7	1035,9	1036,0	1036,1	1036,2	1036,4	1036,5
1037,0	1035,7	1035,8	1036,0	1036,1	1036,2	1036,4	1036,5	1036,6	1036,7	1036,9	1037,0
1037,5	1036,2	1036,3	1036,5	1036,6	1036,7	1036,9	1037,0	1037,1	1037,2	1037,4	1037,5
1038,0	1036,7	1036,8	1037,0	1037,1	1037,2	1037,4	1037,5	1037,6	1037,7	1037,9	1038,0

Продолжение

Плотность молока $\rho_{\text{ср}}^t$, кг/м ³	Плотность, приведенная к 20 °С, кг/м ³ , при температуре молока t , °С									
	20,5	21,0	21,5	22,0	22,5	23,0	23,5	24,0	24,5	25,0
1028,0	1028,1	1028,3	1028,4	1028,5	1028,7	1028,8	1028,9	1029,0	1029,2	1029,3
1028,5	1028,6	1028,8	1028,9	1029,0	1029,2	1029,3	1029,4	1029,5	1029,7	1029,8
1029,0	1029,1	1029,3	1029,4	1029,5	1029,7	1029,8	1029,9	1030,0	1030,2	1030,3
1029,5	1029,6	1029,8	1029,9	1030,0	1030,2	1030,3	1030,4	1030,5	1030,7	1030,8
1030,0	1030,1	1030,3	1030,4	1030,5	1030,7	1030,8	1030,9	1031,0	1031,2	1031,3
1030,5	1030,6	1030,8	1030,9	1031,0	1031,2	1031,3	1031,4	1031,5	1031,7	1031,8
1031,0	1031,1	1031,3	1031,4	1031,5	1031,7	1031,8	1031,9	1032,0	1032,2	1032,3
1031,5	1031,6	1031,8	1031,9	1032,0	1032,2	1032,3	1032,4	1032,5	1032,7	1032,8
1032,0	1032,1	1032,3	1032,4	1032,5	1032,7	1032,8	1032,9	1033,0	1033,2	1033,3
1032,5	1032,6	1032,8	1032,9	1033,0	1033,2	1033,3	1033,4	1033,5	1033,7	1033,8
1033,0	1033,1	1033,3	1033,4	1033,5	1033,7	1033,8	1033,9	1034,0	1034,2	1034,3
1033,5	1033,6	1033,8	1033,9	1034,0	1034,2	1034,3	1034,4	1034,5	1034,7	1034,8
1034,0	1034,1	1034,3	1034,4	1034,5	1034,7	1034,8	1034,9	1035,0	1035,2	1035,3
1034,5	1034,6	1034,8	1034,9	1035,0	1035,2	1035,3	1035,4	1035,5	1035,7	1035,8
1035,0	1035,1	1035,3	1035,4	1035,5	1035,7	1035,8	1035,9	1036,0	1036,2	1036,3
1035,5	1035,6	1035,8	1035,9	1036,0	1036,2	1036,3	1036,4	1036,5	1036,7	1036,8
1036,0	1036,1	1036,3	1036,4	1036,5	1036,7	1036,8	1036,9	1037,0	1037,2	1037,3
1036,5	1036,6	1036,8	1036,9	1037,0	1037,2	1037,3	1037,4	1037,5	1037,7	1037,8
1037,0	1037,1	1037,3	1037,4	1037,5	1037,7	1037,8	1037,9	1038,0	1038,2	1038,3
1037,5	1037,6	1037,8	1037,9	1038,0	1038,2	1038,3	1038,4	1038,5	1038,7	1038,8
1038,0	1038,1	1038,3	1038,4	1038,5	1038,7	1038,8	1038,9	1039,0	1039,2	1039,3

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

Таблица поправок для определения фактической плотности коровьего молока в диапазоне температур 10-15 °С

Температура молока <i>t</i> при измерении плотности, °С	Значение величины поправки, кг/м ³ , при температуре заготавливаемого молока, °С									
	10,0	10,5	11,0	11,5	12,0	12,5	13,0	13,5	14,0	14,5
15,0	1,6	1,4	1,3	1,1	1,0	0,8	0,6	0,5	0,3	0,2
15,5	1,8	1,6	1,4	1,3	1,1	1,0	0,8	0,6	0,5	0,3
16,0	1,9	1,8	1,6	1,4	1,3	1,1	1,0	0,8	0,6	0,5
16,5	2,1	1,9	1,8	1,6	1,4	1,3	1,1	1,0	0,8	0,6
17,0	2,2	2,1	1,9	1,8	1,6	1,4	1,3	1,1	1,0	0,8
17,5	2,4	2,2	2,1	1,9	1,8	1,6	1,4	1,3	1,1	1,0
18,0	2,6	2,4	2,2	2,1	1,9	1,8	1,6	1,4	1,3	1,1
18,5	2,7	2,6	2,4	2,2	2,1	1,9	1,8	1,6	1,4	1,3
19,0	2,9	2,7	2,6	2,4	2,2	2,1	1,9	1,8	1,6	1,4
19,5	3,0	2,9	2,7	2,6	2,4	2,2	2,1	1,9	1,8	1,6
20,0	3,2	3,0	2,9	2,7	2,6	2,4	2,2	2,1	1,9	1,8
20,5	3,4	3,2	3,0	2,9	2,7	2,6	2,4	2,2	2,1	1,9
21,0	3,5	3,4	3,2	3,0	2,9	2,7	2,6	2,4	2,2	2,1
21,5	3,7	3,5	3,4	3,2	3,0	2,9	2,7	2,6	2,4	2,2
22,0	3,8	3,7	3,5	3,4	3,2	3,0	2,9	2,7	2,6	2,4
22,5	4,0	3,8	3,7	3,5	3,4	3,2	3,0	2,9	2,7	2,6
23,0	4,2	4,0	3,8	3,7	3,5	3,4	3,2	3,0	2,9	2,7
23,5	4,3	4,2	4,0	3,8	3,7	3,5	3,4	3,2	3,0	2,9
24,0	4,5	4,3	4,2	4,0	3,8	3,7	3,5	3,4	3,2	3,0
24,5	4,6	4,5	4,3	4,2	4,0	3,8	3,7	3,5	3,4	3,2
25,0	4,8	4,6	4,5	4,3	4,2	4,0	3,8	3,7	3,5	3,4

ПРИЛОЖЕНИЕ 4

**Таблица поправок для определения фактической плотности
обезжиренного молока в диапазоне температур 10-15 °С**

Температура молока <i>t</i> при измере- нии плотно- сти, °С	Значение величины поправки, кг/м ³ , при температуре молока, °С									
	10,0	10,5	11,0	11,5	12,0	12,5	13,0	13,5	14,0	14,5
15,0	1,3	1,2	1,1	1,0	0,8	0,7	0,6	0,4	0,3	0,1
15,5	1,4	1,3	1,2	1,1	1,0	0,8	0,7	0,6	0,4	0,3
16,0	1,6	1,4	1,3	1,2	1,1	1,0	0,8	0,7	0,6	0,4
16,5	1,7	1,6	1,4	1,3	1,2	1,1	1,0	0,8	0,7	0,6
17,0	1,8	1,7	1,6	1,4	1,3	1,2	1,1	1,0	0,8	0,7
17,5	2,0	1,8	1,7	1,6	1,4	1,3	1,2	1,1	1,0	0,8
18,0	2,1	2,0	1,8	1,7	1,6	1,4	1,3	1,2	1,1	1,0
18,5	2,2	2,1	2,0	1,8	1,7	1,6	1,4	1,3	1,2	1,1
19,0	2,3	2,2	2,1	2,0	1,8	1,7	1,6	1,4	1,3	1,2
19,5	2,5	2,3	2,2	2,1	2,0	1,8	1,7	1,6	1,4	1,3
20,0	2,6	2,5	2,3	2,2	2,1	2,0	1,8	1,7	1,6	1,4
20,5	2,7	2,6	2,5	2,3	2,2	2,1	2,0	1,8	1,7	1,6
21,0	2,9	2,7	2,6	2,5	2,3	2,2	2,1	2,0	1,8	1,7
21,5	3,0	2,9	2,7	2,6	2,5	2,3	2,2	2,1	2,0	1,8
22,0	3,1	3,0	2,9	2,7	2,6	2,5	2,3	2,2	2,1	2,0
22,5	3,3	3,1	3,0	2,9	2,7	2,6	2,5	2,3	2,2	2,1
23,0	3,4	3,3	3,1	3,0	2,9	2,7	2,6	2,5	2,3	2,2
23,5	3,5	3,4	3,3	3,1	3,0	2,9	2,7	2,6	2,5	2,3
24,0	3,6	3,5	3,4	3,3	3,1	3,0	2,9	2,7	2,6	2,5
24,5	3,8	3,6	3,5	3,4	3,3	3,1	3,0	2,9	2,7	2,6
25,0	3,9	3,8	3,6	3,5	3,4	3,3	3,1	3,0	2,9	2,7

Учебное издание

Наталья Юрьевна Ключко

МЕТОДЫ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Редактор *Г.Е. Смирнова*

Подписано в печать 2.04.2018 г. Формат 60x84 (1/16).
Уч.-изд. л. 6,6. Печ. л. 6,6. Тираж 40 экз. Заказ № .

Издательство федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования
«Калининградский государственный технический университет»
236022, Калининград, Советский проспект, 1