

Министерство сельского хозяйства Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Горский государственный аграрный университет»
(ФГБОУ ВО Горский ГАУ)

Кафедра «Технология производства и переработки
сельскохозяйственной продукции»

И.А. Шабанова, И.А.Битиева,
В.Б. Цугкиева

**ТЕХНОХИМИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОГО СЫРЬЯ
И ПРОДУКТОВ ПЕРЕРАБОТКИ**

Методические указания
по выполнению лабораторных работ
для подготовки студентов, обучающихся
по направлению 35.03.07 Технология производства
и переработки сельскохозяйственной продукции

Владикавказ 2024

УДК 637.12(07)
ББК 36.95(я7)

Авторы:

доцент **Шабанова И.А.**,

доцент **Битиева И.А.**,

профессор **Цугкиева В.Б.**

Рецензент – *Кубатиева Залина Алимбековна*, доктор биологических наук, профессор кафедры естественнонаучных дисциплин ФГБОУ ВО Горский ГАУ.

Шабанова И.А., Битиева И.А., Цугкиева В.Б. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: методические указания по выполнению лабораторных работ / И.А. Шабанова, И.А. Битиева, В.Б. Цугкиева. – Владикавказ: Издательство ФГБОУ ВО Горский ГАУ, 2024. – 120 с.

Методические указания предназначены для студентов, изучающих дисциплину «Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки» по направлению подготовки 35.03.07 Технология производства и переработки сельскохозяйственной продукции, квалификация – бакалавр, для очного и заочного обучения. Каждая лабораторная работа включает в себя цель работы, задания для самостоятельной работы, приборы и реактивы, ход выполнения анализа, расчет его, источники литературы для изучения темы, контрольные вопросы для самостоятельной работы. Рекомендовано для студентов факультета технологического менеджмента ФГБОУ ВО Горский ГАУ.

Рекомендовано УМС ФГБОУ ВО Горский ГАУ в качестве учебного издания по выполнению лабораторно-практических работ
(*протокол №3 от 9 декабря 2024 г.*).

© Шабанова И.А., Битиева И.А., Цугкиева В.Б., 2024
© Издательство ФГБОУ ВО Горский ГАУ, 2024

ПРЕДИСЛОВИЕ

Настоящее пособие составлено в соответствии с программой курса «Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки» для подготовки студентов – бакалавров факультета Технологического менеджмента очной и заочной формы обучения, обучающихся по направлению 35.03.07 Технология производства и переработки сельскохозяйственной продукции.

Учебное пособие и задания по курсу «Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки» направлены на то, чтобы помочь студентам приобрести практические навыки в оценке качества сельскохозяйственной продукции, продуктов переработки. Задания к лабораторно-практическим занятиям сопровождаются некоторыми теоретическими сведениями и справочным материалом, дополняющим материал, данный на лекциях.

Определение показателей качества зерна и продуктов его переработки, а также картофеля, плодов и овощей, и всей продукции растениеводства необходимо выполнять в точном соответствии с требованиями действующих стандартов. Студент должен знать не только последовательность проведения того или иного анализа, но и четко представлять технологическое и экономическое значение определяемых показателей качества, то есть по лекционному материалу, учебнику и учебным пособиям найти ответ на контрольные вопросы к каждой работе. Лабораторные работы по определению качества продукции сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки построены по принципу учебно-исследовательской работы студентов.

Для освоения дисциплины «Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки» студенты должны:

- *знать* - сущность современных способов и методов контроля и анализа качества продукции; основные показатели и требования к качеству сырья, полупродуктов и готовой продукции, основным параметрам технологического процесса;

- *уметь* квалифицированно осуществлять все виды технологического контроля качества; использовать современные виды приборного обеспечения для ведения теххимического контроля и анализа качества; пользоваться действующей нормативно-технической документацией для определения уровня качества и контролируемых параметров при теххимическом контроле переработки различных видов сельскохозяйственного сырья;

- *владеть* общими методами исследования и теххимического контроля сельскохозяйственной продукции и продуктов ее переработки: органолептическими методами оценки качества, физико-химическими методами оценки качества, методами, основанных на физико-химических свойствах объектов исследования, методиками определения химического состава различных видов сельскохозяйственного сырья, полупродуктов, готовой продукции в соответствии с требованиями стандартов, нормативно-технической документацией;

- *иметь представление* об организации теххимического и микробиологического контроля на перерабатывающих предприятиях, в том числе малой и средней мощности; о видах и методах контроля качества продукции на всех стадиях технологического процесса; о действующей нормативно-технической документации.

ПРАВИЛА БЕЗОПАСНОСТИ РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ

Техника безопасности при работе в лаборатории

При выполнении анализов в лаборатории используют разнообразные реактивы, среди которых имеются токсичные, огнеопасные и взрывоопасные. Поэтому сотрудники лаборатории допускаются к работе только после ознакомления с правилами техники безопасности, знание которых проверяет заведующий лабораторией. Через каждые 3 месяца проводят повторный инструктаж, что фиксируется в специальном журнале.

Лаборатория должна быть оснащена аптечкой первой медицинской помощи, в которой должны быть бинты, стерильные пакеты, вата, антисептики и дезинфицирующие препараты (растворы йода, перманганата калия, бриллиантовой зелени, бикарбоната натрия, перекись водорода и др.).

В химической лаборатории разрешается работать только при наличии исправной приточно-вытяжной вентиляции, оборудованных вытяжных шкафов с хорошей тягой, спецодежды, средств индивидуальной защиты, пожаротушения.

В химической лаборатории нельзя пить воду и принимать пищу.

На каждом рабочем месте должны быть инструкции по технике безопасности. Один экземпляр инструкции подшивают в журнал регистрации прохождения инструктажа, который пронумеровывают. В журнале указывают, по каким документам проведен инструктаж работников лаборатории.

По окончании работы лаборант должен привести в порядок свое рабочее место: помыть и убрать посуду, поставить на место химические реактивы, выключить электроприборы, отключить воду, газ, сжатый воздух и освещение.

Правила работы со стеклянной посудой

При работе со стеклянной химической посудой и стеклянными приборами необходимо соблюдать меры предосторожности. Надо помнить, что химическая посуда хрупкая и в основном тонкостенная,

поэтому при неосторожном обращении с ней ее можно разбить и получить травмы. Стекланную посуду и приборы следует держать осторожно, не сжимая сильно пальцами.

Для предупреждения травм при работе со стекланной посудой необходимо соблюдать следующие правила:

1. Оплавлять концы стекланнных трубок.
2. Немедленно удалять с рабочего места стеклобой.
3. При сборке стекланнных частей приборов строго соблюдать существующие правила.
4. При разрезании стекланнных трубок и палочек руки следует защищать полотенцем.
5. Мыть посуду ершами или стекланной палочкой следует осторожно, так как ими можно легко пробить дно или стенки. Для предотвращения этого на оголенный проволочный конец ерша или конец стекланной палочки следует надеть кусочек резиновой трубки.

Правила работы с едкими и токсичными веществами

Во избежание несчастных случаев при работе с химическими реактивами необходимо руководствоваться следующими правилами:

1. Токсичные жидкости нельзя набирать в пипетку ртом. Для этого следует использовать резиновую грушу.
2. Нельзя приливать концентрированные кислоты к концентрированным щелочам (или наоборот); до проведения нейтрализации их следует разбавить водой.
3. При разбавлении растворов гидроксидов щелочных металлов следует приливать их тонкой струей в холодную воду при одновременном перемешивании.
4. Для приготовления растворов щелочь необходимо предварительно мелко раздробить, чтобы не разбить посуду крупными кусками. Дробить щелочь следует на чистом железном листе в защитных очках, наглухо застегнутом халате и в резиновых перчатках. Кусочки щелочи берут фарфоровым или металлическим шпателем.
5. Нагревание пробирок и других стекланнных сосудов следует проводить постепенно, направляя их отверстиями в сторону от работающего.
6. Нельзя смешивать кипящие растворы или добавлять в них сухие реагенты на нагревательных приборах.

7. Перед нагреванием воды, в промывалке, из последней извлекают пробку.

8. Все процессы, связанные с выделением токсичных газов, паров и дыма, проводят в вытяжном шкафу. С токсичными веществами работают в перчатках.

9. Исползованные растворы, содержащие токсичные вещества, выливают в раковину вытяжного шкафа. Посуду и раковину тщательно моют.

Хранить легковоспламеняющиеся жидкости в общей рабочей комнате нельзя. Для этой цели должны быть выделены специальные помещения, оборудованные вытяжными устройствами.

Легковоспламеняющиеся горючие жидкости (спирт, эфир, бензол, керосин, пиридиновые основания и др.) можно хранить в лабораторном помещении только в объеме, не превышающем суточный запас. Их хранят в толстостенных склянках с толщиной стенок не менее 2 мм с шлифованными пробками, помещенных в специальный металлический шкаф, дно и стенки которого выложены асбестом.

Доставлять легковоспламеняющиеся и горючие жидкости со склада в лабораторию следует в закрытой небыющей или стекланной посуде, помещенной в футляр.

Остатки горючих жидкостей необходимо собирать в специальную, герметически закрывающуюся тару и в конце рабочего дня удалять из лаборатории для уничтожения. Выливать горючие жидкости в канализацию запрещается.

Все работы с легковоспламеняющимися веществами или горючими жидкостями следует проводить в вытяжном шкафу при работающей вентиляции.

Перегонку и нагревание низкокипящих огнеопасных веществ необходимо проводить в круглодонных колбах из тугоплавкого стекла и на водяных или масляных банях.

Сосуды, в которых хранились или проводились работы с горючими жидкостями, после использования должны быть немедленно вымыты.

Переливать кислоты и щелочи из больших бутылей в мелкую тару разрешается только с помощью сифона или ручного насоса.

Бочки с кристаллическим гидроксидом натрия можно вскрывать только при помощи специальных резаков.

Отработавшие кислоты и щелочи следует помещать в специальную посуду отдельно, и после нейтрализации сливать в канализацию или другое специально отведенное для этих целей место.

Правила работы с ртутью

Металлическая ртуть – опасный яд, поэтому обращение с такими приборами, как термометры, манометры, электроды и другие, требует особой осторожности. Все случайно пролитые капли ртути необходимо удалить, так как пары ртути высокотоксичны.

Капли ртути можно собрать при помощи стеклянной ловушки с резиновой грушей. Мельчайшие частицы ртути можно собрать амальгамированной медной палочкой, кисточкой из белой жести, листочками станиоля или бумагой, смоченной 0,1%-ным раствором перманганата калия с добавлением 5 см³ концентрированной соляной кислоты на 1 дм³ раствора.

После удаления ртути загрязненную поверхность обрабатывают 5%-ным раствором хлорной извести [Ca(ClO)₂, CaCl₂, Ca(OH)₂], а затем 5%-ным раствором, в качестве которого можно использовать раствор Na₂S₂O₃, Na₂S₂, Na₂S₃, Na₂S₄ или Na₂S₅. Через 8-10 ч поверхность следует промыть водой.

Для этих же целей можно использовать растворы хлорида железа (FeCl₃). На загрязненную поверхность наносят раствор хлорида железа и при помощи мягкой кисточки или щетки смешивают с каплями ртути. При этом ртуть деформируется и теряет свои жидкие свойства, превращаясь в серный порошок. На 25 м² поверхности требуется 1 ведро демеркуризирующего раствора.

После демеркуризации помещение следует проветрить, а затем провести качественный анализ на наличие ртути в воздухе. Для этого используют фильтровальную бумагу, покрытую тонким слоем йодида меди (CuI), для чего ее помещают вблизи проверяемых мест на 4 ч. Если бумага не порозовеет, то концентрация паров ртути в воздухе не превышает допустимую, равную 0,01 мг/м³.

Правила работы с взрывоопасными веществами

Летучие вещества и растворители (спирт, этиловый эфир, бензин, толуол и другие вещества), применяемые в лабораториях пищевых заводов, представляют большую опасность.

Пары некоторых из них легко воспламеняются. При определенной концентрации паров летучих растворителей в воздухе образуется взрывчатая смесь, поэтому при нагревании или кипячении нельзя пользоваться нагревательными приборами с открытым пламенем.

При смешивании некоторых веществ могут произойти самовоспламенение или взрыв. Нельзя допускать попадания крепкой азотной кислоты на органические вещества (стружки, тряпки, бумагу), так как они могут воспламениться.

Все работы, связанные с применением огне- и взрывоопасных веществ, проводят в вытяжном шкафу.

Нельзя тушить загоревшие летучие растворители водой, так как это может вызвать еще большее распространение пожара.

Каждая лаборатория должна быть обеспечена необходимыми средствами тушения пожара: огнетушителями, ящиком с песком (с лопатой или совком), куском войлока или кошмы.

Если огонь распространился на большую площадь, то следует пользоваться огнетушителем (густопенным или порошковым), сбивая пламя со стороны не пораженного им участка.

Запас спирта и других летучих жидкостей в лаборатории должен быть небольшим, т. е. необходимым только для текущей повседневной работы. Эти жидкости следует хранить в изолированном отделении шкафа, удаленном от источников огня и снабженном плотно закрывающейся дверцей. Изнутри шкаф должен быть покрыт асбестом и обит кровельным железом.

Во избежание несчастных случаев при возникновении пожара следует соблюдать следующие правила:

1. Запрещается оставлять без присмотра газовые горелки и электронагревательные приборы. При возникновении пожара необходимо выключить рубильник, перекрыть газовый кран, пламя засыпать песком.
2. При загорании одежды пострадавшего следует накрыть кошмой и облить водой.
3. При разливе огнеопасной жидкости необходимо отключить все горелки и электронагревательные приборы, а затем убрать жидкость.
4. При обнаружении запаха газа нельзя зажигать огонь и пользоваться электронагревательными приборами.
5. При воспламенении масляной бани необходимо, прежде всего, погасить горелку, а затем быстро накрыть пламя сложенной вдвое или вчетверо влажной тряпкой.

Первая помощь при ожогах и порезах

Поскольку при выполнении аналитических работ приходится пользоваться открытым пламенем, горячими предметами или водяным паром, могут возникнуть ожоги различной степени.

В таких случаях пораженное место следует смочить этиловым спиртом или 3–10%-ным раствором перманганата калия и наложить стерильную повязку.

При попадании на кожу горячего масла обожженное место следует обработать бензином, а затем смазать мазью от ожога.

Ожоги могут возникнуть и при попадании на кожу или одежду некоторых химических реактивов (различных кислот и щелочей, брома и других реактивов).

При ожогах кислотами пораженное место промывают большим количеством воды и 3%-ным раствором гидрокарбоната натрия.

Если же ожог возник от воздействия щелочи, то пораженное место необходимо промыть водой, а затем 1-5%-ным раствором уксусной кислоты.

При ожогах кислотами слизистой рта следует немедленно прополоскать рот 5%-ным раствором гидрокарбоната натрия, а затем водой, а при ожогах щелочами - 2%-ным раствором уксусной кислоты, а затем водой.

В случае попадания кислот или щелочей в глаза необходимо промыть их водой, а затем при попадании кислот - 3%-ным раствором гидрокарбоната натрия и при попадании щелочей - насыщенным раствором борной кислоты.

В процессе работы со стеклянной лабораторной посудой возможны порезы рук. В этом случае необходимо из раны извлечь осколки стекла, а затем смазать ее йодом. Можно промыть рану водой, присыпать стрептоцидом и перевязать. При сильном кровотечении рану следует обработать 3%-ным раствором пергидроля и перевязать.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ СУХИХ ВЕЩЕСТВ В ПЛОДАХ И ОВОЩАХ

Цель работы: освоить метод определения сухих веществ до постоянной массы в плодах и овощах; оценить значение определяемого показателя для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить массовую долю сухих веществ в клубнях картофеля, корнеплодах моркови, яблоках, любых кормах. 2. Провести расчет содержания сухих веществ в исследуемых объектах.

Принцип метода. Содержание сухого вещества определяется высушиванием навески вещества до постоянной массы. Сухое вещество определяется как остаток, получаемый после удаления влаги. Для получения правильных результатов необходимо соблюдать установленную температуру и продолжительность высушивания навески вещества (последнее особенно важно при экспресс-методах анализа).

Ход определения. На аналитических весах взвешивают предварительно высушенный бюкс с точностью до 0,0001 г. Затем в бюкс помещают измельченную навеску на 1/3-1/2 объема (для плодов и ягод примерно 1,5 – 3 г). Навеску измельчают ножом из нержавеющей стали на деревянной доске с бортиками, избегая при этом потери сока. Размер отдельных частиц вещества должен быть не более 3-5 мм. Из сочных продуктов образуется тестообразная масса, из которой после перемешивания берут навеску, добавляя в бюкс около 10 г чистого кварцевого песка. Для лучшего перемешивания навески и предупреждения образования корочки на поверхности исследуемого вещества в бюкс при сушке помещают стеклянную палочку такой длины, чтобы можно было закрыть крышку.

Бюкс с навеской сразу же взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 г и помещают в сушильный шкаф с регулируемой температурой. Бюкс лучше размещать в центральной части на сетчатой полке шкафа на расстоянии более 30 мм от шарика термометра, которым измеряют температуру воздуха в сушильном шкафу.

Первые 20-30 мин температура сушки 100–105⁰ (для быстрого подавления деятельности ферментов), в основное время сушки 80–90⁰. Затем температуру поднимают до 105⁰ для досушивания навески. Общая продолжительность сушки составляет 3-5 ч.

Во время сушки бюксы периодически взвешивают. Первое взвешивание производят обычно через 2 ч сушки, затем – каждый час, а в конце сушки – через каждые 30 мин. Перед взвешиванием бюксы закрывают крышками и помещают на 20-30 мин в эксикатор с серной кислотой для охлаждения.

Навески взвешивают до тех пор, пока разница между последующими взвешиваниями не будет превышать 0,0002 г или пока масса не увеличится. Тогда массу высушиваемого материала считают постоянной (при увеличении массы окончательной величиной считают наименьшую).

Вычисление результатов. Содержание сухого вещества в % (X) вычисляют по формуле:

$$X = (B - A / B - A) \cdot 100,$$

где А – масса пустого бюкса, г; В – масса бюкса с навеской до высушивания, г; В – масса бюкса с навеской после высушивания, г.

Вычитая полученную величину из 100, узнаем содержание воды в (%) в исследуемом продукте.

Анализ проводят в двух повторностях, и результаты его выражают в виде средней величины из двух параллельных определений. Расхождение между двумя определениями не должно превышать 0,2%.

Оборудование и материалы:

1. Сушильный шкаф.
2. Аналитические весы.
3. Эксикатор.
4. Деревянные доски.
5. Ножи из нержавеющей стали.
6. Клубни картофеля, корнеплоды моркови, плоды яблонь.

С методами определения массовой доли сухих веществ в плодах и овощах, кормах можно ознакомиться по нормативной литературе [1], а также по измерительным методам контроля показателей качества и безопасности продуктов питания В.В. Шевченко [2]. С общей характеристикой сухих веществ плодов и овощей можно ознакомиться по теххимическому контролю сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки И.Н. Миколайчик [3].

Литература

1. ГОСТ 31640-2012. Корма. Методы определения содержания сухого вещества. – М.: Стандартинформ, 2020. – 8 с.
2. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 1. Продукты растительного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 304 с.
3. Миколайчик, И.Н. Теххимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург. Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

1. Какое содержание влаги допускается в сушёных плодах и овощах по стандартам и техническим условиям?
2. Какие преимущества имеет сушка продуктов в вакууме?
3. Почему высушивание материала ведут при температуре 100-105⁰С?
4. При какой температуре высушивания подавляется деятельность ферментов плодов и овощей?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ РАСТВОРИМЫХ СУХИХ ВЕЩЕСТВ РЕФРАКТОМЕТРОМ

Цель работы: научиться работать с рефрактометром; освоить метод определения растворимых сухих веществ; оценить значение определяемого показателя для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить содержание растворимых сухих веществ в детских соках: яблочном, персиковом и других, а также в яблоке, моркови и других плодах и овощах. 2. Сравнить содержание растворимых сухих веществ в соках и их содержанием в плодах и овощах.

Используя рефрактометр, можно очень быстро определить содержание растворимых сухих веществ в соке ягод, плодов, корнеплодов и других. При помощи рефрактометра можно, однако, определить только суммарное количество растворимых сухих веществ (сахара, кислоты, дубильные, красящие и другие). Так как в соке растворены главным образом сахара, то этот метод применяют в селекции для оценки сахаристости сортов. Метод применяется также для оценки сырья и готовой продукции консервной промышленности. Он не является точным, однако может быть использован для оценки индивидуальной и групповой изменчивости.

Принцип метода. Световые лучи при переходе из одной среды в другую преломляются. Показатель (коэффициент) преломления зависит от длины волны падающего света, температуры среды и концентрации растворенных веществ. Рефрактометрический метод основан на измерении величины показателя преломления (рефракции) исследуемой жидкости.

Устройство рефрактометра

Основная деталь рефрактометра – измерительная призма, изготовленная из тяжелого стекла с показателем преломления 1,5724. Измерительная призма укреплена неподвижно, а осветительная призма, соединенная с ней шарнирно, откидывается вверх. Между призмами небольшой зазор (около 0,15 мм) для исследуемого раствора. Через полую оправу призм пропускают воду с постоянной темпера-

турой (20°). Зеркалом свет направляют на верхнюю призму при анализе неокрашенных жидкостей и на нижнюю при исследовании окрашенных растворов.

В поле зрения прибора две шкалы: левая показывает коэффициент преломления (градуировка от 1,3 до 1,5 с ценой деления 0,001), правая – содержание растворимых сухих веществ в процентах (от 0 до 95% с ценой деления 0,2% в интервале от 0 до 50% и 0,1% - в интервале от 50 до 95%).

Ход определения. Задача сводится к нахождению четкой границы между темным и светлым полями. Перед началом работы проверяют правильность показаний прибора (нулевую точку рефрактометра) по дистиллированной воде при температуре 20°. Если граница светотени проходит по делению шкалы, соответствующему показателю преломления 1,333 или 0% по шкале сухих веществ, то показания рефрактометра правильны. При отклонении визирной линии от указанного деления прибор устанавливают на нуль при помощи специального ключа. После этого на поверхность нижней измерительной призмы стеклянной палочкой наносят 2-3 капли исследуемой жидкости (первые две капли выбрасывают), закрывают нижнюю призму верхней, зеркалом наводят луч света, затем перемещают окуляр вдоль прорези, пока граница светотени не совместится с визирной пунктирной линией. По шкале прибора отмечают деление, через которое проходит граница светотени.

По окончании измерений призмы рефрактометра вытирают фильтровальной бумагой, а затем промывают дистиллированной водой. Для получения более точных результатов определение проводят не менее трёх раз, а из трёх измерений берут среднее. Если определение проводилось не при 20°, вносят поправку на температуру по таблице. Наиболее часто встречающийся источник ошибки – испарение воды с исследуемого горячего объекта (например, томатного сока), поэтому охлаждение до 20° следует проводить быстро в закрытой колбе.

Пример расчета. При 22° содержание сухого вещества – 12%. Поправка на температуру – 0,14%. Действительное содержание сухого вещества $12 + 0,14 = 12,14\%$.

Для полевых измерений, прежде всего в селекционной работе, применяют полевой рефрактометр, в комплект которого входят также трубка-нож для выемки проб, ручной пресс для отжатия сока,

щетка для очистки сока и ключ для установки рефрактометра на нуль. Шкала рефрактометра градуирована от 0 до 30% с ценой деления 1%. Определение проводится таким же образом, как и на лабораторном рефрактометре.

Оборудование и материалы: лабораторный и полевой рефрактометры; пресс для отжатия сока; ножи; дистиллированная вода; фильтровальная бумага; плоды; овощи; плодовые и овощные соки; полуфабрикаты бродильной промышленности.

С рефрактометрическим методом определения растворимых сухих веществ можно ознакомиться по нормативной литературе [1], а также по измерительным методам контроля качества и безопасности продуктов питания В.В. Шевченко и других соавторов [2].

Литература

1. ГОСТ ISO 2173-2013. Продукты переработки фруктов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ. – М.: Стандартинформ, 2014. – 8 с.
2. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 1. Продукты растительного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 304 с.

Контрольные вопросы

1. Дайте определение растворимым сухим веществам.
2. Какая ошибка наиболее часто встречается в определении растворимых сухих веществ и как её можно избежать?
3. В чём заключается принцип метода определения растворимых сухих веществ?
4. Устройство рефрактометра, правила работы с ним.

Лабораторная работа № 3 ОЦЕНКА КАЧЕСТВА РАСТИТЕЛЬНОГО МАСЛА

Цель работы: изучить оценку качества растительного масла согласно нормативной документации; освоить методы оценки качества растительного масла; оценить значение физико-химических показателей для исследуемого объекта.

Задание. 1. Определить запах, вкус и прозрачность растительного масла; определить содержание влаги, летучих веществ в растительном масле; определить кислотное число масла; определить число омыления масла; определить цветное число масла.

Отбор проб

Качество растительного масла определяют по его внешнему виду, физическим свойствам и химическому составу. Для отбора проб применяют специальный пробоотборник, который имеет вид стальной (или алюминиевой) трубки с внутренним диаметром 2,5 мм; длина её несколько больше высоты той тары, из которой отбирается проба. Внутри трубки проходит металлический прут (длиннее трубки на 15-20 см), оканчивающихся внизу деревянной конической пробкой, которая плотно входит в трубку. На нижнем конце трубка расширена по форме пробки.

Трубку медленно опускают в слой масла на нужную глубину при закрытой пробке, после чего нажимают на прут, и пробка выходит из трубки, в которую набирается масло. Затем прут поднимают, конец трубки закрывают пробкой. Трубку вынимают, дают стечь маслу, приставшему к ней снаружи; взятую пробу выливают в сухую стеклянную посуду.

От партий весом до 16 т пробу берут в размере 1 л; свыше 16 до 50 т – 2 л; от 50 до 200 т – 5 л (ГОСТ 32190-2013) [1]. Плотную закрытую с обвязанным пергаментом горлышком склянку отправляют в лабораторию для анализа. На случай арбитража параллельно берут и сохраняют на складе вторую пробу.

Определение запаха, вкуса и прозрачности

В соответствии с ГОСТом 5472-50 [2] запах, вкус и прозрачность определяют при температуре 20°. На стеклянную пластинку наносят

тонкий слой масла или растирают его на тыльной стороне руки и исследуют запах. Отчётливо ощущается запах, если масло нагреть на водяной бане до 50°.

Для определения цвета наливают масло в стакан слоем не менее 50 мл и рассматривают в проходящем и отраженном свете. Отмечается цвет и оттенок масла, например, «желтый с зеленоватым оттенком».

Прозрачность определяют в цилиндре с притёртой пробкой ёмкостью 100 мл с ценой деления 0,5 мл. Наливают в цилиндр масло и оставляют в покое при 20° на 24 часа (касторовое – на 48 часов). Если за этот период не обнаружится мути или взвешенных хлопьев, масло считается прозрачным.

Содержание влаги и летучих веществ определяют высушиванием при 105° до постоянного веса. Для этого отвешивают две пробы масла по 5 г каждая на аналитических весах и ставят в сушильный шкаф при 100-105°. Через 30 мин. взвешивают первый раз и затем каждые 15 мин. Если при двух последовательных взвешиваниях вес последующего по сравнению с предыдущим отличается меньше, чем на 0,005 г, сушку заканчивают. Взвешивают на аналитических весах. Влажность и содержание летучих веществ определяют в % на сырой вес [5].

Определение йодного числа

Йодным числом называется число граммов йода, которое реагирует со 100 г масла. Чем больше йодное число, тем выше содержание в масле непредельных кислот и тем ценнее масло для приготовления олифы и лака. По йодному числу можно судить также, чистое масло или смешанное. Проба должна быть хорошо перемешана и профильтрована.

Йодное число ртутным методом определяют следующим образом. Приготавливают йодно-ртутный раствор: растворяют 25 г йода в 500 мл 96%-ного спирта (ректификата); отдельно растворяют 30 г сулемы в 500 мл такого же спирта и профильтровывают. Оба раствора хранят отдельно в склянках тёмного стекла с притертыми пробками и смешивают в соотношении 1:1 только за 48 часов до определения.

Приготавливают 0,1 н. раствор гипосульфита натрия, растворяя 25 г последнего в 1 л свежeproкипяченной дистиллированной воды. Титр раствора проверяют не раньше, чем через 14 дней. Для этого 1-2 г

чистого йодистого калия (не содержащего йодновато-кислого калия) всыпают в колбу и растворяют в возможно малом количестве воды, прибавляют 5 мл HCl, разбавленной 1:5 водой (HCl - берут с удельным весом - 1,035 кг/дм³). Затем из бюретки приливают 20 мл 0,1 н. раствора двуххромовокислого калия, оставляют на 5 минут в темном месте и разбалтывают дистиллированной водой до 200-300 мл. После этого титруют испытуемым раствором гипосульфита, постоянно взбалтывая до слабо-желтого цвета. Прибавляют 1 мл 1%-ного раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

Раствор двуххромовокислого калия 0,1 н. раствора приготавливают растворением в 1 л дистиллированной воды точной навески 4,9033 г химиката, дважды перекристаллизованного при температуре 130 °С. Один миллилитр такого раствора соответствует 0,01 г йода.

В коническую колбу с притертой пробкой берут навеску масла (в зависимости от величины йодного числа); если йодное число равно 30, то берут 1,0000 г масла (на аналитических весах), приливают 10 мл хлороформа и 25 мл йодно-ртутного раствора и настаивают 6 часов.

Согласно ГОСТ 5475-69 если йодное число от 30 до 50, берут 0,6000 г масла и настаивают 8 часов; если от 50 до 100, то берут 0,3000 г масла и настаивают 12 часов и т.д. [3].

Одновременно ведут так называемый контрольный или пустой опыт, без навески масла.

После настаивания приливают 10 мл 10%-ного раствора йодистого калия. Если появляется красный осадок, добавляют еще раствора йодистого калия до полного растворения осадка. Добавляют 100 мл дистиллированной воды и, взбалтывая, титруют 0,1 н. раствором гипосульфита до слабо-желтого окрашивания; прибавляют 1 мл раствора крахмала и титруют до исчезновения синего окрашивания. Йодное число вычисляется по формуле:

$$X = \frac{1,269 \cdot F \cdot (V - V_1)}{g},$$

где F - фактор пересчета на строго 0,1 н. раствор гипосульфита; V - число миллилитров 0,1 н. раствора гипосульфита в контрольном опыте; V_1 - то же самое число в колбе с навеской масла; g - навеска масла в граммах; X - йодное число.

Вычисляют величину йодного числа и указывают, каким способом произведен анализ (йодно-ртутным или бром-йодным раствором в ледяной уксусной кислоте). Йодное число определяют как среднее арифметическое из двух определений. Допустимые расхождения: 0,40 йодного числа при величине его до 100 и 1,0 – при величине йодного числа более 100.

Методом раствора бром-йода в ледяной уксусной кислоте йодное число определяют следующим образом. Приготавливают раствор бром-йода в ледяной уксусной кислоте: 13 г йода обливают небольшим количеством уксусной кислоты (ледяной), доливают этой кислотой до 1 л и выдерживают до полного растворения. Для удаления избытка брома через раствор пропускают углекислый газ.

Навеску берут, как и в предыдущем опыте, по разности веса; размеры навески те же самые. Ведут параллельно пустой опыт. Приливают 10 мл хлороформа и 25 мл раствора бром-йода в ледяной уксусной кислоте и закрывают колбу пробкой. Осторожно перемешивают и оставляют стоять в темном (при температуре 20 °С) для настаивания (30 минут для йодного числа до 120 и 1 час – более 120). В дальнейшем титруют и вычисляют йодное число, как описано выше.

Задание. Определить запах, вкус и прозрачность подсолнечного масла. Ознакомиться с взятием образцов растительного масла, определением влаги и летучих кислот.

Определить йодное число в растительном масле, льняном или подсолнечном.

Определение кислотного числа

Согласно ГОСТу 31933-2012 отфильтрованное масло в количестве 3-5 г отвешивают в конической колбе, приливают 50 мл смеси этилового эфира и этилового спирта (2:1). Для лучшего растворения масла колбу слегка подогревают на водяной бане при взбалтывании, дают охладиться (15-20 °С). Быстро титруют 0,1 н. раствором едкого калия или натрия до ясного изменения окраски при индикаторе фенолфталеине. При этом количество спирта (применяемого с эфиром или без него) должно быть, не менее чем в 5 раз больше количества израсходованного на титрование 0,1 н. раствора едкого калия или натрия, в противном случае возможен гидролиз масла, и результаты анализа будут неправильные [4].

Если кислотное число масла больше 6 кг, навеску масла берут около 2 г и растворяют в 40 мл смеси этилового эфира с этиловым спиртом. Применение нейтрального спирта без эфира допускается только при определении кислотного числа кастрового масла.

Кислотное число определяют по формуле:

$$X = \frac{M \cdot F \cdot V}{g},$$

где V – число миллилитров 0,1 н. раствора едкого калия или едкого натрия, израсходованного на титрование; F – коэффициент пересчета на строго 0,1 н. раствор едкого калия или натрия; M – для едкого калия равно 5,011 и для едкого натрия равно 4,0; g – навеска масла в граммах.

Определение числа омыления

Числом омыления называется число миллиграммов 0,5 н. раствора едкого калия, необходимое для омыления глицеридов и нейтрализации жирных кислот, входящих в состав масла.

Приготавливают 0,5 н. спиртовой раствор едкого калия: растворяют в 50-60 мл дистиллированной воды 30 г чистого КОН (предварительно ополоснутого чисто дистиллированной водой), доливают 95%-ным этиловым спиртом до 1 л и оставляют на сутки. Раствор осторожно сливают с осадка в склянку темного стекла, защищая от углекислого газа воздуха трубкой с натронной известью. Раствор должен быть бесцветным.

Пробу масла профильтровывают, отвешивают в конической колбе около 2 г масла с точностью до 1,001 г, приливают из бюретки 25 мл 0,5 н. раствора едкого калия, соединяют колбу с обратным холодильником, опускают поглубже в сильно кипящую водяную баню и кипятят около часа, взбалтывая время от времени колбу. Таким путем получают мыльный раствор. К прозрачному горячему раствору приливают 0,5 мл 1%-ного раствора фенолфталеина и быстро титруют 0,5 н. раствором соляной кислоты до нейтральной реакции. Параллельно ведут пустой опыт (без навески масла). Число омыления определяют, пользуясь формулой:

$$X = \frac{28,035 \cdot F \cdot (V - V_1)}{g},$$

где - 28,039 мг КОН соответствует одному миллилитру 0,5 раствора HCl; F – фактор пересчета на строго 0,5 н. раствора HCl; V – число миллилитров 0,5 н. раствора HCl, израсходованное на титрование в пустом опыте; V_1 – то же, в опыте с навеской масла; g – навеска масла а граммах.

Число омыления определяется как среднее арифметическое из двух определений (параллельных). Расхождение между параллельными анализами должно быть не более 1,0 [5,6].

Определение цветности масла

Интенсивность окраски масла зависит от ряда причин. Если семена хранились во влажном состоянии и подвергались согреванию, то интенсивность окраски масла резко увеличивается вследствие того, что под влиянием ферментов происходит расщепление жира с образованием окрашенных продуктов, переходящих в масло. Таким образом, повышенная цветность масла в большинстве случаев свойственна маслу пониженного качества. Она указывает или на неправильный технологический процесс (недостаточную очистку семян, перегревание мятки и т.д.), или же на порчу семян в период хранения или перевозки. В последнем случае повышенная цветность сопровождается повышенной кислотностью и другими признаками ухудшения качества масла [5].

Цветность масла определяют в пробирках сравнением масла с таким же стандартными пробирками, содержащими раствор йода в йодистом калии.

Интенсивность окраски раствора находится в прямой от концентрации йода. Поэтому цветность определяется по концентрации йода. *Цветным числом называется число граммов свободного йода, содержащегося в 100 мл водного раствора йода в йодистом калии одинакового цвета с испытуемым маслом при высоте столба последнего раствора 1 см.*

Для определения цветного числа необходимо приготовить набор (шкалу) пробирок со стандартными растворами йода. В мерную колбу на 200 мл отвешивают 5 мг кристаллического (невозогнанного) йода и 10 г йодистого калия, приливают 50-100 мл дистиллированной воды и после растворения доводят колбу до метки. Таким путем готовят 2,5%-ный раствор йода, необходимый для приготовления исходного раствора, содержащегося 0,1 г в 100 мл или 1 мг в 1 мл

раствора. Для получения исходного раствора берут пипеткой 10 мл приготовленного 2,5-ного раствора в мерную колбу на 250 мл и доливают дистиллированной водой до метки. Титр исходного раствора устанавливают по гипосульфиту. Предположим, что приготовленный раствор содержит точно 1 мг йода в 1 мл. Тогда берут десять пробирок бесцветного стекла одинакового диаметра, нумеруют их и наливают исходный раствор из бюретки, разбавляя дистиллированной водой в следующих пропорциях:

Приготовление стандартной шкалы

Номер пробирки	Количество исходного раствора (в мл)	Количество воды (в мл)	Цветное число
1	2	3	4
1	10	0	100
2	6	4	60
3	5	5	50
4	4	6	40
5	3	7	30
6	2,5	7,5	25
7	2,0	8,0	20
8	1,0	9,0	5
9	0,5	9,5	1
10	1,1	9,9	1

Цифры крайнего столбика справа (величины цветного числа) наносят на пробирки соответствующих номеров. В тех случаях, когда титр раствора больше или меньше 1 мг в 1 мл, вносят соответствующую поправку или же уточняют раствор с тем, чтобы количество йода в каждой пробирке соответствовало числам, приведенным в таблице.

Приготовленную стандартную шкалу хранят в темном месте. Один раз в месяц проверяют цвет стандартных растворов, для этого снова готовят исходный раствор и сравнивают цвет со стандартными пробирками.

С методами определения оценки качества растительного масла можно ознакомиться по соответствующей нормативной документации [1, 2, 3, 4], а также по лабораторному практикуму Л.А. Мхитарьянц

[5], В.В. Шевченко [6]. Характеристика и показатели оценки качества растительных масел отражены в технологии переработки продукции растениеводства Н.М. Личко [7], в технологии и теххимическом контроле производства растительных масел В.Л. Кичигина [8], а также в теххимическом контроле сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки И.Н. Миколайчик [9].

Литература

1. ГОСТ 32190-2013. Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб. – М.: Стандартинформ, 2014. – 16 с.
2. ГОСТ 5472-50. Масла растительные. Определение запаха, цвета и прозрачности. – М.: Стандартинформ, 2015. – 4 с.
3. ГОСТ 5475-69. Масла растительные. Методы определения йодного числа. – М.: Стандартинформ, 2015. – 6 с.
4. ГОСТ 31933-2012. Масла растительные Методы определения кислотного числа. – М.: Стандартинформ, 2019. – 11 с.
5. Мхитарьянц, Л.А. Лабораторный практикум по технологии отрасли (производство растительных масел) / Л.А. Мхитарьянц, Е.П. Корнева, Е.В. Мортавшук. Под ред. проф. Е.П. Корневой. – СПб.: ГИОРД, 2013. – 224 с. (e.lanbook.com).
6. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 2. Продукты животного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 200 с.
7. Личко, Н.М. Технология переработки продукции растениеводства. Учебник для ВУЗов. / Н.М. Личко. – М.: КолосС, 2008. – 616 с.
8. Кичигин, В.Л. Технология и теххимический контроль производства растительных масел / В.Л. Кичигин. – М.: Пищевая промышленность, 1976.
9. Миколайчик, И.Н. Теххимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург.: Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

1. Как проводят отбор проб? Как определяют запах, вкус и прозрачность растительного масла?

2. Что называют йодным числом? Как его определяют?
3. Каким образом ведут определение кислотного числа? В каких единицах определяется кислотное число растительного масла?
4. Что называют числом омыления? В каких единицах определяется число омыления растительного масла?
5. Как определяют цветность масла? От чего зависит интенсивность окраски масла.

Лабораторная работа № 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТИТРУЕМОЙ КИСЛОТНОСТИ СЫРЬЯ, КОНСЕРВОВ МЕТОДОМ ВИЗУАЛЬНОГО ТИТРОВАНИЯ

Цель работы: освоить метод определения титруемой кислотности сырья, готовой продукции; оценить значение определяемого показателя для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить титруемую кислотность в томат-пасте, яблочном соке, рассоле, в любом зерне. 2. Провести расчет общей кислотности в исследуемых объектах. 3. Сравнить полученные результаты в соответствии с требованиями стандартов.

Определение основано на титровании определенных объемов экстракта, полученного из известной навески раствором 0,1 н. щелочи в присутствии индикатора. Результаты титрования выражают в процентах для одной из главных органических кислот, входящих в состав объекта [1].

Материалы и оборудование:

1. Технохимические весы.
2. Стаканчик или фарфоровая чашка.
3. Воронка, сухой складчатый фильтр.
4. Мерная колба емкостью 250 мл с притертой пробкой.
5. Стакан или колба на 250 мл (2 шт.).
6. Пипетка на 50 мл.
7. Бюретка для титрования.
8. 1%-ный спиртовой раствор фенолфталеина.
9. 0,1 н. раствор NaOH.
10. Лакмусовая бумага.
11. Дистиллированная вода.
12. Томатный соус или томат-паста, яблочный сок, рассол или любая заливочная жидкость, любое зерно (ячмень, рис, пшеница, кукуруза).

Ход анализа. Общую кислотность консервированных продуктов определяют следующим образом. Навеску средней пробы 20 г отвешивают с точностью до 0,01 г в стаканчике или фарфоровой чашке на технохимических весах и без потерь переносят (смывая горячей

водой дистиллированной через воронку) в мерную колбу емкостью 250 мл. Доливают горячую (80 °С) дистиллированную воду приблизительно до $\frac{3}{4}$ объема колбы, хорошо встряхивают её и оставляют на 30 мин., время от времени встряхивая. Затем колбу охлаждают под краном до комнатной температуры, доливают дистиллированной водой до метки и, закрыв пробкой, хорошо перемешивают содержимое. Далее жидкость фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухой стакан или колбу, отбирают пипеткой 50 мл фильтрата в коническую колбу емкостью 200-250 мл, прибавляют 3-5 капель 1%-ного спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1 н. раствором NaOH.

Конец титрования окрашенных растворов устанавливают по чувствительной лакмусовой бумажке.

Расчёт анализа. Общую кислотность выражают в % (х) в пересчёте на соответствующую кислоту. Вычисление производится по формуле:

$$x = V \cdot K \cdot 5 \cdot 100 / n,$$

где V – число миллилитров 0,1 н. раствора NaOH, мл; K – коэффициент пересчета на соответствующую кислоту (на яблочную – 0,0067, лимонную – 0,0064, уксусную – 0,006, молочную – 0,009, винную – 0,0075); n – навеска или взятый объём (для жидких продуктов) испытуемого вещества, мл или г.

По ГОСТу ISO 750-2013 общую кислотность можно выражать также в миллиэквивалентах, то есть количестве 0,1 н. раствора NaOH в мл на 100 г или 100 мл, анализируемых консервов, а также в градусах, то есть количестве 1,0 н. раствора NaOH на те же 100 г или 100 мл продукта [2].

Если фильтрат сильно окрашен, его разбавляют, доливая перед титрованием в коническую колбу приблизительно такое же по объёму количество дистиллированной воды.

Для определения общей кислотности жидких продуктов (сока, рассола, заливочной жидкости и тому подобное) в мерную колбу на 250 мл отмеривают пипеткой 20 мл жидкого продукта, доливают дистиллированной водой до метки, хорошо перемешивают и затем отбирают 50 мл в коническую колбу для титрования [3].

При изменении соотношения объёма всей вытяжки и объёма, взятого для титрования, вместо числа 5 в формулу расчёта подставляют другую величину.

Для определения общей кислотности экстракта 50 мл его помещают в мерную колбу ёмкостью 500 мл и доводят дистиллированной водой до метки.

Общая кислотность ряда консервов нормируется, например, в плодовых соках она должна быть не менее: виноградном – 0,2%, яблочном – 0,3%, мандариновом – 0,5%, чёрносмородиновом – 1,5%, острым томатном соусе – 1,1 – 1,5%, в рыбных консервах с томатным соусом – 0,3 – 0,6%, а в мясорастительных консервах – не более 0,4%.

Общая кислотность овощных консервов допускается не выше 0,7% (в пересчёте на яблочную кислоту), а маринадных заливок некоторых консервов – не выше 2% (в пересчёте на уксусную кислоту).

С методом определения общей или титруемой кислотности сырья можно ознакомиться по нормативной литературе [2], а также по методам биохимического исследования растений А.И. Ермакова [1], по измерительным методам контроля показателей качества и безопасности продуктов питания по В.В. Шевченко [3]. С общей характеристикой растворимых сухих веществ плодов, овощей, консервов можно ознакомиться по технохимическому контролю сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки И.Н. Миколайчик [4].

Литература

1. Ермаков, А.И. Методы биохимического исследования растений / А.И. Ермаков, В.В. Арасимович, Н.П. Яром. – Л.: Агропромиздат, 1987. – 430 с.
2. ГОСТ ISO 750-2013. Продукты переработки фруктов и овощей. Определение титруемой кислотности. – М.: Стандартинформ, 2019. - 6 с.
3. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 1. Продукты растительного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 304 с.
4. Миколайчик, И.Н. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург. Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

1. Как определяют общую кислотность консервированных продуктов методом визуального титрования?
2. Как определяют конец титрования? Как проявляет свои свойства фенолфталеин в щелочной среде?
3. Какая общая кислотность должна быть в соках по нормативно-технической документации?
4. В каких единицах выражается титруемая кислотность?

Лабораторная работа № 5 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛЕТУЧИХ КИСЛОТ В КОНЦЕНТРИРОВАННЫХ ТОМАТОПРОДУКТАХ, МАРИНАДАХ, МЯСНОМ ФАРШЕ МЕТОДОМ ОТГОНКИ С ВОДЯНЫМ ПАРОМ

Цель работы: освоить метод определения летучих кислот с помощью отгонки с водяным паром; оценить значение определяемого показателя для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить содержание летучих кислот в томатопродуктах, мясном фарше. 2. Провести расчет содержания летучих кислот в исследуемых объектах и сделать выводы.

В концентрированных томатопродуктах, фруктовых пюре и соках содержание летучих кислот должно быть не более 0,05 – 0,2% (в пересчёте на уксусную кислоту). Этот показатель повышается при использовании некондиционного сырья или при задержке полуфабриката на отдельных стадиях его переработки.

Метод отгонки с водяным паром (стандартный метод определения)

Реактивы и оборудование:

1. 10%-ная ортофосфорная кислота.
2. 0,1 н. раствор гидроксида натрия или гидроксида калия.
3. 2%-раствор серной кислоты.
4. Индикатор фенолфталеин.
4. Аналитические весы.
5. Круглодонная колба на 200 мл.
6. Прямой холодильник (Либиха).
7. Приёмная колба на 300 мл.
8. Пипетка или бюретка для титрования.
9. Форштос.
10. Электрическая плитка.
11. Дистиллированная вода.
12. Томат-пюре, томат-паста, фруктовое пюре, мясной фарш или другие продукты.

Ход анализа. Навеску вещества (томат-пасты или других образцов) – около 2-3 г, отвешенную на теххимических весах, переносят

без потерь (смывая 50 мл прокипяченной дистиллированной водой) в круглодонную колбу емкостью 200 мл и приливают туда 1 мл 10%-ной ортофосфорной кислоты для выделения летучих кислот, находящихся в связанном состоянии.

Колбу соединяют с холодильником при помощи каплеуловителя и с парообразователем, или трубкой, конец которой должен быть погружен в жидкость до половины объема. К концу холодильника присоединяют форштос, опущенный в приемник для собирания отгона. Приемник должен иметь метку, указывающую объем 300 мл.

Колбу нагревают до тех пор, пока не отгонится примерно половина объема жидкости, затем пропускают пар и собирают 300 мл отгона. При этом объем жидкости в перегнанной колбе поддерживают постоянным (равным приблизительно 25 мл), не допуская пригорания и перебрасывания экстракта при бурном кипении в холодильник. Скорость перегонки регулируют так, чтобы 300 мл отгона были получены примерно за 1,5 ч.

Во избежание значительных погрешностей от находящейся в воде углекислоты, титруемой вместе с летучими кислотами, парообразователь наполняют дистиллированной водой, прокипяченной в течение 1 ч.

Прежде чем открыть зажим и начать пропускать пар через анализируемую жидкость, необходимо воду в парообразователе довести до кипения и вытеснить парами ее весь находящийся там воздух.

Полученный отгон титруют 0,1 н. раствором NaOH при индикаторе фенолфталеине. Перед титрованием отгон нужно нагреть до 60-65 °С.

Расчет анализа ведут по следующей формуле:

$$x = \frac{(V - 0,25) \cdot 0,006 \cdot 100}{a},$$

где x – содержание летучих кислот (в пересчете на уксусную), %; V – точное количество 0,1 н. раствора NaOH (помноженное на K), пошедшее на титрование, мл; 0,006 – титр 0,1 н. раствора уксусной кислоты; 0,25 – экспериментально установленная поправка на CO_2 ; a – навеска, г.

В мясном фарше содержание летучих жирных кислот ведут следующим образом: навеску 25 г фарша (мяса) помещают в круглодонную колбу емкостью 0,75-1,0 л. Туда же приливают 150 мл

2%-ного раствора серной кислоты. Содержимое колбы перемешивают и колбу закрывают пробкой с двумя отверстиями. В одно из отверстий пробки вставляют доходящую почти до дна колбы изогнутую под прямым углом стеклянную трубку для соединения колбы с парообразователем, а в другое отверстие вставляют каплеуловитель, соединяющий колбу с вертикальным или наклонным холодильником. Под холодильник подставляют коническую колбу емкостью 300 мл, на которой отмечен объем 200 мл. Воду в парообразователе доводят до кипения и производят отгон летучих жирных кислот с паром до тех пор, пока соберется 200 мл дистиллята. Во время отгона круглодонную колбу нагревают. Титрование дистиллята производят в той же колбе 0,1 н. раствором едкого натрия или едкого калия с фенолфталеином в качестве индикатора, с последующим расчетом на 0,2 н. раствор щелочи.

Параллельно ставят контрольный опыт, то есть производят определение расхода щелочи на титрование отгона (без мяса). Для этого 150 мл 2%-ного раствора серной кислоты (как указано выше) отгоняют паром, собирают 200 мл отгона и титруют его 0,1 н. раствором едкого натрия или едкого калия. Количество летучих жирных кислот определяют по формуле:

$$X = 5,61 \cdot (n - n_1) \cdot K/2,$$

где X - количество летучих жирных кислот в мл 0,2 н. раствора едкого натрия или едкого калия, пошедшее на титрование 200 мл отгона из 25 г мяса; n - количество миллилитров 0,1 н. раствора едкого натрия или едкого калия, пошедшее на титрование 200 мл отгона из мяса; n_1 - количество миллилитров 0,1 н. раствора едкого натрия или едкого калия, пошедшее на титрование 200 мл отгона в контрольном опыте (без мяса); K - коэффициент поправки на титр 0,1 н. раствора едкого натрия или едкого калия; 5,61 - масса гидроксида калия, содержащаяся в 1 см³ 0,1 н. раствора, мг.

Мясо считают свежим, если в нем содержится летучих жирных кислот до 4 мг КОН, сомнительно свежим - от 4 до 9 мг, а выше 9 мг – несвежим [1].

О методах исследования летучих кислот в сырье и консервированной продукции можно ознакомиться в измерительных методах контроля показателей качества и безопасности продуктов питания по В.В. Шевченко [2], о содержании летучих жирных кислот в мясе и

методах исследования мяса и мясных продуктов можно ознакомиться в литературных источниках [1, 3, 4].

Литература

1. Антипова, Л.В. Методы исследования мяса и мясных продуктов: учебник для ВУЗов / Л.В. Антипова, И.А. Глотова, И.А. Рогов. – М.: КолосС, 2004. - 571 с.
2. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 1. Продукты растительного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 304 с.
3. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 2. Продукты животного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 200 с.
4. Миколайчик, И.Н. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург. Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

1. В чем заключается метод отгонки с водяным паром?
2. Какие кислоты называются летучими?
3. Почему в ходе анализа следят за скоростью перегонки? Как ее регулируют?
4. Объясните, почему титрование проводят щелочью? Приведите возможные уравнения реакций.

Лабораторная работа № 6 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ПОВАРЕННОЙ СОЛИ В КОНСЕРВАХ АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКИМ ИЛИ МЕРКУРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Цель работы: освоить методы определения поваренной соли в консервируемой продукции; оценить значение определяемого показателя для исследуемых объектов согласно нормативной документации.

Задание. 1. Определить содержание поваренной соли в консервированных огурцах аргентометрическим методом. 2. Определить содержание поваренной соли меркурометрическим методом в рыбных консервах.

Содержание поваренной соли нормируется стандартными нормами в следующих пределах (в %):

- овощи фаршированные – 1,2 – 1,8;
- огурцы консервированные – 2,5 – 3,5;
- острый томатный соус – 2,2 – 2,5;
- сахарная кукуруза – 1 – 1,5.

ГОСТ 26186-84 – является стандартным как для аргентометрического, так и меркурометрического методов определения хлоридов. Согласно данному ГОСТу содержание хлоридов можно определить в продуктах переработки плодов и овощей, консервах мясных и мясо-растительных.

Аргентометрический метод

Реактивы и оборудование:

1. Аналитические весы.
2. Водяная баня.
3. Фарфоровая ступка, песок.
4. Воронка.
5. Мерная колба на 200 мл.
6. Бюретка для титрования.
7. Пипетка на 25 мл.
8. Раствор бикарбоната натрия и уксусной кислоты (Na_2CO_3 , CH_3COOH).

9. 10%-ный раствор хромата калия (K_2CrO_4).

10. 0,05 н. раствор нитрата серебра (AgNO_3).

11. Овощи фаршированные, огурцы консервированные, рыбные и мясные консервы.

Ход анализа: 10 – 20 г продукта взвешивают с точностью до 0,01 г, растирают в фарфоровой ступке с песком (5 г), свободным от хлоридов, с 2 – 3 мл дистиллированной водой, переносят через воронку с широким концом в мерную колбу ёмкостью 200 мл, доливают до 2/3 объёма её горячей дистиллированной водой и погружают на 10–15 мин. в нагретую до кипения баню, чтобы свёртывающиеся белки сбились в комки. Затем колбу охлаждают, доводят уровень содержимого до метки, фильтруют через складчатый фильтр и в фильтрате определяют количество хлора.

Титрование следует проводить при комнатной температуре, потому что при повышенной температуре увеличивается растворимость хромата серебра и уменьшается чувствительность индикатора.

Реакция среды должна быть нейтральной, так как и кислая и щелочная среды приводят к завышению результатов. Это объясняется тем, что образующийся в конце титрования окрашенный осадок хромата серебра (Ag_2CrO_4) растворим в кислотах, а при большей концентрации гидроксильных ионов образуется плохо растворимый гидрат окиси серебра (AgOH), выпадающий в осадок раньше Ag_2CrO_4 – хромата серебра.

Нейтрализовать кислую вытяжку следует бурой или бикарбонатом, но не содой, так как присутствие ионов вызывает образование плохо растворимого Ag_2CO_3 . Количество индикатора также играет важную роль при титровании, потому что изменение концентрации ионов в растворе отражается на своевременном выпадении осадка Ag_2CrO_4 .

Учитывая сказанное, отмеривают пипеткой точно от 25 до 50 мл фильтрата, нейтрализуют раствором бикарбоната или уксусной кислотой, прибавляют 1 мл 10%-ного раствора K_2CrO_4 и, непрерывно взбалтывая, титруют 0,05 н. раствором нитрата серебра до появления кирпично-красноватого осадка. Так как 1 мл 0,05 н. раствора AgNO_3 соответствует 0,0029 г NaCl , количество NaCl находят по формуле:

$$x = V \cdot 0,0029 \cdot R \cdot 100 / a,$$

где x – содержание NaCl, %; V – число мл 0,05 н. раствора нитрата серебра, затраченное на содержание с NaCl; R – коэффициент разбавления навески; a – масса вещества, г.

В мясе и мясных консервах стандартными являются аргентометрические методы (метод Мора и метод Фольгарда) определения поваренной соли, в качестве индикатора могут использоваться бихромат калия и железоаммонийные квасцы соответственно по ГОСТ 9957-2015 [2].

Меркурометрический метод

Этот метод рекомендуется для мясных, овощных и рыбных консервов с томатным соусом. Он заключается в титровании вытяжки раствором закисной азотно-кислой ртути в присутствии адсорбционного индикатора – бромфенолового синего, анионы которого, адсорбируясь на поверхности осадка в эквивалентной точке, окрашивают его в сиреневый цвет.

Реактивы и оборудование:

1. Аналитические весы.
2. Мерная колба на 200-250 мл.
3. Воронка, вата.
4. Пипетка на 10 мл.
5. Коническая колба на 100-150 мл.
6. Бюретка для титрования.
7. 10%-ный раствор $Pb(NO_3)_2$.
8. 0,1%-ный раствор бромфенолового синего.
9. 0,1 н. раствор $HgNO_3$.
10. Дифенилкарбазон.

Ход анализа. Измельчённую навеску – 10–25 г (в зависимости от первоначального содержания соли) переносят в мерную колбу на 200-250 мл, доводят до половины объёма дистиллированной водой, взбалтывают и оставляют на 15-20 мин. Затем вытяжку доводят водой до метки и фильтруют через вату.

Берут пипеткой 10 мл фильтрата в коническую колбу на 100-150 мл, добавляют 1 мл 10%-ного раствора нитрата свинца ($Pb(NO_3)_2$), а после взбалтывания – 6-8 капель 0,1%-ного раствора бромфенолового синего и титруют 0,1 н. раствором азотнокислой закиси ртути. При этом окраска будет изменяться от мутно-зеленоватой через светло-серую к сиреневой, особенно заметной при взбалтывании.

Расчет анализа. Содержание поваренной соли вычисляют по формуле:

$$x = V \cdot 0,005846 \cdot П \cdot 100 / m \cdot n,$$

где V – количество 0,1 н. раствора азотнокислой закиси ртути, затраченное на титрование, мл; 0,005846 – титр азотнокислой закиси ртути по поваренной соли; $П$ – объём вытяжки, мл; m – количество вытяжки, взятой для титрования, мл; n – масса вещества, г.

Если при анализе консервов (мясных и рыбных) переход окраски бромфенолового синего не отчётлив, по ГОСТу можно в качестве индикатора пользоваться дифенилкарбазоном, дающим голубую или сине-фиолетовую окраску.

Стандартным является также меркурометрический метод титрования хлоридов азотнокислой окисной ртутью в присутствии индикатора дифенилкарбазида, дающего бледно-фиолетовую окраску.

С методами определения массовой доли поваренной соли в консервах можно ознакомиться по нормативной документации [1, 2], а также по источникам литературы [3, 4].

Литература

1. ГОСТ 26186-84. Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Методы определения хлоридов. – М.: Стандартинформ, 2010. – 10 с.
2. ГОСТ 9957-2015. Мясо и мясные продукты. Методы определения содержания хлористого натрия. – М.: Стандартинформ, 2016. – 9 с.
3. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. – СПб.: Троицкий мост, 2009. – Ч. 1. Продукты растительного происхождения / В.В. Шевченко. – 2009. – 304 с.
4. Миколайчик, И.Н. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург. Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

1. Какое содержание поваренной соли в консервах должно быть в соответствии со стандартом?

2. В чём заключается аргентометрический метод определения содержания поваренной соли? Приведите уравнения реакций.
3. Какая реакция среды должна быть в ходе анализа?
4. Почему меркурометрический метод применяется только для овощных и рыбных консервов в томатном соусе?
5. Напишите все возможные химические уравнения реакций, которые протекают в ходе анализа?
6. Как проводят расчет анализов?

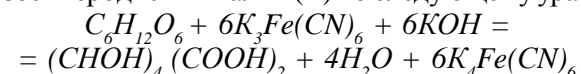
Лабораторная работа № 7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ САХАРОВ ЦИАНИДНЫМ МЕТОДОМ

Цель работы: освоить методы определения редуцирующих и нередуцирующих сахаров; оценить значение определяемых показателей для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить содержание редуцирующих и нередуцирующих сахаров цианидным методом в творожных изделиях, в луке.
2. Провести расчет содержания сахаров в исследуемых объектах.
3. Сравнить полученные результаты в соответствии с требованиями стандартов.

Более быстрым, доступным и точным методом определения сахаров является цианидный метод, который применяют для определения количества муки и манной крупы в творожных изделиях, сахарозы в сладких блюдах и напитках, лактозы в молочных полуфабрикатах, блюдах и изделиях [1].

В основе его лежит способность редуцирующих сахаров при нагревании в щелочной среде восстанавливать железосинеродистый калий (III) в железосинеродистый калий (II) по следующему уравнению:



Принцип метода заключается в том, что щелочной раствор $K_3Fe(CN)_6$ установленной концентрации оттитровывают исследуемым раствором, содержащим сахар, в присутствии метиленовой сини в качестве индикатора. Конец титрования устанавливают по обесцвечиванию метиленовой сини. Обесцвечивание наступает потому, что в кипящем щелочном растворе избыток непрореагировавшего с $K_3Fe(CN)_6$ сахара восстанавливает метиленовую синь в бесцветное лейкосоединение.

После прекращения нагревания метиленовая синь опять окисляется и придает жидкости сине-фиолетовую окраску, но это уже не принимают во внимание.

Оборудование и материалы:

1. Бюретки с оттянутым кончиком.

2. Водяная баня.
3. Мерные колбы на 100, 200 мл.
4. Колбы конические на 100 мл.
5. Фильтры.
6. Стаканы.
7. Пипетки на 10 и 25 мл.
8. Стеклянные воронки.
9. Весы с разновесами.
10. Газовая горелка.
11. Треножник.
12. Термометры.
13. 10%-ный раствор щелочи.
14. Раствор уксуснокислого свинца (нейтральный).
15. Раствор сернокислого натрия (нейтральный).
16. 1%-ный раствор $K_3Fe(CN)_6$, 2,5 н. КОН.
17. 1%-ный раствор метиленовой сини.
18. Сода.

Ход определения. Из измельченной и перемешанной средней пробы в химический стаканчик берут навеску с точностью до 0,01 г. Величина навески зависит от предполагаемого содержания сахара. При содержании его около 10% берут навеску 20 г, а при более высоком – 12-15 г.

Навеску (20 г) без потерь переносят в мерную колбу на 200 мл, ополаскивая стаканчик дистиллированной водой. Колба должна быть заполнена примерно на 2/3 объема. Затем содержимое взбалтывают и нейтрализуют имеющиеся кислоты добавлением 10-15%-ного раствора щёлочи или соды до чуть заметного посинения лакмусовой бумаги. При анализе моркови, капусты, бахчевых и других малокислотных овощей и плодов нейтрализацию можно не проводить.

Колбу с содержимым нагревают на водяной бане в течение 30 мин. при температуре 80 °С при частом помешивании. Затем колбу снимают, вынимают из неё термометр, ополаскивают её дистиллированной водой, колбу охлаждают до комнатной температуры под водопроводным краном. После этого вытяжку осветляют – удаляют осадок белковые, дубильные, красящие, пектиновые и ряд других веществ, присутствие которых может влиять на точность определения сахара. Осаждение указанных веществ, производят путём добавления по каплям небольшого количества (5 мл) раствора уксус-

нокислого свинца. Содержимое колбы взбалтывают круговыми движениями, дают осесть осадку так, чтобы жидкость над осадком была совсем прозрачной, после чего осторожно добавляют туда ещё одну каплю уксуснокислого свинца. Если помутнение происходит, то добавляют ещё одну каплю этого реактива до тех пор, пока прибавление капли уксуснокислого свинца не вызывает помутнение. Содержимое колбы тщательно перемешивают и отстаивают 15 мин., изредка взбалтывая. Затем удаляют избыток уксуснокислого свинца, осаждавая раствором сернокислого или фосфорнокислого натрия, внося его осторожно по каплям.

Осаждение считается законченным, если от добавления капли сернокислого натрия не происходит помутнения (общее количество добавляемого сернокислого натрия должно быть примерно равно количеству внесенного ранее уксуснокислого свинца, то есть около 5 мл). Содержимое колбы доводят до метки, взбалтывают, дают осесть осадку и фильтруют через складчатый фильтр. Полученный фильтрат (вытяжку) условно обозначим буквой А. В нём определяют редуцирующие сахара, а после инверсии – сумму сахаров.

Сначала проводят ориентировочное титрование. В коническую колбу на 100 мл приливают 10 мл 1%-ного раствора $K_3Fe(CN)_6$, 2,5 мл н. раствора NaOH или КОН, затем прибавляют каплю 1%-ного раствора метиленовой сини и нагревают содержимое колбы до кипения. При концентрации сахара в исследуемом растворе от 0,25% и более приливают 20 мл 1%-ного раствора $K_3Fe(CN)_6$. К кипящему раствору осторожно приливают из бюретки по каплям через каждые несколько секунд исследуемый раствор (фильтрат А) до исчезновения синей окраски. Концом титрования считают момент полного обесцвечивания раствора. При титровании для предохранения бюретки от нагревания рекомендуется пользоваться бюреткой с изогнутым удлиненным концом. Результат считается более точным, если на титрование расходуется 5-6 мл раствора.

После такого ориентировочного титрования производят окончательное определение. Для этого к $K_3Fe(CN)_6$ и щелочи из бюретки приливают раствор на 0,5–1 мл меньше, чем пошло на первое титрование, затем нагревают до кипения, кипятят в течение 1 мин., добавляют 1 каплю метиленовой сини, уменьшают огонь и дотитровывают раствор. Для этого из бюретки по каплям через небольшие интервалы приливают исследуемый раствор до исчезновения синей

окраски. По бюретке отсчитывают количество раствора, пошедшего на титрование. Конечный результат выводится как среднее арифметическое из двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно быть более 0,5%.

Для определения суммы сахаров проводят инверсию сахарозы в фильтрате А. В мерную колбу на 100 мл наливают пипеткой 50 мл раствора, прибавляют 3 мл соляной кислоты HCl (плотностью 1,19 кг/дм³) и нагревают при частом взбалтывании на водяной бане в течение 8 мин. при температуре 68-70 °С, причем термометр должен находиться в колбе. Вынимают термометр, ополаскивают его над колбой, колбу быстро охлаждают водопроводной водой до комнатной температуры. Затем раствор нейтрализуют сухой содой (Na₂CO₃), добавляя её очень осторожно, небольшими порциями, чтобы предупредить бурное вспенивание раствора. Быстрое охлаждение и нейтрализация необходимы ввиду разрушающего действия кислой среды на фруктозу.

Нейтрализацию проводят до тех пор, пока не прекратится выделение пузырьков углекислого газа. После этого уровень в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Если при нейтрализации выпадает осадок, то его отфильтровывают. Полученный фильтрат обозначают буквой В. Его используют, для определения суммы сахаров тем же способом, что и при определении редуцирующих сахаров. Содержание сахарозы и истинную сумму сахаров определяют арифметическим путем.

Вычисление результатов: 1. Вычисление содержания редуцирующих сахаров (x) производят по одной из следующих формул (1 или 2) в зависимости от взятого объема 1%-ного раствора K₃Fe(CN)₆, (соответственно 20 или 10 мл).

$$x = \frac{K \cdot (20,12 + 0,035 \cdot c) \cdot v \cdot 100}{n \cdot c \cdot 1000} \%, \quad (1)$$

$$x = \frac{K \cdot (10,06 + 0,0175 \cdot c) \cdot v \cdot 100}{n \cdot c \cdot 1000} \%, \quad (2)$$

где K - поправка к титру точно 1%-ного раствора K₃Fe(CN)₆; 20,12 и 0,035 (10,06 и 0,0175) – постоянные коэффициенты, входящие в формулу и установленные эмпирическим путем; С – количество раствора А, пошедшего на титрование, мл; n – величина навески, г;

v – объем вытяжки до фильтрования, мл; 1000 – пересчет мг сахара в г; 100 – пересчет в % сахара в исследуемом растворе.

2. Количество сахаров после инверсии (глюкоза + фруктоза + инвертный сахар) определяют по тем же формулам, но принимают во внимание добавочное разбавление. Поскольку для инверсии брали 50 мл фильтрата А, а затем объем доводили до 100 мл (раствор В), то полученный по приведенным выше формулам результат умножают на два.

3. Вычитая из количества сахаров, найденных в фильтрате В, сахара, содержащиеся в фильтрате А, определяем содержание инвертного сахара, полученного из сахарозы после ее инверсии. А так как согласно уравнению инверсии 0,95 г сахарозы дают 1 г инвертного сахара. То, умножая на этот коэффициент - разность, переводим ее в процент сахарозы (x):

$$x = (B - A) \cdot 0,95,$$

где А – количество сахара, полученного после инверсии (%); В – количество инвертного сахара, найденного до инверсии (%); 0,95 – коэффициент пересчета на сахарозу.

4. Истинная сумма сахаров равна сумме сахаров: глюкозы, фруктозы и сахарозы.

Пример вычисления. Навеска лука 20 г перенесена в колбу на 200 мл. На титрование фильтратом А пошло 10,0 мл. Поправку к титру 0,9924.

1. Содержание редуцирующих сахаров:

$$x = \frac{0,9924 (20,12 + 0,035 \cdot 10) \cdot 200}{20 \cdot 10 \cdot 10} = 0,7 \%$$

2. После инверсии на титрование раствора фильтратом В пошло 5,5 мл. Содержание общего количества сахара (сумма сахаров):

$$x = \frac{0,9924 (20,12 + 0,035 \cdot 5,5) \cdot 200}{20 \cdot 5,5 \cdot 10} = 7,9 \%$$

3. Содержание инвертного сахара:

$$x = 7,9 - 0,7 = 7,2\%.$$

4. Содержание сахарозы:

$$x = 7,2 \cdot 0,95 = 6,8\%.$$

5. Истинная сумма сахаров:

$$x = 0,7 + 6,8 = 7,5\%.$$

Цианидный метод также применим к плодоовощному сырью, предложен Н.В. Сабуровым и Л.В. Копериной [2].

Литература

1. ГОСТ Р 54607.6–2015. Услуги общественного питания. Методы лабораторного контроля продукции общественного питания. Часть 6 - Методы определения сахара. – М.: Стандартинформ, 2020. – 28 с.
2. Ермаков, А.И. Методы биохимического исследования растений / А.И. Ермаков, В.В. Арасимович, Н.П. Ярош. Под ред. А.И. Ермакова – Л.: Агропромиздат, Ленингр. отд-е, 1987. – 430 с.

Контрольные вопросы

1. В чем заключается принцип метода определения сахара цианидным методом?
2. Какие сахара относятся к редуцирующим сахарам? Как получают фильтрат А?
3. Какие сахара относят к нередуцирующим сахарам?
4. Как проводят инверсию сахаров?
5. Что входит в состав инвертного сахара?

Определение массовой доли инвертного сахара и общего, выраженного в инвертном, в консервах перманганатным методом

Цель работы: освоить методы определения редуцирующих и нередуцирующих сахаров по Бертрану; оценить значение определяемых показателей для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить содержание сахаров перманганатным методом в любом варенье. 2. Провести расчет содержания сахаров. 3. Сравнить полученные результаты в соответствии с требованиями стандарта.

В ряде консервов нормируется содержание сахаров. Так, общее содержание сахара в следующих продуктах (в %) должно быть не менее:

- пастеризованное варенье и джем – 60;
- непастеризованное варенье – 65;
- фруктово-ягодное повидло – 60;
- консервы из кукурузы дробленной – 4.

При анализе сырья и готовой продукции обычно ограничиваются определением количества редуцирующих (суммы глюкозы и фруктозы) и нередуцирующих сахаров (сахарозы). Обе эти группы сахаров определяют в двух пробах одной и той же водной вытяжки, причем вторую пробу до анализа подвергают инверсии.

По разности между общим количеством сахаров, полученных при анализе второй пробы, и количеством редуцирующих сахаров рассчитывают содержание в продуктах сахарозы.

Основные химические методы определения сахаров основаны на наличии в сахарах карбонильной группы ($-CO-$), которая обуславливает их способность окисляться в щелочной среде различными реагентами окисями тяжелых металлов (Cu, Hg), красной кровяной солью $K_3(Fe(CN)_6)$ и йодом. Окисляющие сахар реагенты, естественно, при этом восстанавливаются [1, 2].

Приготовление вытяжки настаиванием холодной водой Реактивы и оборудование:

1. Технохимические весы.
2. Водяная баня.
3. Мерная колба на 250 мл.
4. Нейтральная лакмусовая бумажка.
5. 15%-ный раствор соды.
6. Насыщенные растворы Na_2HPO_4 или Na_2SO_4 .
7. 30%-ный раствор ацетата свинца – нейтральный.
8. Химический стакан, воронка, складчатый фильтр.
9. Повидло, джем, варенье.

Ход анализа. Для повидла, джема и варенья навеску 7–8 г взвешивают с точностью до 0,01 г. Величину навески устанавливают с таким расчетом, чтобы в конечном фильтрате концентрация сахара была в пределах 0,4 – 0,8%. Взятое количество продукта переносят без потерь в мерную колбу на 250 мл и доливают дистиллированной воды до 2/3 объема колбы. Смесь хорошо перемешивают вращательным движением колбы и определяют реакцию раствора по нейтральной лакмусовой бумажке.

При обычной кислой реакции жидкость нейтрализуют, постепенно прибавляя 15%-ный раствор соды, и все время проверяют реакцию на лакмус или по универсальному индикатору до pH 7,0. Колбу с содержимым нагревают на водяной бане при температуре 80 °С (про-

дукты, богатые крахмалом, обрабатывают на холоде) в течение 15 мин., часто взбалтывая.

К жидкости после нейтрализации прибавляют 7 мл 30%-ного раствора нейтрального ацетата свинца – $Pb(CH_3COO)_2$, хорошо перемешивают и оставляют на 5 мин. При появлении прозрачного раствора над осадком, что указывает на полноту осаждения, в эту же колбу добавляют из мерного цилиндра 18-20 мл насыщенного раствора двухзамещенного фосфата натрия (Na_2HPO_4) или сульфата натрия и после взбалтывания дают осадку отстояться. При осаждении избытка свинца фосфорнокислым натрием для отстаивания достаточно 10 мин., при осаждении сернокислым натрием в случае мутности фильтрата жидкость отстаивают 24 ч. Проверив полноту осаждения, колбу доливают до метки и через 1-2 мин. после перемешивания фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухой стакан. Фильтрат служит для определения сахаров.

Определение редуцирующих сахаров перманганатным методом по Бертрону (1 группа сахаров)

Реактивы и оборудование:

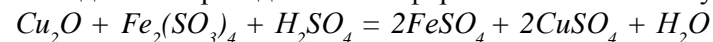
1. Пипетка на 20 мл.
2. Коническая колба на 150-200 мл.
3. Мерный цилиндр.
4. Фелинговые растворы № 1 и 2.
5. Электрическая плита.
6. Колба Бунзена, фильтр Шота, бумажный фильтр, водоструйный насос.
7. Раствор сульфата железа (2).
8. Раствор 0,1 н. $KMnO_4$.
9. Бюретка для титрования.
10. Фарфоровая чашка.

Ход определения. Точно отмерив 20 мл нейтральной или слабокислой по лакмусу вытяжки, в которой должно содержаться от 10 до 100 мг сахара, вливают её в коническую колбу на 150-200 мл и вносят туда же по 20 мл (можно из мерного цилиндра) фелинговых растворов № 1 и 2. Смесь нагревают до кипения (появление первых пузырьков) и кипятят в течение 3 мин., после чего колбу снимают с электрической плитки, ставят в наклонном положении в фарфоровую чашку для лучшего оседания выпавшей закиси меди и сливают с

осадка жидкость через фильтр Шота, установленный на колбе Бунзена и подсоединенной к водоструйному насосу.

Декантация всё время ведётся при отсасывании, когда вся жидкость, находящаяся над осадком закиси меди, будет слита, к осадку приливают 5-10 мл предварительно прокипяченной дистиллированной воды, дают осадку снова осесть, а воду сливают через фильтр. Эту операцию повторяют 2-3 раза, пока не исчезнет голубоватый оттенок промывной воды. Декантацию следует вести так, чтобы частички Cu_2O не попадали на фильтр и не окислялись кислородом воздуха, по той же причине осадок всё время должен находиться под слоем жидкости.

По окончании промывания фильтрат, собранный в колбе Бунзена, выливают в колбу, тщательно ополаскивают дистиллированной водой. Промытый осадок в конической колбе заливают 10-20 мл раствора сернокислого окисного железа $Fe_2(SO_4)_3$. Закись меди окисляется вследствие перехода окисной формы железа в закисную:



При этом образуется прозрачная светло-зеленая жидкость, которую сливают на тот же фильтр для растворения задержавшихся на нём частичек Cu_2O . При попадании большого количества осадка закиси меди на поверхность фильтра его осторожно взмучивают стеклянной палочкой. Если при этом осадок не растворяется, то дополнительно приливают 2-3 мл раствора окисного железа. Затем коническую колбу промывают несколько раз дистиллированной водой и промывные воды пропускают через фильтр в колбу Бунзена.

Фильтрат, содержащий закисное сернокислое железо в количестве, эквивалентном бывшей раньше в осадке Cu_2O – закиси меди, оттитровывают $KMnO_4$ 0,1 н. раствором до появления розовой окраски. Перманганат калия в кислой среде окисляет образовавшееся закисное железо в окисное по уравнению:



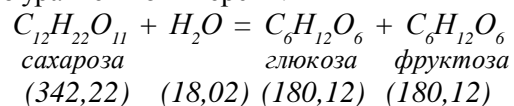
Умножая число израсходованных мл $KMnO_4$ на его титр, выраженный в эквивалентном количестве меди, определяют число мг меди и по таблицам Бертрона находят соответствующее количество сахара (приложение 1). Учитывая разведение, вычисляют содержание сахара в навеске, а затем выражают его в процентах.

Часто случается, что найденного числа мг меди в таблице нет, но есть близкие к этому значению величины, несколько большие или несколько меньшие. Тогда допускается, что в пределах десятых долей, мг, существует прямая пропорциональность между количествами сахара и меди (приложение 1).

Определение нередуцирующих сахаров

(вторая группа сахаров)

Для определения нередуцирующих сахаров (практически сахарозы) пользуются отдельной пробой той же вытяжки, по которой определяют редуцирующие вещества. Эту пробу подвергают инверсии в условиях, при которых полисахариды (кроме сахарозы) не гидролизуются. В полученном растворе после нейтрализации определяют общее количество редуцирующих сахаров, как бывших в первоначальном продукте, так и вновь образовавшихся в результате инверсии. Разность между этим количеством и содержанием редуцирующих сахаров до инверсии дает количество редуцирующих сахаров, образовавшихся после инверсии сахарозы. Содержание сахарозы определяют по уравнению инверсии:



Пользуясь уравнением, можно рассчитать, что из 0,95 г сахарозы образуется 1 г инвертного сахара, поэтому, чтобы узнать содержание в анализируемом растворе сахарозы надо полученное количество инвертного сахара (разность) умножить на 0,95.

Инверсию можно проводить разными способами. **Стандартный метод гидролиза состоит в следующем:** к 50 мл фильтрата в мерной колбочке ёмкостью 100 мл прибавляют 5 мл HCl кислоты (концентрированной, с относительной плотностью 1,19). Смесь часто взбалтывая, нагревают на водяной бане в течение 1-3 мин. при температуре вытяжки 68-70 °С, а затем охлаждают за 2 мин. до 20 °С, нейтрализуют содой или 10-20%-ным раствором NaOH и доводят до 100 мл дистиллированной водой. Охлаждать и нейтрализовать надо быстро, чтобы кислая среда не оказывала на фруктозу разрушающего действия.

Реактивы и оборудование:

1. Мерная колба на 100 мл.

2. Водяная баня.
3. HCl – концентрированная.
4. Сода или 10-20%-ный раствор NaOH.
5. Дистиллированная вода.

Приготовление реактивов:

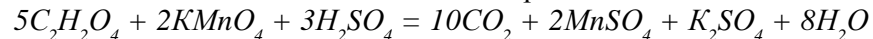
Раствор № 1. 40 г $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ – растворяют в 1 л дистиллированной воды.

Раствор № 2. 200 г сегнетовой соли и 150 г NaOH растворяют в 1 л дистиллированной воды.

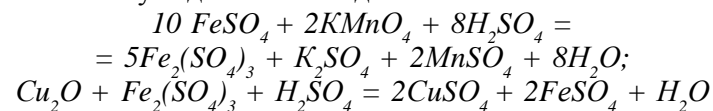
Отдельно растворяют сегнетову соль в 500-600 мл воды, фильтруют и вливают раствор щёлочи, доводя общий объём до 1 л. Оба раствора (№ 1 и 2) хранят отдельно. **Фелингову жидкость** получают смешиванием равных объёмов их непосредственно перед выполнением анализа.

Раствор № 3. 50 г $Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$ и 200 г H_2SO_4 растворяют в 1 л дистиллированной воды.

Раствор № 4. 5 г $KMnO_4$ растворяют в 1 л дистиллированной воды. Через несколько дней устанавливают титр отстоявшегося раствора при помощи щавелевой кислоты ($COOH - COOH \cdot 2H_2O$, мм = 142,1) или щавелевокислого натрия, выражая титр в мг меди. Для этого на аналитических весах отвешивают 0,2 г (х.ч.) щавелевой кислоты или 0,25 г щавелевокислого аммония, растворяют в 100 мл воды и прибавляют 10 мл серной кислоты (1:4), затем нагревают до 60-80 °С и титруют раствором перманганата калия. На навеску 0,2 г щавелевой кислоты должно быть израсходовано около 20 мл $KMnO_4$. Титр перманганата по меди вычисляют с помощью приводимых ниже уравнений. Согласно уравнению для окисления одной молекулы щавелевой кислоты необходим один атом кислорода



Из уравнения окисления закиси железа перманганатом калия следует, что один атом кислорода окисляет два атома железа, а уравнение окисления закиси меди Cu_2O показывает, что двум атомам железа соответствует два атома меди:



Следовательно, одной молекуле щавелевой кислоты $C_2H_2O_4$ соответствует два атома железа или, согласно уравнению окисления

закиси меди, два атома меди. На основании этого составляют соотношение:

$$\begin{array}{ccc} 2 \text{Cu} - \text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 & 2\text{H}_2\text{O} & \text{или } (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{H}_4\text{H}_2\text{O} \\ 263,57 & 126,05 & \text{или } 142,1; \\ x = 2 \cdot 63,57 / 126,05 & = & 1,0086 \end{array}$$

или для щавелевокислого аммония:

$$x = 2 \cdot 63,57 / 142,1 = 0,895.$$

Умножая взятую навеску щавелевой кислоты для щавелевокислого аммония на соответствующие коэффициенты (1,0086 или 0,895), находят количество меди, соответствующее объёму перманганата калия, израсходованного на титрование навески. Разделив это количество на число мл затраченного перманганата, получают титр последнего по меди, то есть число миллиграммов меди, соответствующее 1 мл перманганата. Это число должно быть близко к 10 мг.

С методами определения массовой доли сахаров в сырье, в продуктах переработки плодов и овощей можно ознакомиться по нормативной документации [1], а также по источникам литературы [2, 3].

Литература

1. ГОСТ 8756.13 – 87. Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения сахаров. – М.: Стандартинформ, 2010. – 10 с.
2. Ермаков, А.И. Методы биохимического исследования растений / А.И. Ермаков, В.В. Арасимович, Н.П. Ярош. Под ред. А.И. Ермакова – Л.: Агропромиздат, Ленингр. отд-е, 1987. – 430 с.
3. Миколайчик, И.Н. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург: Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

1. Какое содержание сахара в консервах должно быть по нормативно-технической документации?
2. Как рассчитывают содержание сахарозы в продуктах?
3. В чём заключается перманганатный метод определения сахаров? Что называют редуцирующими сахарами?

4. Как определяют нередуцирующие сахара? Какие сахара относятся к нередуцирующим, а какие к редуцирующим?
5. Напишите все возможные химические реакции, которые притекают в ходе анализа.

Лабораторная работа № 8

Определение общего количества пектиновых веществ

Кальций-пектатный метод определения пектиновых веществ

Цель работы: освоить методы определения пектиновых веществ в плодоовощной продукции; оценить значение определяемого показателя для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить содержание пектиновых веществ кальций-пектатным методом в апельсинах. 2. Провести расчет пектиновых веществ и сделать соответствующие выводы.

Пектиновые вещества широко распространены в растениях, много их в плодах и овощах.

Одним из характерных свойств пектиновых веществ является способность при кипячении с сахаром и кислотой образовывать желе. В клеточных стенках пектин находится в соединении с целлюлозой, с ионами металлов, образуя нерастворимый в воде протопектин. Под действием щелочи или фермента пектиназы из пектина получается пектиновая кислота. Ее кальциевая и магниевая соли входят в состав срединных межклеточных пластинок [1, 2].

Принцип метода. Кальций – пектатный метод основан на преведении различных пектиновых веществ в раствор, превращении их в пектиновую кислоту, на осаждении последней в виде кальциевой соли и учете ее весовым способом.

Ход определения. Из средней пробы берут навеску в 100 г с точностью до 0,01 г в фарфоровую чашку. В чашку добавляют 150 мл дистиллированной воды и нагревают на кипящей водяной бане не менее 1 часа, после чего теплую массу переносят в мерную колбу на 1000 мл, уровень в колбе доводят теплой водой почти до метки. После охлаждения до 15 °С колбу доливают холодной водой до метки, содержимое перемешивают, фильтруют до тех пор, пока не станет прозрачным. При исследовании свежих плодов, натуральных соков берут 10 мл приготовленного раствора в стакан на 400 мл, прибавляют 100 мл 0,1 н. раствора едкого натра.

Для полного омыления пектина щелочью смесь отстаивают не менее 5 часов, после чего к ней прибавляют 50 мл 1 н. раствора

хлористого кальция и отстаивают еще 1 час. Затем после 5 мин. кипячения смесь фильтруют через фильтр №2 или бумажный беззольный фильтр, промывают осадок пектата кальция кипящей водой до тех пор, пока стекающая жидкость не будет показывать отсутствие реакции на хлор с азотнокислым серебром. Осадок вместе с фильтром помещают в бюкс, сушат в сушильном шкафу при 100 °С до постоянной массы и взвешивают.

Масса осадка не должна превышать 0,03 г, в противном случае надо повторить определение, взяв меньший объем исследуемого раствора.

Вычисление результатов. Содержание общих пектиновых веществ (x) в % определяют по формуле:

$$x = a \cdot v \cdot 0,92,$$

где a – масса пектата кальция, г; v – коэффициент, учитывающий разбавление (100) при навеске 5 г до 200 мл; 0,92 – коэффициент для перевода пектата кальция в пектиновую кислоту, считая, что пектат кальция содержит 8 % кальция.

Оборудование и материалы: мерные колбы на 1000 мл; конические колбы на 1000 мл; бюксы; сушильный шкаф; фарфоровая чашка; фильтры; 0,1н. NaOH; 1н. CaCl₂; плоды - яблоки, тыква, апельсин.

Определение пектиновых веществ колориметрическим методом (в модификации Сапожниковой)

Принцип метода. Метод основан на взаимодействии карбазола с галактуроновой кислотой, в результате чего происходит окрашивание раствора, поддающееся колориметрированию. Для определения количества пектиновых веществ необходимо построить градуированную кривую. Построение этой кривой возможно на основе анализа готового яблочного или свекольного пектина, имеющегося в продаже, при этом необходимо убедиться в отсутствии в нем крахмала, но лучше приготовить пектин в лаборатории из апельсиновых корок. В препаратах пектина определяют точное его содержание кальций-пектатным методом [1].

Построение градуированной кривой. Отвешивают на аналитических весах с точностью до 0,0001 г около 0,04 г препарата яблочного, свекольного и цитрусового пектина. Растворяют навеску в дистиллированной воде в мерной колбе на 200 мл. Из полученного исходного раствора, содержащего в 1 мл определенное количество

пектиновых веществ, приготавливают несколько растворов с увеличивающимся содержанием пектина.

Например, в имеющемся препарате пектина содержание пектиновых веществ при определении кальций-пектатным методом составляет 71%, тогда в навеске 0,04 г этого препарата будет 0,0284 г или 28400 мг пектиновых веществ. Эта навеска растворена в воде в колбе на 200 мл, следовательно, каждый миллилитр этого раствора содержит 142 мг пектина.

Из исходного раствора готовят путем разбавления несколько образцовых растворов для колориметрирования по следующей форме:

Номера пробирок	Взятие образцового раствора, мл	Добавлено воды, мл	Содержание пектина, мг/мл
1	1	9	14,2
2	2	8	28,4
3	3	7	42,6
4	4	6	56,8
5	5	5	71,0
6	6	4	85,2
7	7	3	99,4
8	8	2	113,6
9	9	1	127,8
10	10	0	142,0

Из каждого полученного раствора отбирают по 1 мл в три пробирки, добавляют из бюретки в каждую пробирку по 6 мл концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см³), перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане 20 мин. Охлаждают и в одну из пробирок добавляют 0,2 мл спиртового раствора карбазола. Через 1 час 30 мин. проводят измерения оптической плотности окрашенного раствора по сравнению с растворителем (две другие пробирки без карбазола) на фотоэлектроколориметре с зеленым фильтром по шкале оптической плотности левого барабана (по первому способу измерений, описанному в инструкции к прибору). Можно применять кюветы с расстоянием между рабочими гранями 10 или 20 мм.

Записав показания фотоколориметра для всех растворов, строят градуированную кривую на миллиметровой бумаге.

Ход определения. Определение содержания можно проводить в свежем или фиксированном спиртовом материале. Фиксация спиртом проводится следующим образом: берут две навески свежего измельченного материала по 1 г каждая, помещают в колбы с обратным холодильником емкостью 100 мл, заливают 30 мл горячего 96%-ного этилового спирта, прогревают в колбе на водяной бане при слабом кипении 5 мин. и после охлаждения плотно закрывают пробками. В таком состоянии пробы можно оставлять на 2-3 месяца.

При определении пектиновых веществ в свежих образцах также берут две навески в 1 г из каждого образца. Обрабатывают их один раз 96%-ным спиртом и растирают. После этого обрабатывают два раза 82%-ным спиртом для удаления сахаров. Образцы с повышенным содержанием сахаров подвергают 3-кратной экстракции: приливают каждый раз по 50 мл спирта и выдерживают колбу с обратным холодильником в течение 30 мин. на кипящей бане. Если анализируют уже зафиксированные спиртом образцы, то число экстракций уменьшают на одну. Остаток отфильтровывают от спиртовой вытяжки в небольшой фильтр, куда переходят сахара, и отдельно определяют растворимый пектин и протопектин.

Определение растворимого пектина

Остаток на фильтре подсушивают на воздухе до испарения спирта, переносят без потерь в коническую колбу на 100 мл, смывая через воронку 30 мл дистиллированной воды, нагревают до кипения и фильтруют в мерную колбу на 50 мл, промывают осадок 2-3 раза небольшими порциями дистиллированной теплой водой и после охлаждения доводят водой до метки. Берут по 1 мл полученной вытяжки в три пробирки и подготавливают их к колориметрированию так же, как и образцовые растворы при построении градуированной кривой. Измерив оптическую плотность раствора, по градуированной кривой находят содержание растворимого пектина в мг в 1 мл.

Определение протопектина

Для извлечения протопектина остаток после экстракции растворимого пектина переносят в экстракционную колбу (удобно использовать коническую колбу на 200-250 мл с притертым воздушным холодильником), добавляют 20 мл 0,013 н. раствора соляной кислоты и

нагревают в кипящей водяной бане 1 час. Затем жидкость отфильтровывают в мерную колбу емкостью 50 мл (по возможности оставляя массу в экстракционной колбе), остаток на фильтре промывают небольшим количеством теплой воды. Остаток с фильтра переносят в ту же экстракционную колбу, подсушивают на воздухе до испарения спирта, добавляют 20 мл 1%-ного раствора лимоннокислого аммония и нагревают на кипящей водяной бане 30 мин. Экстракт фильтруют в ту же измерительную колбу на 50 мл и по охлаждению доводят водой до метки. В 1 мл полученной вытяжки определяют содержание протопектина с помощью карбазола так же, как и растворимого пектина.

Вычисление результатов. Содержание растворимого пектина и протопектина вычисляют в % по следующей формуле:

$$П = \frac{c \cdot B \cdot 100}{a \cdot v \cdot 1000000},$$

где $П$ – растворимый пектин или протопектин; c – содержание пектина (мг/мл), которое находят на градуированной кривой по величине оптической плотности; B – общий объем вытяжки, мл; 100 – для расчета содержания в процентах; a – навеска исследуемого вещества, г; v – объем вытяжки, взятый для анализа, мл; 1000000 – перевод мг в г.

Пример расчета растворимого пектина. Взято две навески яблок по 1 г. Объем вытяжки из каждой навески доведен до 50 мл. Из каждой вытяжки отобрано по 1 мл для определения растворимого пектина. Оптическая плотность двух порций вытяжек по 1 мл, измеренная на фотоколориметре в кювете (10 мм), равна 0,29 и 0,31, что по градуированной кривой соответствует 51 и 53 мг/мл (в среднем 52 мг/мл) пектиновых веществ.

Подставляя эти данные в формулу, получим:

$$П = \frac{52 \cdot 50}{1 \cdot 1 \cdot 10000} = 0,26.$$

Таким образом, вычисляют и содержание протопектина. Чтобы вычислить общее содержание пектиновых веществ в образце, складывают процентное содержание растворимого пектина и протопектина.

Форма записи данных анализа

1. Наименование продукции, образца.
2. Навеска, г.
3. Растворимый пектин: (яблочный, свекольный или цитрусовый).
4. Номер колбы.
5. Оптическая плотность.
6. Содержание по градуированной кривой, мг/мл.
7. Номер колбы.
8. Оптическая плотность.
9. Содержание по градуированной кривой, мг/мл.
10. Содержание, %
11. Общее содержание пектиновых веществ, %.

Оборудование, материалы, реактивы. Аналитические весы, водяная баня, фотоэлектроколориметр, мерные колбы на 50 и 200 мл, конические колбы емкостью 100 и 200 мл с обратным холодильником, пипетки на 1 мл, воронки, пробирки.

Реактивы: 0,013 н. раствор соляной кислоты (1,1 мл соляной кислоты пл. 1,19 г/см³ доводят в мерной колбе до 1 л); 1%-ный раствор лимоннокислого натрия (10 г соли растворяют в воде в мерной колбе на 1 л); 96 и 82%-ный этиловый спирт, серная кислота концентрированная (пл. 1,84 г/см³); 0,15%-ный раствор карбазола (его предварительно очищают возгонкой, для чего небольшое количество реактива насыпают в стакан на 300 мл, прикрывают часовым стеклом и нагревают на песочной бане. Выделившиеся на стекле кристаллы карбазола собирают в склянку с притертой пробкой. Для приготовления 0,15%-ного раствора растворяют 0,15 г очищенного карбазола в 100 мл 96%-ного этилового спирта); диоксан; раствор йода в йодистом калии (к 5 мл дистиллированной воды прибавляют 2 г йодистого калия и после его растворения – 1 г металлического йода, затем дистиллированной водой в мерном цилиндре объем раствора доводят до 900 мл. Хранить реактив нужно в темной склянке).

Готовый препарат пектина, яблочный или свекольный, высушивают до постоянной массы при температуре 100° С. Препарат можно использовать для анализа, если в нём отсутствует крахмал. Для проведения пробы на крахмал используют раствор йода в йодистом калии. Небольшое количество готового препарата пектина растирают в ступке с 10-15 мл воды. Затем стеклянной палочкой берут каплю растёртой массы, помещают в плоскодонную фарфоровую чашку или

белую фарфоровую пластинку и прибавляют каплю раствора йода в йодистом калии. Если не появляется синее окрашивание, крахмала в препарате нет. При обнаружении в препарате пектина крахмала, нужно взять другой или приготовить в лаборатории из апельсиновых корок.

Получение пектина из апельсиновых корок. Измельченные корки апельсина помещают в колбу с обратным холодильником и заливают 3-4-кратным (по отношению к объёму корок) количеством 96%-ного этилового спирта и кипятят 25-30 мин. (для извлечения сахаров). Затем спиртовой слой сливают, заливают корки новой порцией чистого спирта и вновь проводят экстракцию. Всего проводят три экстракции, причём в последней спиртовой вытяжке следует провести пробу на сахар по методу Бертрана.

После освобождения от сахаров извлекают пектиновые вещества. Для этого оставшуюся после обработки спиртом массу заливают 0,013 н. раствором HCl (5 л кислоты на 100 г корок) и кипятят 30 мин. Затем сливают жидкость на фильтр, заливают остаток новым количеством кислоты (в этом случае на 1 объём материала берут 2 объёма 0,013 н. раствора соляной кислоты), ещё раз кипятят 30 мин. и снова фильтруют, присоединяя фильтрат к предыдущей порции. Во избежание получения мути жидкость фильтруют в горячем виде и упаривают фильтрат до объёма 1-2 л. Из фильтрата осаждают пектиновые вещества 96%-ным спиртом. Полученный студнеобразный осадок отфильтровывают, растворяют в дистиллированной воде (в небольшом количестве, едва покрывающем осадок) и снова осаждают пектин спиртом. Для того чтобы получить препарат с достаточно высоким содержанием пектина (60-70%), операцию осаждения пектина спиртом и растворения осадка в воде повторяют 5 раз. После последнего осаждения спиртом осадок нужно промыть диоксаном.

Полученный пектин подсушивают, хорошо растирают в ступке и высушивают до постоянной массы при температуре 100°С.

С общей характеристикой пектиновых веществ и методами определения массовой доли пектиновых веществ в плодах и овощах можно ознакомиться по источникам литературы, представленных ниже [1, 2, 3].

Литература

1. Ермаков, А.И. Методы биохимического исследования растений / А.И. Ермаков, В.В. Арасимович, Н.П. Ярош. Под ред.

А.И. Ермакова – Л.: Агропромиздат, Ленингр. отд-е, 1987. – 430 с.

2. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 1. Продукты растительного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 304 с.
3. Миколайчик, И.Н. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург: Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

1. Какое значение при хранении и переработке имеют пектиновые вещества, входящие в состав плодов и овощей?
2. Почему масса осадка не должна превышать 0,03 г?
3. Какие соединения входят в группу пектиновых веществ?
4. В чём заключается принцип определения пектиновых веществ?
5. Как проводится фиксация образцов плодов и овощей?
6. Каким образом выполняется извлечение протопектина из проб?
7. Какова технология получения пектина из апельсиновых корок?

Лабораторная работа № 9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ПЛОДАХ И ОВОЩАХ, КОНСЕРВАХ

Цель работы: освоить метод определения содержания аскорбиновой кислоты; оценить значение определяемого показателя для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить содержание витамина С в любых плодах и овощах, лимоне, шиповнике, любом варенье, соке. 2. Сравнить полученные результаты в соответствии с требованиями стандарта.

Аскорбиновая кислота широко распространена в природе. Аскорбиновой кислотой (витамином С) богаты такие растения, как шиповник, чёрная смородина, капуста, хрен, петрушка. Недостаток аскорбиновой кислоты в пище человека вызывает заболевание цингой. Важная роль аскорбиновой кислоты связана с её участием в окислительно-восстановительных процессах, и в первую очередь в дыхании. Наиболее характерная её способность – способность легко окисляться и восстанавливаться [2, 3, 4].

Принцип метода. Метод анализа основан на редуцирующих свойствах аскорбиновой кислоты, на способности её восстанавливать в кислой среде синюю окраску 2,6-дихлорфенолиндофенола (реактив Тильманса) до бесцветной лейкоформы, при этом аскорбиновая кислота окисляется в дегидроаскорбиновую кислоту (реакция Тильманса). Раствор 2,6-дихлорфенолиндофенола действует и как индикатор, меняя свою окраску при разной величине рН среды от синего цвета в щелочной среде до бледно-красного в кислой среде (в переходной зоне раствор фиолетовый) [1].

Ход определения. Точность метода зависит от применяемой техники анализа. Все операции, связанные со взятием средней пробы, измельчением, растиранием навески должны выполняться возможно быстрее (процесс растирания не должен длиться более 10 мин).

Для приготовления средней пробы плоды и овощи грубо измельчают ножом из неокисленного материала (из нержавеющей стали, хромированной и тому подобной). После измельчения и перемешивания среднего образца, из него берут навеску 10 г с точностью до

0,01 г, которую переносят в фарфоровую ступку и растирают пестиком до образования однородной массы. Необходимо следить за тем, чтобы навеска вещества была покрыта соляной кислотой. Для получения более точных результатов необходимо определить восстановительную способность применяемых для экстрагирования кислот. Для этого из приготовленной смеси, состоящей из 20 мл 1%-ного раствора HCl и 80 мл 1%-ного раствора щавелевой кислоты, берут пипеткой 20 мл и титруют 0,01 н. раствором 2,6-дихлорфенолиндофенола до ярко-красного окрашивания. Полученный результат вычитают из результатов титрования исследуемого раствора.

Затем смесь без потерь переносят в мерную колбу на 100 мл, ополаскивая ступку и пестик дистиллированной водой. Уровень в колбе доводят до метки, содержимое тщательно перемешивают и оставляют на 5-10 мин. для лучшего экстрагирования аскорбиновой кислоты в раствор.

Из отстоявшейся (нефильтрованной) вытяжки берут 10 мл в коническую колбу на 100 мл и титруют в 0,0001 н. раствором 2,6-дихлорфенолиндофенола до появления устойчивой розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с. Титрование повторяют до получения сходных результатов. Расхождение между результатами параллельных навесок не должно превышать 3-4%. Титрование должно продолжаться не более 2 мин.

Если фильтрат слабо окрашен, то титрование проводят в широкой пробирке, предварительно добавив к раствору 1-2 мг дихлорэтана. Это вещество нерастворимо в воде и оседает на дне пробирки. Титрование заканчивают при образовании розовой окраски дихлорэтана. Сильноокрашенные растворы перед титрованием разбавляют в 10 раз дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой.

Вычисление результатов. Содержание аскорбиновой кислоты (х) рассчитывают в мг на 100 г исследуемого продукта (мг %) по формуле:

$$x = \frac{a \cdot T \cdot v \cdot 0,088 \cdot 100}{a \cdot \partial},$$

где a – количество краски, пошедшей на титрование, мл; T – поправка к титру 0,0001 н. раствора реактива Тильманса по аскорбиновой кислоте, мг; v – общий объем полученной вытяжки из данной навески, мл; n – величина навески, г; ∂ – объем вытяжки, взятой для

титрования, мл; 0,088 – коэффициент пересчета количества раствора краски на аскорбиновую кислоту.

Так как краска (реактив Тильманса) неустойчива и легко разлагается, особенно на свету, ее хранят в склянке из темного стекла, в холодильнике (до 8 дней) и проверяют в день использования. Поскольку вытяжки могут содержать кроме аскорбиновой кислоты и другие редуцирующие вещества, реагирующие краской, результаты анализа иногда получаются завышенными.

Оборудование и материалы:

1. Бюретки.
2. Пипетки на 5 и 10 мл.
3. Мерные колбы на 50,100 мл.
4. Конические колбы на 100 мл.
5. Воронки.
6. Ступки с пестиками.
7. Весы с разновесами.
8. Нож из нержавеющей стали.
9. 1 %-ный раствор HCl.
10. Раствор краски 2,6-дихлорфенолиндофенола.
11. Свежие плоды и овощи, лимон, плоды шиповника.

Определение содержания витамина С в консервах визуальным титрованием 2,6-дихлорфенолиндофенолятом натрия

Средние образцы и навески для определения витамина С в готовых продуктах берут следующим образом:

а) для средней пробы отбирают по общим правилам 3-5 банок от суточной выработки консервов;

б) в консервах с неоднородной твердой частью («Перец фаршированный» и т.п.) заливку сливают в чашку, содержимое банки быстро пропускают через мясорубку, задержавшиеся в ней части извлекают, быстро измельчают их ножом или ножницами и присоединяют к общей массе образца; после тщательно перемешивают и отвешивают 20-30 г;

в) при испытании овощных натуральных консервов и компотов жидкость сливают и определяют отдельно количество жидкой и твердой частей консервов; твердую часть содержимого банки превращают в однородную массу, из которой отбирают навеску 20-30 г (при

исследовании зеленого горошка предварительное измельчение не производят), витамин С, как правило, определяют в твердой части;

г) образец варенья подготавливают различными способами в зависимости от вида; так, при анализе варенья из черной смородины, тщательно перемешивают содержимое банки и берут навеску 20-30 г; при анализе варенья из кизила, грецкого ореха и тому подобных образцов варенья, предварительно отделяют плоды от сиропа, определяют их соотношение по массе, затем от каждого плода или не менее, чем от половины всех плодов отрезают четвертинки или половинки; твердую часть измельчают и смешивают с сиропом в том же количестве, соотношении, какое было варенье; из общей массы после тщательного перемешивания берут навеску 30-50 г;

д) для пюреобразных продуктов (шпинат-пюре, томат-паста и т.п.) и соков из выделенного среднего образца берут навеску по 20-30 г тщательного размешивания.

Материалы и оборудование:

1. Технохимические весы.
2. Фарфоровая ступка, химический стаканчик.
3. Цилиндр мерный на 100 мл.
4. Бюретка для титрования.
5. Воронка, бумажный фильтр, колба на 250 мл.
6. 4%-ный раствор HCl.
7. 0,001 н. раствор 2,6-дихлорфенолиндофенолят натрия.
8. Консервированный зеленый горошек.
9. Томат-паста.
10. Варенье из черной смородины, сок апельсиновый.

Ход определения. На технохимических весах взвешивают 20-30 г исследуемого консервированного образца с точностью до 0,01 г в тарированном стаканчике. Навеску сырья в тарированном стаканчике быстро заливают 50 мл 4%-ной HCl и сразу же или не позднее, чем через 10-15 мин., переносят эту пробу в фарфоровую ступку. Кислоту сливают в цилиндр на 100 мл, а навеску растирают до полной однородности, прибавляя понемногу кислоту из цилиндра, затем содержимое ступки переносят в тот же цилиндр, смывая остатки кислоты водой, и доводят водой до метки. Полученную вытяжку анализируемого продукта в 20%-ной HCl быстро отфильтровывают и титруют 0,001 н. раствором 2,6-дихлорфенолиндофенолятом натрия (краски) до исчезающего в течение 0,5 – 1 мин. розового окрашивания.

Расчет анализа. Содержание аскорбиновой кислоты в мг/г определяют по формуле:

$$x = \frac{n \cdot F \cdot 100 \cdot 0,088 \cdot 100}{a \cdot p},$$

где n – количество краски (в мл), пошедшее на титрование (без слепого опыта); F – коэффициент пересчета краски на точно 0,001 н. раствор краски; a – проба, взятая на титрование, мл; p – навеска, г, или объем продукта, мл.

При расчете учитывают, что 1 мл точно 0,001 н. раствора краски соответствует 0,088 мг аскорбиновой кислоты, а 1 мг аскорбиновой кислоты соответствует - 11,4 мл точно 0,001 н. раствора краски.

Приготовление раствора 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия

Навеску 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия – 0,2 г растворяют в маленькой конической колбочке небольшим количеством дистиллированной воды (по 30-40 мл) при легком нагревании в течение 2-3 мин. и фильтруют через бумажный фильтр в литровую колбу. Эту операцию повторяют до полного растворения краски, фильтр несколько раз промывают водой, затем в колбу добавляют 150 мл 1/15 н. раствора фосфата калия и 300 мл 1/15 н. раствора фосфата натрия, после чего колбу доливают дистиллированной водой до метки.

Приготовление соли Мора. Сначала готовят 0,1 н. раствор соли Мора $((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ на 0,05 н. растворе H_2SO_4 (3,93 г соли на 100 мл); 0,01 н. раствор соли Мора получают разведением 0,1 н. раствора 1:10. Титр раствора соли Мора устанавливают на 0,01 н. раствору KMnO_4 , а титр последнего – по щавелевокислоте натрию или щавелевой кислоте.

Определение титра краски 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия

К 5 мл раствора краски прибавляют 2,5 мл насыщенного раствора щавелевокислого натрия и титруют из микробюретки 0,01 н. раствором соли Мора до исчезновения синей окраски и перехода синевато-зеленоватого в янтарно-желтый. Коэффициент нормальности K (поправку на титр) раствора краски вычисляют по формуле:

$$K = v \cdot F \cdot C / a,$$

где v – количество 0,01 н. раствора соли Мора, пошедшее на титрование краски, мл; F – коэффициент нормальности соли Мора; C – коэффициент пересчета для 0,001 н. раствора краски; a – объем взятого раствора краски, мл.

Растворы краски и соли Мора хранят в темных склянках или в темном месте, лучше прохладном. Титр краски проверяют ежедневно, раствор сохраняется в течение 5-10 дней.

Если при проверке титра появился грязноватый оттенок, краска к употреблению не годна. Раствор соли Мора сохраняется в течение 2-3 месяцев. Титр его необходимо проверять не реже 1-2 раза в месяц; если титр краски повысился, то раствор соли Мора необходимо проверить [2,3].

Необходимые реактивы:

- 0,001 н. раствор – 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия.
- Соль Мора $((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – 0,1 н. и 0,01 н. (39,9 г на 1 л) для 0,1 н. раствора.
- Насыщенный раствор щавелевокислого натрия.
- Фосфат калия (KH_2PO_4) для 1/15 н. раствора берут 9,078 г на 1 л H_2O .
- Фосфат натрия $(\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ для 1/15 н. раствора берут 11,876 г на 1 л воды).
- 0,1 н. и 0,01 н. растворы KMnO_4 .
- 0,01 н. раствор щавелевокислого натрия или щавелевой кислоты $(\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4)$.

С методами определения витамина С в сырье, продуктах переработки плодов и овощей можно ознакомиться по нормативной документации [1], по источнику литературы – В.В. Шевченко [2]. С характеристикой аскорбиновой кислоты и ее свойствах можно ознакомиться по Л.А. Ивановой [3], А.И. Ермакову [4], И.Н. Миколайчик [5].

Литература

- ГОСТ 24556-89. Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения витамина С. – М.: ИПК Изд-во Стандартов, 2003. – 10 с.
- Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. – СПб.: Троицкий мост, 2009. – Ч. 1. Продук-

ты растительного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 304 с.

3. Иванова, Л.А. Пищевая биотехнология. Книга 2. – Переработка растительного сырья /Л.А. Иванова, Л.И. Войно, И.С. Иванова. Под ред. И.М. Грачевой. – М.: КолосС, 2008. – 472 с.
4. Ермаков, А.И. Методы биохимического исследования растений / А.И. Ермаков, В.В. Арасимович, Н.П. Ярош. Под ред. А.И. Ермакова – Л.: Агропромиздат, Ленингр. отд-е, 1987. – 430 с.
5. Миколайчик, И.Н. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург. Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

1. Какими особенностями в строении молекулы аскорбиновой кислоты обусловлены ее окислительно-восстановительные свойства?
2. Напишите структурную формулу аскорбиновой кислоты, соответствующие реакции перехода краски в щелочной и кислой среде.
3. Какие плоды и овощи богаты аскорбиновой кислотой?
4. Для чего при получении вытяжки приливают соляную кислоту?
5. Как определяют среднюю пробу консервов для определения содержания витамина С?
6. В каких единицах определяются витамин С?
7. Как определяют титр краски 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия?

Лабораторная работа № 10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КРАХМАЛА ПОЛЯРИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ (ПО ЭВЕРСУ)

Цель работы: освоить метод определения крахмала, научиться работать с поляриметром; оценить значение определяемого показателя для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить содержание крахмала в клубнях картофеля, зерне злаковых культур. 2. Провести расчет содержания крахмала в исследуемых объектах и сделать правильные выводы.

При массовых определениях содержания крахмала очень удобен поляриметрический метод, отличающийся простотой и доступностью, но недостаточно точный. Этим методом определяют содержание оптически активных веществ (вращающих плоскость поляризации) с помощью специального прибора – поляриметра [1].

Устройство прибора. Поляриметр состоит из двух главных частей: поляризатора и анализатора, разделенных промежутком для помещения трубки с раствором изучаемого вещества. Поляризатор неподвижен, анализатор можно вращать вокруг оси прибора. На прикрепленной к поляриметру шкале можно увидеть угол поворота анализатора в градусах дуги или в делениях на прямой.

Принцип метода. Сущность метода состоит в гидролизе крахмала в присутствии соляной кислоты и переводе его в глюкозу с последующим определением оптической активности полученной жидкости. Удельное вращение растворимого крахмала и продуктов гидролиза зависит от условий гидролиза. Это удельное вращение (α) для крахмала картофеля по Эверсу равно приблизительно 195,4.

Ход определения. Из измельченной средней пробы (лучше всего пользоваться гомогенизатором или измельчителем тканей) берут навеску 20 г с точностью до 0,01 г и переносят в мерную колбу на 200 мл, смывая навеску дистиллированной водой 50 мл. В колбу приливают 100 мл 1%-ной соляной кислоты, ставят её на кипящую водяную баню на 15 мин. Вначале содержимое колбы часто перемешивают. Затем колбу снимают с бани, добавляют в нее примерно 90 мл дистиллированной воды и быстро охлаждают под краном до комнатной температуры.

Для осаждения белков и осветления раствора добавляют 4 мл 4%-ной фосфорно-вольфрамовой кислоты или по 2 мл 30%-ного раствора сернокислого цинка и 15%-ной желтой кровяной соли, после чего колбу доливают дистиллированной водой до метки, взбалтывают и фильтруют раствор. Пену, которая может образоваться при добавлении осадителя, уничтожают 1-2 каплями серного эфира.

Полученным фильтратом быстро наполняют трубку поляриметра длиной 200 мм и определяют угол поляризованного луча. Определения повторяют 2-3 раза. Описанным методом определяют все оптические активные углеводы. Крахмал в клубнях картофеля определяется вместе с сахарами, содержание которых составляет до 1,5%.

Вычисление результатов. По данным поляриметра, по круговой шкале рассчитывают крахмалистость K (количество крахмала в 100 мл раствора, г) по формуле:

$$K = \frac{100 \cdot a}{[a]_d^{20} \cdot l},$$

где a – отсчёт угла по поляриметру; $[a]_d^{20}$ – специфическое (удельное) вращение картофельного крахмала (195,4 по Эверсу); l – длина трубки, дм.

Если отсчёт велся по шкале Солей-Вентцке, данные пересчитывают на круговую шкалу путём умножения на коэффициент 0,3466.

Содержание крахмала (x) в процентах определяют по формуле:

$$x = \frac{10^4 \cdot a}{[a]_d^{20} \cdot l \cdot n},$$

где n – величина навески вещества, г.

Остальные обозначения те же.

Материалы и оборудование:

1. Мерные колбы.
2. Измельчитель тканей.
3. Водяная баня.
4. Воронки, фильтры.
5. Поляриметр.
6. 1%-ный раствор соляной кислоты.
7. 4%-ный раствор фосфорно-вольфрамовой кислоты.

8. 30%-ный раствор сернокислого цинка.

9. 15%-ный раствор железосинеродистого калия.

10. Серный эфир.

11. Клубни картофеля, зерно ячменя, пшеницы, ржи.

С общей характеристикой крахмала, содержащихся в различных растительных культурах, а также с методом определения массовой доли крахмала можно ознакомиться по источникам литературы [1, 2]

Литература

1. Ермаков, А.И. Методы биохимического исследования растений / А.И. Ермаков, В.В. Арасимович, Н.П. Ярош. Под ред. А.И. Ермакова – Л.: Агропромиздат, Ленингр. отд-е, 1987. – 430 с.
2. Миколайчик, И.Н. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург. Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

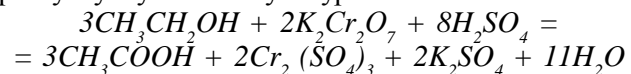
1. Какие вещества называются оптически активными?
2. Чем определяется удельное вращение?
3. Почему фильтрование и определение удельного вращение при массовых анализах должно проводиться в один и тот же день?

Лабораторная работа № 11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПИРТА В СОКАХ И ПОЛУФАБРИКАТАХ, В ВИНЕ И ПИВЕ

Цель работы: освоить метод определения спирта в соках и полуфабрикатах; оценить значение определяемого показателя для исследуемых объектов.

Задание. Определить содержание спирта в любом соке.

Принцип метода. Метод основан на способности двухромовокислого калия в строго определенных условиях количественно окислять спирт в уксусную кислоту по уравнению:



Окисляя спирт избытком титрованного раствора двухромовокислого калия и определяя его остаток йодометрически, находят количество израсходованного бихромата калия и по уравнению рассчитывают количество спирта.

Реактивы и оборудование:

1. Пюре или паста, сок апельсиновый и сок смешанный.
2. Перегонная колба емкостью 300-350 мл.
3. Холодильник Либиха, прямой, форштос.
4. Мерная колба на 100 мл (2 шт.), колба на 500 мл.
5. 0,2 н. раствор бихромата калия.
6. Концентрированная серная кислота.
7. Часовое стекло.
8. Электрическая плитка.
9. Аналитические весы.
10. Йодистый калий.
11. Бюретка для титрования.
12. 0,1 н. раствор тиосульфата натрия.
13. 1%-ный раствор крахмала.
14. Сок яблочный или любые другие соки, вино, пиво.

Ход анализа. 10 г измельченного продукта (пюре или паста) или 10 мл сока переносят при помощи 125 мл воды в перегонную колбу емкостью 300-500 мл, соединенную грушевидной насадкой с холодильником, к которому прикреплен форштос. Отгон собирают в мер-

ную колбу на 100 мл и продолжают перегонку до тех пор, пока колба не наполнится до метки.

В коническую колбу емкостью 100 мл наливают 10 мл 0,2 н. раствора бихромата калия, 5 мл концентрированной серной кислоты и прибавляют по каплям при постоянном взбалтывании 10 мл дистиллята.

Колбу накрывают часовым стеклом, ставят на асбестовую сетку и нагревают в течение 10 мин., избегая бурного кипения. Смесь переносят (смывая колбу и часовое стекло) при помощи 300 мл воды в большую, коническую колбу, затем прибавляют 1 г йодистого калия, закрывают пробкой, лучше пришлифованной, и оставляют на 2 мин. После этого смесь титруют по каплям 0,1 н. раствором тиосульфата натрия, прибавляя в конце титрования 5-6 капель 1%-ного раствора крахмала до перехода синеватой окраски в светло-зеленую. Если при нагревании смесь окрашивается в зелёный цвет или если на титрование уходит меньше 8 мл тиосульфата, то отгон разбавляют и определение повторяют.

Расчёт анализа. Процентное содержание спирта рассчитывают по формуле:

$$x = 0,00115 \cdot (V_1 K_1 - V_2 K_2) \cdot 100,$$

где V_1 – объём бихромата калия, взятого для определения, мл; K_1 – коэффициент пересчета объёма бихромата калия на точно 0,1 н. раствор; V_2 – объём тиосульфата, израсходованного на титрование, мл; K_2 – коэффициент 0,1 н. раствора тиосульфата натрия.

Вычисление проводят с точностью до 0,01%. Титр тиосульфата лучше устанавливать тем же раствором бихромата калия. В коническую колбу наливают 10 мл 0,2 н. раствора бихромата калия, 5 мл концентрированной серной кислоты и 300 мл дистиллированной воды, затем прибавляют 1 г йодистого калия, закрывают колбу пробкой и через 2 мин. титруют раствором тиосульфата натрия.

Существуют и другие методы определения спирта в алкогольсодержащих продуктах, например, определение объемной доли этилового спирта в вине (пиве) по плотности отгона. Определение плотности производят с помощью пикнометра и ареометра [1, 2, 3].

Определение объемной доли этилового спирта в вине (пиве) по плотности отгона

Цель работы: освоить пикнометрический метод определения спирта в вине и пиве.

Задание. Определить содержание спирта в вине, в пиве.

Исследуемый образец подвергают перегонке. По плотности отгона устанавливают содержание спирта, пользуясь для этого таблицей плотностей водноспиртовых смесей. Плотность отгона может быть определена пикнометром или ареометром. В последнем случае пользуются ареометрами – спиртомерами, шкала которых непосредственно показывает содержание спирта в % об. [1, 2, 3].

Специальные приборы. Для получения отгона собирают перегонную установку, состоящую из перегонной колбы (круглодонной или плоскодонной емкостью 200–250 мл), соединенной с вертикально установленным шариковым холодильником. Для предупреждения перебрасывания вина (пива) в приемник над перегонной колбой целесообразно устанавливать каплеуловитель.

Техника определения при помощи пикнометра. Мерную колбу на 100 мл (при точных работах – пикнометр на 50 или 100 мл) заполняют исследуемым вином (пивом) и доводят до метки при 20 °С при помощи термостатической ванны.

Содержимое мерной колбы (пикнометра) переносят в перегонную колбу, трехкратно ополаскивают небольшим количеством дистиллированной воды, сливая ее в ту же колбу. Общий объем промывной воды не должен превышать $\frac{1}{3}$ взятого объема вина (пива). Затем перегонную колбу соединяют с холодильником и в качестве приемника подставляют освобожденную и ополоснутую водой мерную колбу (пикнометр). После этого приступают к перегонке, которую прекращают, когда мерная колба – (пикнометр) будет заполнена отгоном приблизительно до 0,9 своего объема. Мерную колбу (пикнометр) тщательно взбалтывают и доводят до метки дистиллированной водой при 20 °С, пользуясь для этого термостатической ванной.

Далее определяют плотность отгона при помощи пикнометра. В случае, когда в качестве приемника служит пикнометр, определение упрощается, если известна заранее масса пустого пикнометра и масса его с водой.

Расчет. По плотности отгона d_{20}^{20} находят в нем, а, следовательно, и в исследуемом вине по соответствующей таблице содержание спирта в % об. (приложение 2). В том случае, если плотность отгона устанавливали при температуре помещения, то для приведения к d_{20}^{20}

в полученные значения d_{20}^t вносят поправку, найденную также по соответствующей таблице (приложение 3) [1, 2, 3]. Вычисление проводят по формуле:

$$d_{20}^{20} = (m_3 \cdot m_1) / (m_2 \cdot m_1),$$

где m_3 - масса отгона, m_1 - масса пустого пикнометра; m_2 - масса пикнометра с водой.

С методами определения спирта в соках и полуфабрикатах, а также в вине, пиве можно ознакомиться в следующих источниках, представленных ниже [1, 2, 3].

Литература

1. Методы теххимического контроля в виноделии / Под ред. В.Г. Гержиковой. - Симферополь. «Таврида», 2002. – 260 с.
2. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 1. Продукты растительного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 304 с.
3. Пономарев, В.Ф. Основы виноделия / В.Ф. Пономарев. - М.: Мир, 2003. – 312 с.

Контрольные вопросы

1. На чём основан принцип метода определения спирта в соках?
2. Какие вы знаете ещё методы определения спирта?
3. Как определяется титр тиосульфата натрия в ходе анализа?
4. С помощью какого метода определяется содержание спирта в вине, пиве?

Лабораторная работа № 12
ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИНЕРАЛЬНЫХ ПРИМЕСЕЙ.
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ «СЫРОЙ» ЗОЛЫ.
СУХОЕ ОЗОЛЕНИЕ КОРМА

Цель работы: освоить весовые методы определения массовой доли золы; оценить значение определяемого показателя для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить массовую долю «сырой» золы в кормах. 2. Провести расчет золы в исследуемых объектах. 3. Приготовить раствор золы для определения минеральных элементов.

В состав минеральной части различных пищевых продуктов в основном входят Na, K, Mg, Fe, Cl, Si, S, P, и др. После сжигания продуктов растительных выпадает осадок золы, который составляет для косточковых и семечковых плодов 0,3-1,2%, ягод – 0,3-0,9%, овощей – 0,4-7,8%. На консервных заводах обычно определяют общее количество золы. В общей (сырой) золе могут содержаться, кроме естественных минеральных веществ, еще некоторые примеси (песок, глина).

Сырой золой называется остаток, получаемый при сжигании навесок корма в муфельных печах. Быстро и полному озолению способствует разрыхление корма и свободный доступ в него воздуха. При сжигании корма углерод, водород и частично кислород улетучиваются в виде CO_2 и паров воды, а зольные элементы (макро- и микроэлементы) остаются в виде окислов. В сырой золе, кроме минеральных веществ корма, может содержаться некоторое количество примесей – глины, песка, несгоревших частиц угля.

Начинают озоление медленно при относительно невысокой температуре, чтобы исключить возможное разбрасывание мелких частиц корма. Это способствует более полному сгоранию органического вещества. В противном случае легкоплавкие соли обволакивают неозоленное вещество и препятствуют его полному сгоранию. В первый период нагревания происходит сухая перегонка корма, в результате чего стенки тигля покрываются темным смолистым налетом.

Чтобы избежать улетучивания фосфора, серы и хлористых соединений щелочных металлов, озоление следует заканчивать при температуре не более 450-500°C (начало темно-красного каления). Для предотвращения потерь фосфора образцы кормов, богатых белком или крахмалом (зерно, комбикорма, картофель и другие), целесообразно смешивать в тигле с 1 г растёртого нитрата аммония.

Приборы, реактивы и оборудование. Аналитические весы (погрешность взвешивания не более 0,0002), муфельная печь, фарфоровые тигли № 3-4-5, эксикатор, тигельные щипцы, азотная кислота х.ч. или ч.д.а.; азотнокислый аммоний; перекись водорода, 30%-ный водный раствор.

Определение «сырой» золы

Принцип метода. Метод определения золы основан на сжигании органического вещества при свободном доступе воздуха.

Ход определения. 1. Фарфоровые тигли прокаливают в течение 30 мин. – 1 ч в муфеле при температуре темно-красного каления.

2. Тигли из муфеля тигельными щипцами переносят в эксикатор и охлаждают 1 – 1,5 ч.

3. Взвесив на аналитических весах пустой тигель, записывают его массу, затем насыпают в тигель 2-5 г исследуемого корма (примерно до половины тигля) и взвешивают тигель с кормом. По разности показателей определяют количество анализируемого корма.

4. Помещают тигли с кормом в холодную муфельную печь, включают её на слабый нагрев (дверку муфеля открывают для большего доступа воздуха). Через 50-60 мин. после того, как корм в тигле перестал дымить, нагрев муфеля увеличивают до 450-500 °C (передвигают рычаг реостата). Тигли в муфеле при темно-красном калении оставляют на 2-3 часа до получения золы светло-серого цвета.

Закончив прокаливание, тигли с золой охлаждают в выключенной муфельной печи, а затем переносят в эксикатор и взвешивают.

5. Если в золе остаются несгоревшие обуглившиеся частицы, тигли охлаждают и добавляют в них несколько капель горячей дистиллированной воды, а затем снова осторожно прокаливают в муфельной печи. К остатку в тигле можно добавить в качестве окислителя 1-2 мл 3%-ного раствора перекиси водорода или несколько капель концентрированной азотной кислоты (или столько же 10%-ного раствора азотнокислого аммония).

6. Для выпаривания окислителя тигли ставят на плитку с асбестовой сеткой или в слабонагретый муфель (80-100 °С).

7. После удаления окислителя тигли с электроплитки снова переносят в муфель и усиливают его нагрев до 450-500°С (темно-красное каление). При этой температуре тигли должны простоять в муфеле 30-60 мин. После такой обработки остатки угля обычно быстро сгорают.

8. Если корм озолелся не полностью (в тигле остались чёрные неозоленные частицы угля), то в охлажденный тигель снова добавляют дистиллированную воду или окислитель и содержимое вновь выпаривают и прокаливают (обрабатывают 1-2 раза).

9. После получения золы тигель ставят в эксикатор, охлаждают и затем взвешивают.

10. Прокаливание в муфеле повторяют в течение 1-1,5 ч, содержимое тигля охлаждают в эксикаторе и снова взвешивают.

Повторные прокаливании необходимы для полного сжигания вещества. Эту операцию продолжают до тех пор, пока масса тигля с золой не станет постоянной. Для полного озоления пробы корма достаточно обычно 5-6 ч.

Расчёт результатов. Содержание сырой золы в воздушно-сухом веществе корма устанавливают по формуле

$$x = \frac{(a - B) \cdot 100}{H},$$

где x – содержание золы, %; a – масса тигля с сырой золой, г; B – масса пустого тигля, г; H – навеска корма, г; 100 – коэффициент пересчета в проценты.

Расхождения между отдельными определениями считаются допустимыми, если они не превышают 2%-ного среднего показателя.

Приготовление раствора золы

Приборы, материалы и основные реактивы. Мерные колбы на 100, 250 мл, бюретки вместимостью 25-50 мл, пипетки на 1, 2, 5, 10, 25 мл, воронки стеклянные, соляная и азотная кислоты концентрированные и разведенные, серная кислота разведенная.

Ход работы. Полученную после сжигания золу растворяют в разведенной соляной кислоте (1:3). Для этого в тигель с золой добавляют 3-5 капель дистиллированной воды и осторожно приливают 10 мл разведенной соляной кислоты (при сжигании 1-2 г корма достаточно

5 мл кислоты). Содержимое тигля перемешивают стеклянной палочкой (при необходимости его нагревают до кипения), в результате чего зола растворяется (образуются хлористые соли). Иногда для лучшей растворимости золы в тигель добавляют несколько капель азотной кислоты. Используя воронку, раствор без фильтрования (или через фильтр, смоченный соляной кислотой) переливают в мерную колбу на 100 мл.

Тигель с остатками золы повторно обрабатывают 5-10 мл соляной кислоты (1:3; при необходимости его подогревают) и содержимое снова переливают в колбу.

Затем в тигель наливают дистиллированную воду и, обмыв ею стенки, переносят раствор в колбу. Довольно часто на дне тигля остается нерастворенный осадок – это песок. Тигель обмывают дистиллированной водой несколько раз, объем раствора золы в колбе доводят до метки и тщательно перемешивают. Получают основной раствор золы, который можно использовать для определения кальция, фосфора, магния, калия, натрия и некоторых микроэлементов.

Примечание. При определении калия и микроэлементов, особенно в тканях животных, целесообразно использовать сульфатную золу. При этом во время озоления глазурь тигля не разрушается, а зола сплавляется в меньшей степени.

В тигель к корму добавляют разведенную (1:5) серную кислоту (1 мл в расчёте на 1 г корма), содержимое перемешивают стеклянной палочкой, которую затем обмывают небольшим количеством воды. Тигель с кормом нагревают на плитке с асбестовой сеткой (или на воздушной бане), после того как содержимое высохнет и обуглится, озоление продолжают в муфеле. Зола затем пропитывают пятью каплями серной (или азотной) кислоты, 1 мл соляной и 2 мл дистиллированной воды и осторожно выпаривают досуха. Далее золу растворяют в разведенной соляной кислоте. Труднорастворимые в соляной кислоте темно-бурые окислы железа и почти нерастворимые в ней металлическая медь и некоторые другие элементы переходят при этом в раствор. Металлическая медь может образоваться и при сухом методе озоления (при температуре выше 500 °С).

Мокрое озоление кормов

В основе этого метода лежит непрерывное воздействие на корм сильной окислительной смесью, под действием которой органическое

вещество разрушается без образования угля, так как углерод целиком окисляется в CO_2 .

При мокром озолении исключаются потери фосфора, калия и других элементов, так как температура содержимого в колбе обычно не превышает 338°C . Озоление ведут в вытяжном шкафу, в колбах или пробирках из тугоплавкого стекла. Для озоления применяют несколько рецептов окисляющих смесей, в частности, смесь концентрированных кислот серной и азотной (1:1), азотной и серной (10-20:1), серной и хлорной (4:1) или концентрированной серной кислотой в присутствии катализаторов (селен металлический, пергидроль, смесь сульфатов калия и меди и другие).

С методами озоления в сырье и пищевых продуктах, кормах можно ознакомиться по нормативной документации [1, 2], а также по В.В. Шевченко в измерительных методах контроля показателей качества и безопасности продуктов питания [3, 4]. С общей характеристикой минеральных примесей, содержащихся в золе, по И.Н. Миколайчик [5].

Литература

1. ГОСТ 26929-94. Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов. - М.: Стандартинформ, 2010. – 9 с.
2. ГОСТ 32933-2014. Корма, комбикорма. Метод определения сырой золы. - М.: Стандартинформ, 2020. – 8 с.
3. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 1. Продукты растительного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 304 с.
4. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 2. Продукты животного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 200 с.
5. Миколайчик, И.Н. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург. Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

1. Что называется «сырой» золой?
2. Какие реактивы используют для приготовления раствора золы?
3. Какие реактивы могут применяться под сильной окислительной смесью?
4. Какое значение имеют минеральные зольные элементы P, Na, Mg, Ca и другие?
5. Почему в первой стадии сжигания навески озоление ведут при низкой температуре?
6. Почему масса и состав воды исследуемого продукта отличаются от состава массы его естественных минеральных компонентов?

Лабораторная работа № 13 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ АЗОТИСТЫХ ВЕЩЕСТВ

Цель работы: освоить методы определения общего азота и сырого протеина по Кьельдалю, белкового азота по Барнштейну; оценить значение определяемых показателей для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить массовую долю общего азота в кормах.
2. Провести расчет данного показателя в исследуемых объектах.
3. Сравнить полученные результаты в соответствии с требованиями стандарта.

Азотистые вещества кормов объединяют под общим названием «протеин», в который входят белок и азотистые соединения небелкового характера, включающие, кроме свободных аминокислот, их амиды, азотсодержащие гликозиды, органические основания и аммонийные соединения. Они хорошо усваиваются в организме животного, поэтому при нормировании кормления учитывают не белок, а протеин.

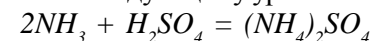
Оценка корма по содержанию протеина применяется при кормлении всех видов животных. Детализированные нормы кормления сельскохозяйственных животных предусматривают нормирование рационов по широкому комплексу питательных веществ, в том числе нормируется сырой и переваримый протеин. Необходимость нормирования сырого протеина обусловлена тем, что содержание его в кормах изменчиво и зависит от многих факторов, поэтому зоотехнический анализ кормов в хозяйствах дает возможность более тщательно балансировать рационы по протеину.

Потребность жвачных животных в протеине может быть частично удовлетворена за счет мочевины, бикарбоната и сульфата аммония. При балансировании рационов для свиней, птицы и телят учитывают содержание в кормах незаменимых аминокислот: лизина, метионина, триптофана, валина, гистидина, фенилаланина, лейцина, изолейцина, треонина, аргинина, глицина.

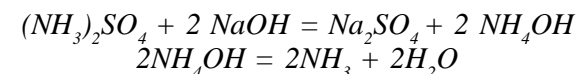
Определение общего азота и сырого протеина методом Кьельдаля

Принцип метода. Жиры и углеводы корма при их нагревании с концентрированной серной кислотой разрушаются до углекислого газа и воды, а азотсодержащие вещества распадаются до аммиака NH_3 , который соединяется с серной кислотой и образует нелетучую соль – сернокислый аммоний.

Реакция протекает по следующему уравнению:



В процессе перегонки в избыточно щелочной среде выделяется аммиак:



Выделяющийся в ходе реакции аммиак вступает в реакцию с борной кислотой и образует соль. Содержимое приемной колбы титруют 0,1 н. раствором соляной кислоты, которая соединяется с ионами аммония, образуя хлористый аммоний и вытесняя борную кислоту.

По количеству пошедшего на титрование 0,1 н. раствора HCl определяют количество азота в корме. Известно, что 1 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты соответствует 0,0014 г азота.

Реактивы и оборудование: концентрированная серная кислота H_2SO_4 (удельная масса 1,84 г/см³); децинормальный (0,1 н.) раствор H_2SO_4 ; борная кислота H_3BO_3 (х.ч.), из которой готовят 2%-ный раствор; соляная кислота (HCl , х.ч.), 33%-ный раствор $NaOH$, сернокислая медь – $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (х.ч.); сернокислый калий – K_2SO_4 (х.ч.); селен элементарный; селеновый катализатор (растирают и смешивают 100 г сернокислого калия, 10 г сернокислой меди и 2 г селена. При отсутствии селена применяют смеси сернокислой меди и сернокислого калия); индикаторы: Таширо, конгорот, метилоранж. Для приготовления индикатора Таширо 0,02 г метилового красного растворяют в 60 мл этилового спирта, затем добавляют 40 мл воды. После этого 0,1 г метиленовой сини растворяют в 100 мл воды. Перед работой смешивают 25 мл метилового красного и 3 мл раствора метиленовой сини; дистиллированная вода; лакмусовая бумага (красная); пемза порошкообразная или гранулированная (можно использовать стеклянные или фарфоровые трубочки); весы аналитические, цилиндр на 10 мл для взятия навески корма; колбы Кьельдаля (для сжигания – емкостью 200-250 мл, для отгонки – емкостью 500-750 мл);

штатив для колб, используемый при сжигании корма; отгонный аппарат Къельдаля (для отгонки аммиака), колбонагреватели или другой источник нагрева, бюретки на 25-50 мл, мерные цилиндры емкостью по 25-50 мл; установка для титрованных растворов; колбы конические или мерные на 250-500 мл; капельница для индикатора; каплеуловители; промывалка.

Ход определения. 1. В цилиндр помещают 0,5-1 г исследуемого корма (мяса 0,1–0,3 г, молока, сала по 2-3 г), взвешивают его на аналитических весах и массу записывают.

2. В колбу Къельдаля из цилиндрика осторожно переносят навеску воздушно-сухого корма, опустив цилиндр глубоко в горло колбы.

3. Цилиндр после переноса из него корма взвешивают и по разности массы цилиндра с кормом и без него определяют навеску.

4. Вносят в колбу катализаторы: 0,5-1 г сернокислой меди, 3-5 г сернокислого калия или 0,3-0,5 г селенового катализатора.

5. В колбу Къельдаля осторожно приливают 10-15 мл (в зависимости от испытуемого образца) концентрированной серной кислоты и содержимое аккуратно перемешивают. При этом происходит обугливание образца.

6. Колбу с навеской корма в наклонном положении ставят для сжигания в специальном штативе в вытяжной шкаф. Сжигание проводят на слабом огне во избежание потери азота.

7. Содержимое колбы доводят до кипения, закрывают специальным воздушным холодильником или стеклянной воронкой и продолжают нагревание. Происходит минерализация органических веществ корма. В период сжигания содержимое колбы необходимо периодически перемешивать, чтобы на ее стенках не осталось несгоревших частиц корма. При появлении на горлышке колбы бурых капель или темных частиц ее следует охладить, частицы смыть в колбу водой и продолжать сжигание.

Жидкость в колбе вначале имеет бурый или почти черный цвет, но по мере минерализации органических веществ раствора в колбе начинает выделяться сернистый ангидрид (SO_2) и содержимое ее светлеет. По цвету жидкости определяют окончание минерализации органических веществ. Раствор в колбе должен быть прозрачным, бесцветным или слегка желтоватым.

8. После осветления жидкости колбу снимают, остужают и осторожно небольшими порциями (20-25 мл) в нее приливают 100 мл ди-

стиллированной воды, омывая ею стенки колбы. Жидкость приобретает зеленовато-голубоватый цвет (медный купорос поглощает воду, в результате чего восстанавливается голубой цвет).

9. Раствор затем без потерь переносят в другую колбу Къельдаля емкостью 500-600 мл. Колбу несколько раз промывают водой, сливая ее в большую колбу Къельдаля.

10. Колбу с раствором ставят на колбонагреватель отгонного аппарата Къельдаля, предварительно подобрав к колбе пробку.

11. В приемник (в виде конической колбы) вливают из бюретки 20-30 мл раствора борной кислоты и 6-8 капель индикатора Таширо.

12. Коническую колбу с борной кислотой ставят в аппарат Къельдаля, опустив стеклянную трубку холодильника в борную кислоту.

13. В отгонную колбу на кончике ложки добавляют пемзу (кусочки фарфора или фарфоровые трубочки), что необходимо для спокойного равномерного кипения содержимого.

14. В цилиндр (осторожно) отмеривают 60-70 мл 33%-ного раствора едкого натра.

15. Щелочь из цилиндра медленно переносят в колбу Къельдаля.

16. Колбу быстро закрывают пробкой с каплеуловителем.

17. Содержимое колбы хорошо размешивают. При этом начинает выделяться аммиак, который попадает в приемную колбу с борной кислотой.

18. Включают нагревательный прибор и отгоняют с водяным паром аммиак, который поглощается 2 %-ной борной кислотой.

19. Конец отгона аммиака определяют по красной лакмусовой бумажке, подставленной под стекающую каплю отгона. Если лакмус не синеет, отгон аммиака окончен. При хорошем кипении содержимого отгон длится около часа.

20. После отгона аммиака отгонную трубку холодильника тщательно промывают дистиллированной водой, которую сливают в приемную колбу.

21. Содержимое колбы оттитровывают децинормальным раствором соляной кислоты.

При титровании соляной кислотой в присутствии смешанного индикатора (индикатор Таширо) изумрудно-зеленый цвет содержимого колбы при рН, равном 5,5 переходит в красно-фиолетовый, 1 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты, пошедшего на титрование, соответствует 0,0014 г азота. Записав все данные в приведенную ниже фор-

му, рассчитывают содержание в корме азота и сырого протеина. Данные, полученные при определении содержания общего азота и сырого протеина, записывают в следующую форму (табл. 1).

Расчет содержания азота и протеина. Содержание азота в % вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 100}{b},$$

где X – содержание азота в исследуемом корме, %; a – количество граммов азота в навеске корма (количество соляной кислоты, пошедшее на титрование, умноженное на 0,0014 г); b – навеска корма, г – 100 – число для пересчета в проценты.

Для вычисления содержания в корме сырого протеина показатель содержания азота умножают на коэффициент 6,25 или соответствующий данному корму (для пшеницы, ржи, ячменя установлен коэффициент 5,83; для конопли, хлопчатника, подсолнечника, сои, жмыхов – 5,8, молока – 6,38, для кукурузы, бобовых, мяса и яиц – 6,25).

Таблица 1

Форма для записи данных, полученных при определении содержания общего азота и сырого протеина

Показатели	Определение	
	первое	второе
Масса цилиндра с навеской корма, г		
Масса пустого цилиндра, г		
Навеска корма, г		
Пошло на титрование 0,1 н. соляной кислоты, мл		
Содержание азота в навеске корма:		
г		
%		
Среднее из двух определений, %		
Содержание сырого протеина в веществе, %		
Воздушно-сухом		
Первоначальном		
Абсолютно сухом		

Определение белкового азота в кормах по методу Барнштейна

Метод основан на осаждении белков гидратом окиси меди $[Cu(OH)_2]$ из водных растворов, при избытке в них медного купороса. При этом образуются белковые соединения, нерастворимые даже в горячей воде. Отмытый от солей и растворимых небелковых азотистых веществ осадок белка сжигают с серной кислотой по методу Кьельдаля.

Реактивы и оборудование:

сернокислая медь 6 %-ная ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$; (х.ч.); 1,25 %-ный раствор едкого натра (х.ч.); 10 %-ный раствор хлористого бария; реактивы, применяющиеся при определении сырого протеина в кормах; химические стаканы емкостью 150-200 мл; стеклянные пробирки; стеклянные воронки; водяная баня; стеклянные палочки; колбы Эрленмейера емкостью 500 мл; сушильный шкаф; капельница; электроплита; фильтровальная бумага; оборудование и посуда, применяемые при определении сырого протеина.

Ход определения

1. На аналитических весах в цилиндрике отвешивают 1-1,5 г тонко измельченного воздушно-сухого корма. При анализе корма в свежем виде (корнеклубнеплоды, трава и другое) его необходимо хорошо измельчить (навеску корма в таком случае увеличиваются до 4-6 г). Корм переносят в химический стакан емкостью 150-200 мл. По разности массы цилиндра с кормом и пустого цилиндра определяют навеску корма.

2. В стакан добавляют 50-70 мл дистиллированной воды, содержащее хорошо перемешивают стеклянной палочкой и нагревают до кипения. Вещества, богатые крахмалом, кипятить нельзя. В этом случае ограничиваются нагреванием содержимого на водяной бане при температуре 40-50 °С в течение 10 мин.

3. В стакан с горячей жидкостью вливают по палочке 25 мл 6%-ного раствора сернокислой меди и содержимое стакана размешивают.

4. К содержимому стакана при помешивании небольшими порциями приливают 25 мл 1,25%-ного раствора едкого натра. Реакция не должна быть щелочной. Смесь хорошо перемешивают. Затем стакан оставляют на 1 ч для полного осаждения белков (можно оставить на ночь).

5. Отстоявшуюся жидкость осторожно сливают на фильтр (стараясь не перенести на него осадок). Затем к осадку приливают горячую дистиллированную воду, хорошо перемешивают и после отстаивания жидкость снова сливают на тот же фильтр.

6. Осадок без потерь переносят на тот же фильтр и продолжают промывать теплой водой до полного исчезновения в промывных водах ионов SO_4 . Для проверки наличия ионов SO_4 в пробирку собирают 3-4 мл промывных вод и добавляют туда из капельницы 2-3 капли 10 %-ного раствора $BaCl_2$. Если жидкость в пробирке помутнеет, промывание продолжают. Заканчивают его, когда промывные воды при добавлении хлористого бария остаются прозрачными.

7. Промытый осадок на фильтре вместе с воронкой помещают в сушильный шкаф и подсушивают при температуре 60-80 °С. Затем фильтр с веществом осторожно закатывают в шарик и без потерь помещают в колбу Кьельдаля.

8. В ту же колбу вливают 20 мл концентрированной серной кислоты, затем добавляют катализаторы и проводят сжигание, после чего определяют содержание азота так же, как и сырого протеина. Все данные записывают в приведенную ниже таблицу 2.

Окончание таблицы 2

1	2	3
Белок в воздушно-сухом веществе, %		
Белок в первоначальном веществе, %		
Белок в абсолютно сухом веществе, %		

С методами определения общего азота, сырого протеина в кормах, комбикормах можно ознакомиться по нормативной документации [1], а также по методам исследования мяса и мясопродуктов Л.В. Антиповой [2, 3] и В.В. Шевченко [4]. С общей характеристикой белковых веществ, содержащихся в продуктах растительного и животного происхождения, можно ознакомиться по И.Н. Миколайчик [5].

Таблица 2

Форма для записи данных, полученных в ходе определения
белкового азота

Показатели	Определение	
	первое	второе
1	2	3
Масса цилиндра с навеской корма, г		
Масса пустого цилиндра, г		
Навеска корма, г		
Пошло на титрование 0,1 н. соляной кислоты, мл (количество соляной кислоты, связанное ионами аммиака)		
Содержание белкового азота в навеске, г		
Содержание белкового азота, %		
Среднее из двух определений, %		

Литература

- ГОСТ 13496.4-2019. Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина. – М.: Стандартинформ, 2019. – 16 с.
- Антипова, Л.В. Методы исследования мяса и мясных продуктов: учебник для ВУЗов / Л.В. Антипова, И.А. Глотова, И.А. Рогов. – М.: КолосС, 2004. - 571 с.
- Антипова, Л. В. Технология и оборудование производства колбас и полуфабрикатов [Текст] : учебное пособие для бакалавров / Л. В. Антипова, И. Н. Толпыгина, А. А. Калачев. - СПб.: ГИОРД, 2013. - 600 с.
- Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 2. Продукты животного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 200 с.
- Миколайчик, И.Н. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург: Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

1. Что понимают под протеином?

2. На чем основан принцип метода определения общего азота по Къельдалю?
3. Что используют в качестве катализатора при сжигании навески в колбе Къельдаля?
4. Что представляет собой отгоночная колба аппарата Парнаса?
5. Из каких реактивов готовят индикатор Таширо?
6. На чем основан принцип метода определения белкового азота по Барштейну?

Лабораторная работа № 14 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ «СЫРОГО» ЖИРА

Цель работы: освоить весовой метод определения «сырого» жира; оценить значение определяемого показателя для исследуемых объектов.

Задание. 1. Определить массовую долю жира в кормах, семенах подсолнечника. 2. Провести расчет данного показателя в исследуемых объектах. 3. Сравнить полученные результаты в соответствии со стандартными.

Жиры (нейтральные жиры или глицериды) по своей химической природе являются сложными эфирами трехатомного спирта глицерина и высокомолекулярных жирных кислот (пальмитиновой, стеариновой, олеиновой, линолевой, линоленовой и других).

При анализе содержания жира одновременно в образцах нескольких кормов наиболее удобно пользоваться методом С.В. Рушковского (определение жира по количеству обезжиренного остатка). Метод основан на извлечении жира органическими растворителями: серным (температура кипения 35 °С) или петролейным (30-80 °С) эфиром, бензином (80-105 °С), бензолом (80,3 °С), трихлорэтиленом (85 °С) и некоторыми другими. *Органические растворители извлекают из корма не только нейтральные жиры, но и воскообразные вещества, фосфатиды, альдегиды, кетоны, сернистые соединения, органические кислоты, смолы, красящие вещества и другие. Обычно такой общий экстракт носит название сырого жира.*

В состав природных жиров входят незаменимые ненасыщенные жирные кислоты, такие как линоленовая, архидоновая и некоторые другие. Эти жирные кислоты должны обязательно поступать в организм животного с кормами, так как они здесь не синтезируются. При недостатке указанных жирных кислот у животного возникает ряд заболеваний (дерматиты, авитаминозы). При дефиците жира с кормами в организм поступает обычно мало растворимых в жире витаминов (А, D, Е, К).

Реактивы и оборудование: аппарат Сокслета, органический растворитель (в лабораториях чаще используют серный или петролейный эфир), водяная электрическая баня, сушильный шкаф, бюксы, эксикатор, бумажные пакетики из фильтровальной бумаги.

Аппарат Сокслета состоит из колбы-испарителя, экстрактора и шарикового холодильника. Экстрактор снабжен двумя трубками – одной более широкой, другой – узкой (сифон), по которой сливается эфир. Перед работой аппарат Сокслета собирают, то есть колбу для растворителя соединяют с экстрактором, а экстрактор – с холодильником. В собранном виде аппарат Сокслета укрепляют в штативе Бунзена.

Ход определения

1. В пакетик из фильтрованной бумаги поместить 1-2 г навески корма, вложить в бюксы и высушить в термостате до постоянного веса при температуре 100-105 °С (на пакетиках написать простым карандашом номер бюкса).

2. Высушенные пакетики поместить в экстрактор аппарата Сокслета, залить эфиром и оставить на ночь. На следующий день в экстрактор добавить эфира столько, чтобы через сифон произошел его слив и 25-50 мл осталось в экстракторе.

3. Включить водяную баню и вести экстрагирование в течение 8-12 часов (при нормальной работе 10-12 раз в час).

4. После проверки полноты экстракции (несколько капель эфира, взятого из экстрактора после испарения, не должны оставлять жирных пятен) пакетики вынуть, разложить на большом часовом стекле и поставить в вытяжной шкаф на 15-20 минут для удаления эфира.

5. Пакетики поместить в соответствующие бюксы и произвести высушивание в термостате при температуре 100-105°С до постоянного веса.

6. Вычислить содержание «сырого» жира в воздушно-сухой навеске корма в процентах по формуле:

$$X = \frac{a \cdot 100}{b},$$

где X – процент «сырого» жира; a – вес жира; b – вес навески в воздушно-сухом состоянии, г.

Записи и вычисления по определению «сырого» жира

№ п/п	Показатели	Параллельные пробы	
		первая	вторая
1	Дата определения		
2	Номер бюкса		
3	Вес пустого бюкса с пакетом, г		
4	Вес бюкса с пакетом и кормом, г		
5	Вес навески корма, г		
6	Вес бюкса с навеской и пакетиком после высушивания при 100-105°, г		
7	Вес бюкса с навеской и пакетом после экстрагирования и высушивания, г		
8	Вес «сырого» жира в навеске, г		
9	Процент «сырого» жира в воздушно-сухом веществе		
10	Средний процент «сырого» жира		
11	Процент «сырого» жира в абсолютно сухом веществе		
12	Процент «сырого» жира в первоначальном веществе		

С методами определения «сырого» жира в кормах, комбикормах, в продуктах переработки плодов и овощей можно ознакомиться по нормативной документации [1, 2], а также по методам исследования мяса и мясопродуктов по Л.В. Антиповой [3, 4] и В.В. Шевченко [5]. С общей характеристикой содержания «сырого» жира в продуктах растительного и животного происхождения можно ознакомиться по И.Н. Миколайчик [6].

Литература

- ГОСТ 13496.15-2016. Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли жира. – М.: Стандартинформ, 2020. – 9 с.
- ГОСТ 8756.21-89. Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения жира. - М.: Стандартинформ, 2010. – 6 с.
- Антипова, Л.В. Методы исследования мяса и мясных продук-

тов: учебник для ВУЗов / Антипова Л.В., Глотова И.А., И.А. Рогов И.А. – М.: КолосС, 2004. - 571 с.

4. Антипова, Л. В. Технология и оборудование производства колбас и полуфабрикатов [Текст] : учебное пособие для бакалавров / Л. В. Антипова, И. Н. Толпыгина, А. А. Калачев. - СПб. : ГИОРД, 2013. - 600 с.
5. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009. - Ч. 2. Продукты животного происхождения /В.В. Шевченко. - 2009. - 200 с.
6. Миколайчик, И.Н. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург. Лань, 2019. – 284 с.

Контрольные вопросы

1. Что называется «сырым» жиром?
2. Что называется экстракцией? Приведите примеры жирорастворителей.
3. Определение «сырого» жира. Формула расчета.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение 1

Содержание редуцирующих сахаров в зависимости от образовавшейся меди (таблица Бертрана)

Медь, мг	Редуцирующие сахара, мг	Медь, мг	Редуцирующие сахара, мг	Медь, мг	Редуцирующие сахара, мг	Медь, мг	Редуцирующие сахара, мг
1	2	3	4	5	6	7	8
10	6,2	69	36,0	128	67,1	187	99,0
11	6,7	70	36,5	129	67,8	188	99,5
12	7,2	71	37,1	130	68,1	189	100,1
13	7,7	72	37,5	131	68,7	190	100,6
14	8,2	73	38,0	132	69,2	191	101,2
15	8,7	74	38,6	133	69,7	192	101,7
16	9,2	75	39,1	134	70,3	193	102,3
17	9,7	76	39,6	135	70,8	194	102,9
18	10,2	77	40,1	136	71,3	195	103,4
19	10,7	78	40,6	137	71,9	196	104,0
20	11,2	79	41,1	138	72,4	197	104,6
21	11,7	80	41,7	139	72,9	198	105,1
22	12,2	81	42,2	140	73,5	199	105,7
23	12,7	82	42,7	141	74,0	200	106,3
24	13,2	83	43,2	142	74,5	201	106,8
25	13,7	84	43,8	143	75,1	202	107,4
26	14,2	85	44,4	144	75,6	203	107,9
27	14,7	86	45,0	145	76,1	204	108,5
28	15,2	87	45,5	146	76,7	205	109,1
29	15,7	88	45,9	147	77,2	206	109,6
30	16,2	89	46,4	148	77,8	207	110,2
31	16,7	90	46,9	149	78,3	208	110,8

Продолжение приложения 1

1	2	3	4	5	6	7	8
32	17,2	91	47,4	150	78,9	209	111,3
33	17,7	92	47,9	151	79,4	210	111,9
34	18,2	93	48,4	152	80,0	211	112,5
35	18,7	94	48,9	153	80,5	212	113,0
36	19,2	95	49,5	154	81,0	213	113,6
37	19,7	96	50,0	155	81,6	214	114,6
38	20,2	97	50,5	156	82,1	215	114,7
39	20,7	98	51,1	157	82,7	216	115,3
40	21,3	99	51,6	158	83,2	217	115,8
41	21,8	100	52,1	159	83,8	218	116,4
42	22,3	101	52,7	160	84,3	219	117,0
43	22,8	102	53,2	161	84,8	220	117,5
44	23,3	103	53,7	162	85,4	221	118,1
45	23,8	104	54,3	163	85,9	222	118,7
46	24,4	105	54,8	164	86,5	223	119,2
47	24,9	106	55,3	165	87,0	224	119,8
48	25,4	107	55,9	166	87,6	225	120,4
49	25,9	108	56,4	167	88,1	226	120,9
50	26,4	109	56,9	168	88,6	227	121,5
51	26,9	110	57,5	169	89,2	228	122,1
52	27,4	111	58,0	170	89,7	229	122,6
53	27,9	112	58,5	171	90,3	230	123,2
54	28,4	113	59,1	172	90,8	231	123,6
55	28,9	114	59,6	173	91,4	232	124,3
56	29,5	115	60,1	174	91,9	233	124,9
57	30,0	116	60,7	175	92,4	234	125,5
58	30,5	117	61,2	176	93,0	235	126,0
59	31,1	118	61,7	177	93,5	236	126,6
60	31,5	119	62,3	178	94,1	237	127,2
61	32,0	120	62,8	179	94,6	238	127,8
62	32,5	121	63,3	180	95,2	239	128,3

Продолжение приложения 1

1	2	3	4	5	6	7	8
63	33,1	122	63,9	181	95,7	240	128,9
64	33,6	123	64,4	182	96,2	241	129,5
65	34,1	124	64,9	183	96,8	242	130,0
66	34,6	125	65,5	184	97,3	243	130,6
67	35,1	126	66,0	185	07,8	244	131,2
68	35,6	127	66,5	186	98,4	245	131,8
246	132,3	285	154,9	324	178,0	363	201,7
247	132,9	286	155,5	325	178,6	364	202,3
248	133,5	287	156,1	326	179,2	365	203,0
249	134,1	288	156,7	327	179,8	366	203,6
250	134,6	289	157,2	328	180,4	367	204,2
251	135,2	290	157,6	329	181,0	368	204,8
252	135,8	291	158,4	330	181,6	369	205,5
253	136,3	292	159,0	331	182,2	370	206,1
254	136,9	293	159,6	332	182,8	371	206,7
255	137,5	294	160,2	333	183,5	372	207,3
256	138,1	295	160,8	334	184,1	373	208,0
257	138,6	296	161,4	335	184,7	374	208,6
258	139,2	297	162,0	336	185,4	375	209,2
259	139,8	298	162,6	337	186,0	376	209,9
260	140,4	299	163,2	338	186,6	377	210,5
261	140,9	300	163,8	339	187,2	378	211,1
262	141,5	301	164,4	340	187,8	379	211,7
263	142,1	302	165,0	341	188,4	380	212,4
264	142,7	303	165,6	342	189,0	381	213,0
265	143,2	304	166,2	343	189,6	382	213,6
266	143,8	305	166,8	344	190,2	383	214,3
267	144,4	306	167,3	345	190,8	384	214,9
268	144,9	307	167,9	346	191,4	385	215,5
269	145,5	308	168,5	347	192,0	386	216,1
270	146,1	309	169,1	348	192,6	387	216,8

Окончание приложения 1

1	2	3	4	5	6	7	8
271	146,7	310	169,7	349	193,2	388	217,4
272	147,2	311	170,3	350	193,8	389	218,0
273	147,8	312	170,9	351	194,4	390	218,7
274	148,4	313	171,5	352	195,0	391	219,3
275	149,0	314	172,1	353	195,6	392	219,9
276	149,5	315	172,7	354	196,2	393	220,5
277	150,1	316	173,3	355	196,8	394	221,2
278	150,7	317	173,9	356	197,4	395	221,8
279	151,3	318	174,5	357	198,0	396	222,4
280	151,9	319	175,1	358	198,6	397	223,1
281	152,5	320	175,6	359	199,2	398	223,7
282	153,1	321	176,2	360	199,8	399	224,3
283	153,7	322	176,8	361	200,4	400	224,9
284	154,3	323	177,4	362	201,1	401	225,7

Приложение 2

Объемная доля спирта в вине, бренди в зависимости от относительной плотности дистиллята его

Относительная плотность дистиллята $d_{20/20}^*$	Объемная доля спирта, %	Относительная плотность дистиллята $d_{20/20}^*$	Объемная доля спирта, %	Относительная плотность дистиллята $d_{20/20}^*$	Объемная доля спирта, %
1	2	3	4	5	6
0,9902	7,00	7	40	2	81
1	08	6	46	1	85
0	16	5	52	0	90
0,9899	7,24	4	59	0,9109	59,94
8	31	3	65	8	99
7	39	2	71	7	60,03
6	47	1	77	6	08
5	55	0	84	5	12
4	63	0,9499	39,90	4	16
3	71	8	96	3	21
2	79	7	40,02	2	25
1	87	6	08	1	30
0	95	5	15	0	34
0,9889	8,03	4	21	0,9099	60,39
8	12	3	27	8	43
7	20	2	33	7	48
6	28	1	39	6	52
5	36	0	46	5	57
4	44	0,9489	40,52	4	61
3	52	8	58	3	65
2	60	7	64	2	70
1	68	6	70	1	74
0	76	5	77	0	79
0,9879	8,85	4	83	0,9089	60,83
8	93	3	89	8	88
7	9,01	2	95	7	92
6	10	1	41,01	6	96

Продолжение приложения 2

1	2	3	4	5	6
5	18	0	07	5	61,01
4	26	0,9479	41,13	4	05
3	34	8	19	3	10
2	43	7	25	2	14
1	51	6	31	1	18
0	59	5	38	0	23
0,9869	9,68	4	44	0,9079	61,27
8	76	3	50	8	31
7	84	2	56	7	36
6	92	1	62	6	40
5	10,01	0	68	5	44
4	09	0,9469	41,74	4	49
3	17	8	80	3	53
2	26	7	86	2	57
1	34	6	92	1	62
0	42	5	98	0	66
0,9859	10,51	4	42,04	0,9069	61,71
8	59	3	10	8	75
7	67	2	16	7	79
6	76	1	21	6	84
5	84	0	27	5	88
4	92	0,9459	42,33	4	92
3	11,00	8	39	3	97
2	09	7	45	2	62,01
1	17	6	51	1	05
0	26	5	56	0	10
0,9849	11,34	4	62	0,9059	62,04
8	43	3	68	8	18
7	51	2	74	7	23
6	60	1	80	6	27
5	68	0	86	5	31
4	77	0,9449	42,92	4	36

Продолжение приложения 2

1	2	3	4	5	6
3	85	8	97	3	40
2	94	7	43,03	2	44
1	12,02	6	09	1	49
0	11	5	15	0	53
0,9839	12,19	4	20	0,9049	62,57
8	28	3	26	8	62
7	36	2	32	7	66
6	45	1	38	6	70
5	54	0	43	5	75
4	62	0,9439	43,49	4	79
3	71	8	55	3	83
2	80	7	60	2	88
1	89	6	66	1	92
0	97	5	72	0	96
0,9829	13,06	4	78	0,9039	63,01
8	15	3	83	8	05
7	24	2	89	7	09
6	32	1	95	6	13
5	41	0	44,00	5	18
4	50	0,9429	44,06	4	22
3	59	8	12	3	26
2	67	7	18	2	31
1	76	6	23	1	35
0	85	5	29	0	39
0,9819	13,94	4	34	0,9029	63,44
8	14,03	3	40	8	48
7	12	2	46	7	52
6	21	1	51	6	57
5	30	0	57	5	61
4	39	0,9419	44,62	4	65
3	48	8	68	3	69
2	56	7	74	2	74

Продолжение приложения 2

1	2	3	4	5	6
1	65	6	79	1	78
0	74	5	85	0	82
0,9809	14,83	4	90	0,9019	63,87
8	92	3	96	8	91
7	15,01	2	45,02	7	95
6	10	1	07	6	99
5	19	0	13	5	64,04
4	28	0,9409	45,18	4	08
3	37	8	24	3	12
2	46	7	29	2	16
1	55	6	35	1	21
0	64	5	40	0	25
0,9799	15,73	4	46	0,9009	64,29
8	82	3	51	8	33
7	91	2	57	7	38
6	16,00	1	62	6	42
5	09	0	68	5	46
4	18	0,9399	45,73	4	50
3	27	8	79	3	54
2	36	7	84	2	59
1	45	6	90	1	63
0	55	5	95	0	67
0,9789	16,64	4	46,01	0,8999	64,71
8	73	3	06	8	76
7	82	2	12	7	80
6	91	1	17	6	84
5	17,01	0	23	5	88
4	10	0,9389	46,28	4	93
3	19	8	34	3	97
2	28	7	39	2	65,01
1	38	6	44	1	05
0	47	5	50	0	10

Продолжение приложения 2

1	2	3	4	5	6
0,9779	17,56	4	55	0,8989	65,14
8	66	3	61	8	18
7	75	2	66	7	22
6	85	1	71	6	26
5	94	0	77	5	31
4	18,03	0,9379	46,82	4	35
3	13	8	88	3	39
2	22	7	93	2	43
1	32	6	98	1	47
0	41	5	47,04	0	52
0,9769	18,50	4	09	0,8979	65,56
8	60	3	15	8	60
7	69	2	20	7	64
6	79	1	25	6	68
5	88	0	31	5	73
4	98	0,9369	47,36	4	77
3	19,08	8	42	3	81
2	17	7	47	2	85
1	26	6	52	1	89
0	36	5	57	0	94
0,9759	19,46	4	63	0,8969	65,98
8	55	3	68	8	66,02
7	65	2	73	7	06
6	74	1	79	6	10
5	84	0	84	5	14
4	93	0,9359	47,89	4	19
3	20,02	8	94	3	23
2	12	7	48,00	2	27
1	21	6	05	1	31
0	31	5	10	0	35
0,9749	20,40	4	16	0,8959	66,40
8	50	3	21	8	44

Продолжение приложения 2

1	2	3	4	5	6
7	59	2	26	7	48
6	68	1	32	6	52
5	78	0	37	5	56
4	87	0,9349	48,42	4	60
3	97	8	47	3	64
2	21,06	7	52	2	69
1	15	6	58	1	73
0	24	5	63	0	77
0,9739	21,33	4	68	0,8949	66,81
8	42	3	73	8	85
7	52	2	78	7	89
6	61	1	84	6	94
5	70	0	89	5	97
4	79	0,9339	48,94	4	67,02
3	88	8	99	3	06
2	98	7	49,04	2	10
1	22,07	6	10	1	14
0	16	5	15	0	18
0,9729	22,25	4	20	0,8939	67,22
8	34	3	25	8	27
7	43	2	30	7	31
6	52	1	35	6	35
5	61	0	41	5	39
4	70	0,9329	49,46	4	43
3	80	8	51	3	47
2	89	7	56	2	51
1	98	6	61	1	56
0	23,07	5	66	0	60
0,9719	23,16	4	71	0,8929	67,64
8	25	3	76	8	68
7	34	2	82	7	72
6	43	1	87	6	76

Продолжение приложения 2

1	2	3	4	5	6
5	52	0	92	5	80
4	61	0,9319	49,97	4	85
3	70	8	50,02	3	89
2	79	7	07	2	93
1	88	6	12	1	97
0	97	5	17	0	68,01
0,9709	24,06	4	22	0,8919	68,05
8	15	3	28	8	08
7	24	2	33	7	13
6	33	1	38	6	17
5	42	0	43	5	21
4	51	0,9309	50,48	4	25
3	60	8	53	3	30
2	69	7	58	2	34
1	77	6	63	1	38
0	86	5	68	0	42
0,9699	24,95	4	73	0,8909	68,46
8	25,04	3	78	8	50
7	13	2	83	7	54
6	22	1	88	6	58
5	30	0	93	5	62
4	39	0,9299	50,98	4	66
3	48	8	51,03	3	70
2	57	7	08	2	74
1	66	6	13	1	78
0	74	5	18	0	83
0,9689	25,83	4	23	0,8899	68,87
8	92	3	28	8	91
7	26,00	2	33	7	95
6	09	1	38	6	99
5	18	0	43	5	69,03
4	26	0,9289	51,48	4	07

Продолжение приложения 2

1	2	3	4	5	6
3	35	8	53	3	11
2	48	7	58	2	15
1	52	6	63	1	19
0	60	5	68	0	23
0,9679	26,69	4	73	0,8889	69,27
8	78	3	78	8	31
7	86	2	83	7	35
6	95	1	88	6	39
5	27,03	0	93	5	43
4	12	0,9279	51,98	4	47
3	20	8	52,03	3	51
2	29	7	08	2	55
1	38	6	13	1	59
0	46	5	17	0	63
0,9669	27,54	4	22	0,8879	69,67
8	63	3	27	8	71
7	72	2	32	7	75
6	80	1	37	6	79
5	88	0	42	5	83
4	97	0,9269	52,47	4	87
3	28,06	8	52	3	91
2	14	7	57	2	95
1	22	6	62	1	99
0	31	5	67	0	70,03
0,9659	28,39	4	72	0,8869	70,07
8	47	3	77	8	11
7	56	2	82	7	15
6	64	1	87	6	19
5	72	0	91	5	23
4	81	0,9259	52,96	4	27
3	89	8	53,01	3	31
2	98	7	06	2	35

Продолжение приложения 2

1	2	3	4	5	6
1	29,06	6	11	1	39
0	14	5	16	0	44
0,9649	29,23	4	21	0,8859	70,48
8	31	3	25	8	52
7	39	2	30	7	56
6	47	1	35	6	60
5	56	0	40	5	64
4	64	0,9249	53,45	4	68
3	72	8	50	3	72
2	80	7	55	2	75
1	88	6	60	1	80
0	96	5	64	0	84
0,9639	30,04	4	69	0,8849	70,88
8	13	3	74	8	92
7	21	2	79	7	96
6	29	1	84	6	99
5	37	0	89	5	71,03
4	45	0,9239	53,93	4	07
3	53	8	98	3	11
2	61	7	54,03	2	15
1	69	6	08	1	19
0	77	5	12	0	23
0,9629	30,84	4	17	0,8839	71,27
8	92	3	22	8	31
7	31,00	2	27	7	35
6	08	1	31	6	39
5	16	0	36	5	43
4	24	0,9229	54,41	4	47
3	32	8	46	3	51
2	40	7	51	2	55
1	47	6	55	1	59
0	55	5	60	0	63

Продолжение приложения 2

1	2	3	4	5	6
0,9619	31,63	4	65	0,8829	71,67
8	71	3	70	8	71
7	78	2	74	7	75
6	86	1	79	6	79
5	94	0	84	5	83
4	32,01	0,9219	54,89	4	87
3	09	8	93	3	91
2	16	7	98	2	95
1	24	6	55,03	1	99
0	32	5	07	0	72,03
0,9609	32,39	4	12	0,8819	72,07
8	47	3	17	8	11
7	54	2	22	7	14
6	62	1	26	6	18
5	70	0	31	5	22
4	77	0,9209	55,36	4	26
3	85	8	40	3	30
2	92	7	45	2	34
1	99	6	50	1	38
0	33,07	5	55	0	42
0,9599	33,14	4	59	0,8809	72,46
8	22	3	64	8	50
7	29	2	69	7	54
6	36	1	74	6	58
5	44	0	78	5	62
4	51	0,9199	55,83	4	66
3	58	8	88	3	69
2	66	7	92	2	73
1	73	6	97	1	77
0	81	5	56,02	0	81
0,9589	33,88	4	06	0,8799	72,85
8	95	3	11	8	89

Продолжение приложения 2

1	2	3	4	5	6
7	34,02	2	15	7	93
6	10	1	20	6	97
5	17	0	25	5	73,01
4	24	0,9189	56,29	4	05
3	31	8	34	3	09
2	38	7	39	2	12
1	45	6	43	1	16
0	52	5	48	0	20
0,9579	34,59	4	53	0,8789	73,24
8	66	3	57	8	28
7	74	2	62	7	32
6	81	1	67	6	36
5	88	0	71	5	40
4	95	0,9179	56,76	4	43
3	35,02	8	81	3	47
2	09	7	85	2	51
1	16	6	90	1	55
0	23	5	94	0	59
0,9569	35,30	4	99	0,8779	73,63
8	37	3	57,04	8	67
7	44	2	08	7	70
6	50	1	13	6	74
5	57	0	18	5	78
4	64	0,9169	57,22	4	82
3	71	8	26	3	86
2	78	7	31	2	90
1	85	6	36	1	93
0	92	5	40	0	97
0,9559	35,99	4	45	0,8769	74,01
8	36,05	3	49	8	05
7	12	2	54	7	09
6	19	1	59	6	13

Продолжение приложения 2

1	2	3	4	5	6
5	26	0	63	5	16
4	33	0,9159	57,68	4	20
3	40	8	72	3	24
2	46	7	77	2	28
1	53	6	82	1	32
0	60	5	86	0	36
0,9549	36,66	4	91	0,8759	74,40
8	73	3	95	8	43
7	80	2	58,00	7	47
6	86	1	04	6	51
5	93	0	09	5	55
4	37,00	0,9149	58,13	4	59
3	07	8	18	3	63
2	13	7	23	2	66
1	20	6	27	1	70
0	27	5	32	0	74
0,9539	37,34	4	36	0,8749	74,78
8	40	3	41	8	82
7	47	2	45	7	86
6	53	1	50	6	89
5	60	0	55	5	93
4	66	0,9139	58,59	4	97
3	73	8	64	3	75,01
2	79	7	68	2	05
1	86	6	73	1	09
0	92	5	77	0	12
0,9529	37,99	4	82	0,8739	75,16
8	38,06	3	86	8	20
7	12	2	91	7	24
6	19	1	95	6	28
5	25	0	59,00	5	31
4	32	0,9129	59,04	4	35

Окончание приложения 2

1	2	3	4	5	6
3	38	8	09	3	39
2	45	7	13	2	43
1	51	6	18	1	47
0	58	5	22	0	50
0,9519	38,64	4	27	0,8729	75,54
8	70	3	31	8	58
7	76	2	36	7	62
6	83	1	40	6	66
5	89	0	45	5	69
4	95	0,9119	59,49	4	73
3	39,02	8	54	3	77
2	08	7	58	2	81
1	14	6	63	1	84
0	21	5	67	0	88
0,9509	39,27	4	72	0,8719	75,92
8	33	3	76	8	96

Температура, °C	Плотность						
	от 0,9980 до 0,9940	от 0,9939 до 0,9890	от 0,9889 до 0,9850	от 0,9849 до 0,9810	от 0,9809 до 0,9770	от 0,9769 до 0,9730	от 0,9729 до 0,9690
	От найденной величины плотности отнять						
10	0,0015	0,0016	0,0018	0,0021	0,0024	0,0028	0,0031
11	0,0014	0,0015	0,0017	0,0019	0,0022	0,0026	0,0028
12	0,0013	0,0014	0,0015	0,0017	0,0020	0,0024	0,0026
13	0,0012	0,0013	0,0014	0,0016	0,0018	0,0020	0,0023
14	0,0010	0,0011	0,0012	0,0014	0,0016	0,0018	0,0020
15	0,0009	0,0010	0,0011	0,0012	0,0014	0,0016	0,0017
16	0,0007	0,0008	0,0009	0,0010	0,0011	0,0013	0,0014
17	0,0005	0,0006	0,0007	0,0008	0,0009	0,0010	0,0011
18	0,0004	0,0004	0,0005	0,0005	0,0006	0,0006	0,0007
19	0,0002	0,0002	0,0002	0,0003	0,0003	0,0003	0,0004
	К найденной величине плотности прибавить						
21	0,0002	0,0002	0,0002	0,0003	0,0003	0,0003	0,0004
22	0,0004	0,0004	0,0005	0,0005	0,0006	0,0006	0,0007
23	0,0006	0,0006	0,0007	0,0008	0,0009	0,0010	0,0011
24	0,0009	0,0009	0,0010	0,0011	0,0012	0,0014	0,0015
25	0,0011	0,0012	0,0013	0,0014	0,0016	0,0018	0,0019
26	0,0014	0,0015	0,0016	0,0017	0,0019	0,0021	0,0023
27	0,0017	0,0018	0,0019	0,0020	0,0022	0,0025	0,0028
28	0,0020	0,0021	0,0022	0,0023	0,0026	0,0029	0,0032
29	0,0023	0,0024	0,0025	0,0026	0,0030	0,0033	0,0036
30	0,0026	0,0027	0,0028	0,0030	0,0034	0,0037	0,0040

ОСНОВНОЙ ТЕРМИНОЛОГИЧЕСКИЙ СЛОВАРЬ

Стандарт – важнейший государственный документ в процессе производства и реализации промышленной продукции, имеет четкое и краткое изложение. Недвусмысленность определений и формулировок стандарта устраняет строгие границы действия предусмотренных в нем параметров, выполнение которых обеспечивает высокое качество продукции.

Под качеством продукции понимается совокупность свойств продукции, обуславливающих ее пригодность удовлетворять определенные потребности в соответствии с ее назначением.

Приемочный контроль – это проверка качества продукции, осуществляемая по окончании производственного процесса и при передаче продукции от поставщика к потребителю, либо по окончании отдельных этапов технологического процесса и при передаче полуфабриката одним производственным участком другому.

Однородная партия – определенное количество консервированных пищевых продуктов одного вида и сорта, в таре одного типа и размера, одной даты и смены выработки, изготовленное одним предприятием, предназначенное к одновременной сдаче, приемке, осмотру и качественной оценке.

Выборка – это определенное количество консервированных пищевых продуктов, отбираемое за один прием от каждой единицы упаковки ящика, клетки, бочки или штабеля неупакованной продукции, для составления исходного образца.

Исходным образцом называют совокупность отдельных выборок, отобранных от однородной партии.

Средний образец – это часть исходного образца, выделенная для проведения лабораторных испытаний.

Объединенная проба – совокупность точечных (мгновенных) проб.

Точечная (мгновенная) проба – количество продукции, отобранное из одного места за один прием от продукции данной партии, необходимое для составления объединенной пробы.

Проба – это часть среднего образца, подготовленная соответствующим образом для проведения лабораторных испытаний.

Навеской называется часть пробы, предназначенная для определения отдельных показателей качества консервированных пищевых продуктов.

Сухими веществами, или сухим остатком называются вещества, которые остаются после удаления влаги из исследуемого продукта.

Пикнометр – стеклянный тонкостенный сосуд, определенной вместимости и различной формы

Рефрактометр – прибор, служащий для измерения показателя преломления.

Рефракция света – явление преломления лучей, заключается в том, что пучок параллельных лучей, направленный наклонно к плоскости раздела двух сред, переходя из одной среды в другую, изменяет угол наклона. Для тел, в которых направление распространения света не влияет на его скорость (газы, жидкости и некоторые кристаллы), отношение синуса угла падения α к синусу угла преломления n является величиной постоянной (при постоянном давлении и температуре). Эта постоянная для каждой температуры величина называется **показателем или коэффициентом преломления**.

Кислотностью называется количество щелочи (0,1 н. раствора NaOH), пошедшего на титрование

Активная кислотность – это концентрация водородных ионов, выраженная десятичным логарифмом, взятым с обратным знаком, и обозначается символом pH: $pH = -\lg(H^+)$.

Объемная доля – это количество этилового спирта (cm^3), содержащегося в $100 cm^3$. Эта величина измеряется при температуре $20^\circ C$ и обозначается в процентах. Объемная доля спирта в винах различных типов варьирует от 9 до 20% об.

Редуцирующие сахара – это сумма всех сахаров (глюкоза, фруктоза, мальтоза, лактоза), восстанавливающих щелочной раствор меди или других поливалентных металлов. Количество редуцирующих сахаров выражается в инвертном сахаре.

Нередуцирующие сахара – это сахароза.

Инвертный сахар – сахарный сироп, раствор, состоящий из равных молярных долей глюкозы и фруктозы.

Общий сахар – сумма всех сахаров, полученных в результате инверсии исследуемого раствора, содержащего редуцирующие сахара и сахарозу, и восстанавливающих щелочной раствор меди или других поливалентных металлов.

Сахароза – это дисахарид, состоящий из глюкозы и фруктозы.

Фелингову жидкость готовят, смешивая одинаковые объемы растворов №1 ($CuSO_4$ – медный купорос) и №2 (щелочной раствор сегнетовой соли – виннокислый калий-натрий), причем в зависимости от способа берут растворы различных концентраций.

Основой пектиновых веществ является полигалактуроновая кислота. **Пектиновыми кислотами** называются высокомолекулярные полигалактуроновые кислоты, у которых часть карбоксильных групп (-CO-) этерифицирована метиловым спиртом (-CO-O- CH_3).

Протопектин – нерастворимое в воде производное пектиновых веществ, при осторожном гидролизе дает водорастворимый пектин.

Крахмал – полимер глюкозы, состоящий из двух полисахаридов, отличающихся по строению и свойствам – линейного полисахарида амилозы и «ветвистого» амилопектина.

Поляриметр – прибор для определения оптической активности исследуемых растворов. По данным поляриметра рассчитывают крахмалистость.

Оптическая активность – это способность вращать на некоторый угол α плоскость поляризации. Угол вращения этой плоскости может быть правым (против часовой стрелки) или левым (по ходу часовой стрелки). При определенных условиях опыта величина отношения угла вращения α к плотности (или концентрации), обозначаемой знаком $[\alpha]_D$, есть величина постоянная и характерная для каждого оптически активного вещества.

Консерванты – это химические вещества, которые не должны содержать посторонних, вредных для здоровья примесей, при этом обеспечивают сохранение консервированной продукции.

Йодным числом называется число граммов йода, которое реагирует со 100 г масла.

Числом омыления называется число миллиграммов 0,5 н. раствора едкого калия, необходимое для омыления глицеридов и нейтрализации жирных кислот, входящих в состав масла.

Цветным числом называется число граммов свободного йода, содержащегося в 100 мл водного раствора йода в йодистом калии,

одинакового цвета с испытуемым маслом, при высоте столба последнего раствора 1 см.

«Сырой» золой называется остаток, получаемый при сжигании навесок корма в муфельных печах, обычно при температуре 550 °С.

«Сырым» жиром называется общий экстракт, полученный органическими растворителями из корма нейтральных жиров, воскообразных веществ, фосфатидов, альдегидов, кетонов, сернистых соединений, органических кислот, смол, красящих и других веществ.

Клетчатка является основным веществом клеточных стенок растений.

Лигнин – сложное высокомолекулярное соединение, входящее наряду с целлюлозой и гемицеллюлозами в состав древесины.

Газообразующая способность муки – это способность данной муки, данного теста образовывать определенное количество CO₂ (углекислого газа), разрыхляющего тесто и придающего пористость мякишу хлеба.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. ГОСТ 31640-2012. Корма. Методы определения содержания сухого вещества. – М.: Стандартиформ, 2020. – 8 с.
2. ГОСТ ISO 2173-2013. Продукты переработки фруктов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ. – М.: Стандартиформ, 2014. – 8 с.
3. ГОСТ ISO 750-2013. Продукты переработки фруктов и овощей. Определение титруемой кислотности. – М.: Стандартиформ, 2019. – 6 с.
4. ГОСТ 26186-84. Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясо-растительные. Методы определения хлоридов. – М.: Стандартиформ, 2010. – 10 с.
5. ГОСТ 9957-2015. Мясо и мясные продукты. Методы определения содержания хлористого натрия. – М.: Стандартиформ, 2016. – 9 с.
6. ГОСТ 8756.13-87. Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения сахаров. – М.: Стандартиформ, 2010. – 10 с.
7. ГОСТ Р 54607.6 – 2015. Услуги общественного питания. Методы лабораторного контроля продукции общественного питания. Часть 6 - Методы определения сахара. – М.: Стандартиформ, 2020. – 28 с.
8. ГОСТ 24556-89. Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения витамина С. – М.: ИПК Изд-во Стандартов, 2003. – 10 с.
9. ГОСТ 32190-2013. Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб. – М.: Стандартиформ, 2014. – 16 с.
10. ГОСТ 5472-50. Масла растительные. Определение запаха, цвета и прозрачности. – М.: Стандартиформ, 2015. – 4 с.
11. ГОСТ 5475-69. Масла растительные. Методы определения йодного числа. – М.: Стандартиформ, 2015. – 6 с.
12. ГОСТ 31933-2012. Масла растительные Методы определения кислотного числа. – М.: Стандартиформ, 2019. – 11 с.

13. ГОСТ 26929-94. Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов. - М.: Стандартинформ, 2010. – 9 с.
14. ГОСТ 32933-2014. Корма, комбикорма. Метод определения сырой золы. - М.: Стандартинформ, 2020. – 8 с.
15. ГОСТ 13496.4-2019. Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина. – М.: Стандартинформ, 2019. – 16 с.
16. ГОСТ 13496.15-2016. Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения массовой доли жира. – М.: Стандартинформ, 2020. – 9 с.
17. ГОСТ 8756.21-89. Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения жира. - М.: Стандартинформ, 2010. – 6 с.
18. Антипова, Л.В. Методы исследования мяса и мясных продуктов: учебник для ВУЗов / Л.В. Антипова, И.А. Глотова, И.А. Рогов. – М.: КолосС, 2004. - 571 с.
19. Антипова, Л. В. Технология и оборудование производства колбас и полуфабрикатов [Текст] : учебное пособие для бакалавров / Л. В. Антипова, И. Н. Толпыгина, А. А. Калачев. - СПб. : ГИОРД, 2013. - 600 с.
20. Ермаков, А.И. Методы биохимического исследования растений / А.И. Ермаков, В.В. Арасимович, Н.П. Яром. – Л.: Агропромиздат, 1987. – 430 с.
21. Иванова, Л.А., Войно Л.И., Иванова И.С. Пищевая биотехнология. Книга 2. – Переработка растительного сырья. / Л.А. Иванова, Л.И. Войно, И.С. Иванова. Под ред. И.М. Грачевой. – М.: КолосС, 2008. – 472 с.
22. Кичигин, В.Л. Технология и технохимический контроль производства растительных масел / В.Л. Кичигин. – М.: Пищевая промышленность, 1976.
23. Личко, Н.М. Технология переработки продукции растениеводства. Учебник для ВУЗов. / Н.М. Личко. – М.: КолосС, 2008. – 616 с.
24. Миколайчик, И.Н. Технохимический контроль сельскохозяйственного сырья и продуктов переработки: учебное пособие / И.Н. Миколайчик, Л.А. Морозова, Н.А. Субботина. – Санкт-Петербург.: Лань, 2019. – 284 с. – ISBN 978-5-8114-3705-4. – Текст : электронный // Лань : электронно-библиотечная система. – URL: <https://e.lanbook.com/book/123681>
25. Мхитарьянц, Л.А. Лабораторный практикум по технологии отрасли (производство растительных масел) /Л.А. Мхитарьянц, Е.П. Корнева, Е.В. Мортавшук. Под ред. проф. Е.П. Корневой. – СПб.: ГИОРД, 2013. – 224 с. (e.lanbook.com).
26. Методы технохимического контроля в виноделии. / Под ред. В.Г. Гержиковой. - Симферополь.: «Таврида», 2002. – 260 с.
27. Пономарев, В.Ф. Основы виноделия / В.Ф. Пономарев. - М.: Мир, 2003. – 312 с.
28. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009 - .Ч. 1.: Продукты растительного происхождения /В.В. Шевченко. - 2009. - 304 с.
29. Шевченко, В.В. Измерительные методы контроля показателей качества и безопасности продуктов питания: в 2-х ч. / В.В. Шевченко [и др.]. - СПб.: Троицкий мост, 2009 - .Ч. 2.: Продукты животного происхождения / В.В. Шевченко. - 2009. - 200 с.

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие	3
Правила безопасности работы в лабораториях	5
Лабораторная работа № 1	
Определение массовой доли сухих веществ в плодах и овощах	11
Лабораторная работа № 2	
Определение содержания растворимых сухих веществ рефрактометром	14
Лабораторная работа № 3	
Оценка качества растительного масла	17
Лабораторная работа № 4	
Определение титруемой кислотности сырья, консервов методом визуального титрования	26
Лабораторная работа № 5	
Определение летучих кислот в концентрированных томатопродуктах, маринадах, мясном фарше методом отгонки с водяным паром	30
Лабораторная работа № 6	
Определение массовой доли поваренной соли в консервах аргентометрическим или меркурометрическим методом	34
Лабораторная работа № 7	
Определение содержания сахаров цианидным методом	39
Лабораторная работа № 8	
Определение общего количества пектиновых веществ	52
Лабораторная работа № 9	
Определение содержания аскорбиновой кислоты в плодах и овощах, консервах	60
Лабораторная работа № 10	
Определение содержания крахмала поляриметрическим методом (по Эверсу)	67
Лабораторная работа № 11	
Определение спирта в соках и полуфабрикатах, в вине и пиве	70

Лабораторная работа № 12

Определение минеральных примесей. Определение содержания «сырой» золы. Сухое озоление корма

74

Лабораторная работа № 13

Определение содержания азотистых веществ

80

Лабораторная работа № 14

Определение содержания «сырого» жира

89

ПРИЛОЖЕНИЯ

93

ОСНОВНОЙ ТЕРМИНОЛОГИЧЕСКИЙ СЛОВАРЬ

111

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

115

И.А. Шабанова, И.А. Битиева,
В.Б. Цугкиева

ТЕХНОХИМИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОГО СЫРЬЯ
И ПРОДУКТОВ ПЕРЕРАБОТКИ

Методические указания
по выполнению лабораторных работ
для подготовки студентов, обучающихся
по направлению 35.03.07 Технология производства
и переработки сельскохозяйственной продукции

Лицензия: ЛР. № 020574 от 6 мая 1998 г.

Подписано в печать 23.01.2025 г. Бумага писчая. Печать трафаретная.
Бумага 60x84 1/16. Усл. печ. л. 7,5. Тираж 15. Заказ 11.

362040, Владикавказ, ул. Кирова, 37.
Типография ФГБОУ ВО Горский ГАУ