

**ДУБРОВИНА О.А., ЗУБКОВА Т.В.,
ЗАХАРОВ В.Л.**

**СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ОЦЕНКИ
КАЧЕСТВА И ИДЕНТИФИКАЦИИ
СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОГО СЫРЬЯ И
ПРОДОВОЛЬСТВИЯ**

Учебное пособие



Елец - 2024

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ЕЛЕЦКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. И.А. БУНИНА»

Учебное пособие

**СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА И
ИДЕНТИФИКАЦИИ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННОГО СЫРЬЯ И
ПРОДОВОЛЬСТВИЯ**

ЕЛЕЦ – 2024

Учебное пособие подготовили к изданию:

Дубровина Ольга Алексеевна - доцент кафедры агротехнологий, хранения и переработки сельскохозяйственной продукции, кандидат биологических наук;

Зубкова Татьяна Владимировна - профессор кафедры агротехнологий, хранения и переработки сельскохозяйственной продукции, кандидат сельскохозяйственных наук;

Захаров Вячеслав Леонидович - профессор кафедры агротехнологий, хранения и переработки сельскохозяйственной продукции доктор сельскохозяйственных наук.

Рецензенты:

Виноградов Д.В. - профессор, доктор биологических наук, заведующий кафедрой агрономии, агрохимии и защиты растений Рязанского государственного агротехнологического университета им. П.А. Костычева;

Максимов И.В. - доцент, кандидат сельскохозяйственных наук, доцент кафедры технологии хранения и переработки сельскохозяйственной продукции Воронежского государственного аграрного университета имени императора Петра I.

Дубровина О.А.

Современные методы оценки качества и идентификации сельскохозяйственного сырья и продовольствия: учебное пособие / О.А. Дубровина, Т.В. Зубкова, В.Л. Захаров. – Елец: ЕГУ им. И.А. Бунина, 2024. – 80 с.

В учебном пособии представлены методические указания по проведению лабораторных работ в рамках дисциплины «Современные методы оценки качества и идентификации сельскохозяйственного сырья и продовольствия». В учебном пособии представлены разделы по изучению свойств пищевой продукции, приведены инструментальные, физико-химические и органолептические методы исследования состава и свойств пищевого сырья и продуктов. Рассмотрены методы исследования влажности, липидов, углеводов, микроэлементов и витаминов (показатели качества муки, хлеба, молока и молочнокислых продуктов, колбас, витаминов, нитратов, сахаров в плодоовощной продукции, определение качества спиртосодержащих продуктов).

Учебное пособие предназначено для преподавателей и студентов направления подготовки 35.03.07 технология производства и переработки сельскохозяйственной продукции

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	6
ТЕМА 1. ПРИМЕНЕНИЕ СЕНСОРНОГО АНАЛИЗА В ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ.....	9
Лабораторная работа №1. Определение органолептических показателей творога.....	12
ТЕМА 2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ И ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОДЫ В КОНТРОЛЕ КАЧЕСТВА ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ И ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ.....	14
Лабораторная работа №2. Гравиметрический метод определения влажности в пищевом сырье и продуктах питания.....	16
Лабораторная работа №3. Определения зольности в пищевом сырье и продуктах питания методом сухого озоления.....	18
Лабораторная работа №4. Определение растительного жира в пищевом сырье методом экстракции.....	20
Лабораторная работа №5. Определение кислотности молока титриметрическим методом.....	22
Лабораторная работа №6. Определение витамина С (аскорбиновая кислота) титриметрическим методом.....	25
ТЕМА 3. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА.....	
3.1 Потенциометрия.....	29
Лабораторная работа №7. Ионметрическое определение нитратов в плодоовощной продукции.....	38
Лабораторная работа №8. Измерение рН различных напитков.....	41
ТЕМА 4. ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА.....	45
4.1 Рефрактометрический метод.....	46
Лабораторная работа №9. Определение сахара в фруктовом соке рефрактометрическим методом.....	46
Лабораторная работа №10. Определение сахарозы в сладких творожных продуктах рефрактометрическим методом.....	48
4.2 Колориметрические методы	50
Лабораторная работа №11. Определение содержания нитрит-ионов в вареных колбасных изделиях с использованием визуальной колориметрической шкалы.....	53
Лабораторная работа №12. Определение каротина в плодоовощной продукции фотоколориметрическим методом.....	56
Лабораторная работа №13. Определение содержания бетаина в столовой свекле спектрофотометрическим методом.....	59
Лабораторная работа №14. Определение содержания меди и цинка в плодах томата и листьях салата атомно-абсорбционным методом.....	61
ТЕМА 5. ЭКСПРЕСС - МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА ПРОДУКТОВ.....	69

Лабораторная работа №15. Определение процентного содержания жира, сухого обезжиренного остатка (сомо) и плотности в пробах молока с помощью ультразвукового анализатора качества молока «Лактан 1-4».....	69
Лабораторная работа №16. Определение качества спиртосодержащих напитков с помощью ультразвукового анализатора «Колос-2».....	73
РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА.....	77

ВВЕДЕНИЕ

Безопасность и качество пищевых продуктов - это крайне важные аспекты, которые защищают здоровье и благополучие потребителей.

Под безопасностью продовольственного сырья и продуктов питания следует понимать отсутствие опасности для здоровья человека при их употреблении, как с точки зрения острого негативного воздействия (пищевые отравления и пищевые инфекции), так и с точки зрения опасности отдалённых последствий (канцерогенное, мутагенное и тератогенное действие). Иными словами, безопасными можно считать продукты питания, не оказывающие вредного, неблагоприятного воздействия на здоровье настоящего и будущих поколений.

Качество сырья или пищевых продуктов – это совокупность свойств, подтверждающих их дальнейшую переработку или употребление в пищу.

Качество выпускаемых продуктов зависит от состава и свойства сырья, рецептуры, условий технологических процессов производства и хранения, качества используемого оборудования и упаковки.

Мониторингом качества и безопасности пищевых продуктов занимаются различные национальные и международные организации.

В Российской Федерации мониторингом качества и безопасности пищевых продуктов, а также анализом их влияния на здоровье населения занимается Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека – Роспотребнадзор.

Основными международными организациями, сотрудничающими с Россией в области безопасности пищевых продуктов, являются:

Всемирная организация здравоохранения (ВОЗ) - осуществляет международный надзор в сфере общественного здравоохранения.

Всемирная торговая организация (ВТО) - рассматривает вопросы, связанные с применением в пищевом производстве химических веществ, антибиотиков, гормонов и современной биотехнологии, а также роль международно-правовых стандартов в области безопасности пищевых продуктов.

В результате растущего уровня производства продуктов питания требуется тестировать все большее количество сырья и пищевых продуктов, на соответствие их безопасности и качества. Тестирование качества и безопасности пищевых продуктов на соблюдение санитарно-гигиенических требований и экологической безопасности является важной областью, где точные результаты анализа имеют решающее значение, как для потребителей и производителей, так и для экспортеров, импортеров и государственных органов. Решение всех перечисленных вопросов требует знания методов исследования пищевого сырья и готовых продуктов, умения количественно определять их присутствие на низких уровнях с большей точностью и за меньшее время.

Основные методы исследования пищевого сырья и продуктов классифицируют:

химические методы: позволяют определять химический состав и свойства пищевых продуктов, таких как содержание белков, жиров, углеводов, витаминов, минеральных веществ и т.д.;

физико-химические методы: используются для изучения физических свойств пищевых продуктов, например, температуры плавления и кристаллизации, коэффициента преломления света, механической прочности, вязкости, липкости и др.;

биохимические методы: применяются для исследования биохимических процессов, происходящих в пищевых продуктах при хранении и переработке, таких как гидролиз, автолиз и др.;

органолептические методы: основаны на оценке качества продуктов с органами чувств (зрение, обоняние, вкус, осязание);

измерительные методы: предполагают использование различных приборов и инструментов для количественной оценки свойств пищевых продуктов (масса, размер, оптическая плотность, состав, структура) и др.;

регистрационные методы: основаны на фиксации и учете различных показателей, например, температуры, влажности, времени и т.д.;

социологические методы: включают опросы, анкетирование, дегустации для оценки качества и потребительских свойств пищевых продуктов;

экспертные методы: предполагают привлечение высококвалифицированных специалистов для оценки качества продукции. Такие методы широко используют для оценки уровня качества (в баллах) при установлении номенклатуры показателей, учитываемых на различных стадиях управления, при определении обобщённых показателей на основе совокупности единичных и комплексных показателей качества, а также при аттестации качества продукции. Экспертные методы оценки качества продукции применяются при невозможности или нецелесообразности по конкретным условиям оценки использовать расчётные или измерительные методы. Их используют самостоятельно или в сочетании с другими методами при оценке нормативно-технической документации на продукцию и качество продукции, при выборе наилучших решений, реализуемых в управлении качеством продукции, а также для: классификации оцениваемой продукции и потребителей; определения номенклатуры и коэффициентов весомости показателей качества; выбора базовых образцов и определения значений базовых показателей; измерения и оценки показателей с помощью органов чувств; оценки единичных показателей, значения которых определены расчётным или измерительным методом; определения комплексных показателей качества и в других случаях.

К основным физико-химическим методам, применяемым для контроля качества пищевого сырья и продуктов питания относятся: рефрактометрия; титриметрия (кислотно-основное, окислительно-восстановительное, комплексо-метрическое титрование); спектральные методы (колориметрия, флуориметрия, фотоколориметрия); спектроскопические методы (атомно-абсорбционная, атомно - эмиссионная, ИК-спектроскопия).

Физико-химические методы исследования свойств пищевых продуктов включают в себя аналитические методы широкого спектра, которые позволяют всесторонне определять состав, структуру и свойства пищевого сырья и готовых продуктов, что имеет важное значение для контроля их качества и безопасности.

В частности, гравиметрический метод является одним из основных и надежных методов определения влажности, зольности, жира, клетчатки в пищевых продуктах и сырье.

Титриметрические методы основаны на точном определении объемов растворов чувствительных веществ и применяются для определения кислотности, содержания витаминов, консервантов и минеральных веществ в пищевых продуктах.

Колориметрические методы применяются для определения содержания веществ в пищевых продуктах по принципу света, например, для измерения содержания аммиака, нитратов, нитритов и других соединений.

Спектрометрические методы, включая ИК-спектроскопию, УФ-спектроскопию и атомно-абсорбционную спектроскопию, используются для определения химического состава и структуры продукции.

Хроматографические методы, такие как газовая и жидкостная хроматография, позволяют проводить анализ состава и свойств пищевых продуктов, в том числе определять содержание различных органических и неорганических веществ.

ТЕМА 1. ПРИМЕНЕНИЕ СЕНСОРНОГО АНАЛИЗА В ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Сенсорный анализ («sensus» - ощущение, чувство) один из важнейших методов оценки, традиционно играющий важную роль, как при разработке пищевых продуктов, так и для контроля качества готовой продукции. Сенсорный анализ – это исследование продукции посредством оценки органов чувств (органолептическими признаками), такими как зрение, обоняние, вкус, осязание, слух.

Зрение (визуальный метод) - оценка внешнего вида, цвета, формы, консистенции продукта.

Обоняние (обонятельный метод) - определение запаха и аромата.

Вкус (вкусовой метод) - оценка вкусовых ощущений.

Осязание (осязательный метод) - определение консистенции, структуры, плотности продукта.

Слух (аудиометод) - оценка хруста, звука при разжевывании.

К основным методам органолептического (сенсорного) анализа относятся: преобразующие и описательные методы.

Преобразующие методы подразделяются на качественные и количественные методы.

Качественные методы в свою очередь подразделяются на метод парного сравнения, триангулярный метод, дуо-трио, метод стандартного сравнения, А-не-А, ранговый метод.

Количественные методы включают в себя метод индекса разбавлений, метод отсчета очков.

Метод парного сравнения в органолептическом анализе - это один из методов, который используется для определения определённого показателя между двумя образцами продукта. Суть метода заключается в том, что дегустатор оценивает два образца и определяет, в чем состоит различие между ними по заданному признаку. Дегустатор должен выбрать, какой из двух образцов обладает более выраженным селективным свойством. Метод парного сравнения позволяет обнаружить различия между образцами, но не дает количественной оценки. Он широко применяется для оценки качества пищевых продуктов, таких как вина, сыры, кондитерские изделия и т. д.

Метод парного сравнения в органолептическом анализе включает следующие основные этапы:

1. Подготовка образца для сравнения. Два образца продукта должны быть представлены в одинаковых условиях (температура, упаковка и т. д.).

2. Определение свойства. Определяется, по какому свойству (внешний вид, запах, вкус и т. д.) будет проводиться сравнение.

3. Сравнение. Дегустатору последовательно предъявляют пары образцов и просят определить, какой из них обладает более выраженным предполагаемым свойством.

4. Результат. Выявление предпочтительного образца по заданному критерию.

Триангулярный (треугольный) метод в органолептическом анализе - это метод, который используется для определения между тремя образцами продукта. Суть метода заключается в том, что дегустатору готовятся три закодированных образца. Задача дегустатора – определить различие между образцами. Преимущество триангулярного метода заключается в том, что он более чувствителен к различиям между выборками при сравнении с методом парного сравнения. Однако он требует большего количества образцов и внимания дегустаторов. Триангулярный метод в органолептическом анализе хорошо подходит для оценки восприятия вкуса, аромата и других свойств различных пищевых продуктов, таких как: вино и другие алкогольные напитки, сыры, кондитерские изделия, безалкогольные напитки, молочные и мясные продукты.

Дуо-трио - это метод органолептического (сенсорного) анализа, который используется для определения двух образцов продукта. Суть метода заключается в следующем: дегустатору предоставляют три закодированных образца, два из которых едины, а третий отличается. Задача дегустатора — выявить такой образец. Преимущество дуо-трио заключается в том, что он более чувствителен к различиям между парами, однако требует большего количества образцов и большего внимания дегустаторов.

Метод стандартного сравнения в органолептическом анализе - это метод, который используется для определения значения между образцом продукта и стандартным образцом. Суть метода заключается в том, что дегустатору предлагают образец продукта и один или несколько стандартных образцов. Задача дегустатора - определить, в чем заключаются различия между образцом и стандартом по заданному признаку. Дегустатор должен выбрать, какой из образцов обладает более выраженным отличительным свойством. Он широко применяется для оценки качества различных пищевых продуктов. Преимущество метода стандартного сравнения заключается в том, что он позволяет сравнивать образец с эталонным стандартом. Однако он требует стандартного образца и большей концентрации внимания дегустаторов.

Метод А-не-А в органолептическом анализе — это метод, который используется между двумя образцами продуктов. Суть метода заключается в том, что дегустатору используются закодированные образцы, один из двух идентичен контрольному образцу (А), а второй отличается от него (не-А). Задача дегустатора - определить, какой из двух образцов идентичен контрольному (А). Преимущество метода А-не-А заключается в том, что он позволяет сравнивать созданный продукт с контрольным эталоном. Однако он требует внутреннего контрольного образца и большего внимания со стороны дегустаторов. К недостаткам метода относятся сложность в интерпретации результатов и возможность ошибок, связанных с запоминанием контрольного образца.

Ранговый метод в органолептическом анализе - это один из методов, который используется для расположения ряда образцов продукта в упорядоченной последовательности по интенсивности какого-либо признака. Суть метода заключается в следующем: дегустатору предлагается несколько

образцов продукта, которые он должен располагать в порядке возрастания или убывания интенсивности определенного свойства (например, сладости, горечи, аромата и т. д.). Каждому образцу присваивается ранг(балл) в соответствии с его местом в ряду. Преимущество рангового метода заключается в простоте и наглядности.

Метод индекса разбавлений - это один из количественно-различительных методов органолептического (сенсорного) анализа, который используется для определения интенсивности запаха, вкуса и окраски пищевых продуктов. Суть метода заключается в следующем: жидкие продукты подвергаются разбавлению водой до тех пор, пока содержащиеся свойства (запах, вкус, окраска) полностью не исчезнут. Определяется максимальное разбавление, при котором еще ощущаются ограничивающие свойства. Это значение и называется индексом разбавления. Чем выше значение индекса разбавления, тем более интенсивными являются запах, вкус и окраска продукта. Таким образом, метод индекса разбавлений позволяет дать количественную оценку интенсивности сенсорных характеристик пищевых продуктов. Он широко применяется для оценки качества различных жидких продуктов, таких как вино, соки, молоко и т.

Метод подсчета очков (scoring) - это один из количественных методов органолептического (сенсорного) анализа. Суть метода заключается в следующем: дегустатору предлагается оценить образцы продукта по заранее определенным критериям (дескрипторам) с использованием балльной шкалы. Итоговая оценка рассчитывается по мере увеличения количества баллов по каждому критерию. Таким образом, метод отсчета очков позволяет количественно оценить качество товаров. Это дает возможность изучить корреляцию между органолептическими методами и объективными параметрами, измеряемыми инструментальными методами. Метод отсчета очков широко применяется для оценки качества различных пищевых продуктов, таких как вина, молочно - кислая продукция, кондитерские изделия и т. д. Он позволяет получить более объективные и воспроизводимые результаты по сравнению с другими органолептическими методами.

Описательные методы органолептического анализа используются для качественной и количественной оценки свойств продукта с помощью профессиональных дегустаторов. Они включают качественную описательную оценку и количественный описательный анализ. Качественная описательная оценка должна соответствовать следующим критериям:

- оценка каждого свойства продукта с использованием перечных качественных характеристик (дескрипторов);
- использование точной терминологии, не допускающей разночтений;
- описание профиля продукта с использованием заранее выбранных дескрипторов.

Количественный описательный анализ строится по следующим показателям:

- количественная оценка интенсивности каждого показателя по балльной шкале;

-построение графического анализа для визуализации результатов представления.

Описательные методы позволяют детально охарактеризовать органолептические свойства продукции, выявить различия между образцами, установить корреляцию с инструментальными измерениями. Они требуют предварительного обучения дегустаторов и стандартизации терминологии

Сенсорный (органолептический) анализ может использоваться как дополнение к физико-химическим анализам для подтверждения качества и проверки продукции на отсутствие дефектов, оценки соответствия установленным требованиям, а также для понимания предпочтений потребителей.

Требования, которым должны соответствовать органические свойства продукции, устанавливаются в нормативной и технической документации (НТД) на ее производство. Органолептические свойства пищевой продукции не должны ухудшаться при ее хранении, транспортировке и в процессе реализации.

Лабораторная работа №1

Определение органолептических показателей творога

Творог - это молочный продукт, относящийся к категории мягких сыров. Качество творога должно соответствовать требованиям ГОСТ 31453-2013 «Творог. Технические условия». Согласно общим правилам органолептические свойства творога включают: цвет; запах; консистенцию; вкус. У доброкачественного творога консистенция должна быть мягкой, нежной, без комочков и крупинок. Вкус должен быть чистым, кисломолочным, без посторонних привкусов. Аромат должен быть свойственный свежему твороженному сгустку.

Органолептическая оценка позволяет определить качество творога, выявить дефекты и определить соответствие требованиям стандарта.

Цель работы. Определить органолептические показатели качества творога, установленных государственными стандартами на данный вид продукции, различных производителей

Ход работы:

Для дегустации продукта, взять подготовленные образцы, на белых пластиковых тарелках с кодом. После каждого продегустированного образца прополоскать рот. Для оценки продукта использовать 5-балльную гедонистическую шкалу (5 = нравится очень, 4 = нравится умеренно, 3 = нравится средне, 2 = не нравится умеренно и 1 = не нравится).

На основании сопоставления полученных (фактических) данных с требованиями стандартов (нормативных значений) сформулировать и зафиксировать выводы о качестве представленных образцов по образцу таблицы 1.

Таблица 1.

Органолептические показатели творога

№ п/п	Образец	Цвет	Запах	Консистенция	Вкус	Дегустационный балл

Итоговая оценка рассчитывается как среднее арифметическое баллы по всем показателям. По сумме баллов сделать вывод о качестве продукта

Контрольные вопросы

1. Чем отличается преобразующие органолептические методы от описательных методов?
2. Чем отличается качественный органолептический метод от количественного?
3. Какие свойства оценивает визуальный метод?
4. В чем отличие триангулярного органолептического метода от стандартного метода?
5. В чем состоит суть метода индекса разбавлений?
6. По какой гедонистической шкале производится органолептическая оценка качества пищевых продуктов?
7. Какие дефекты творога могут быть в соответствии с ГОСТ 31453-2013 «Творог. Технические условия».
8. Какие параметры органолептической оценки наиболее важны для качества творога?
9. Какие параметры органолептической оценки могут изменяться при изменении условий хранения творога?
10. Где применяется метод подсчета очков?

ТЕМА 2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ И ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОДЫ В КОНТРОЛЕ КАЧЕСТВА ПИЩЕВОГО СЫРЬЯ И ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ

Титриметрический метод относится к физико-химическим методам анализа пищевых продуктов. Титриметрический метод отличается простотой, доступностью и высокой степенью точности. Он основан на точном измерении объемов растворов реагирующих веществ, четкость одного из объектов точно известен. Они широко используются в анализе пищевых продуктов для контроля их качества и безопасности.

Титриметрический анализ позволяет определять в пищевых продуктах такие показатели как: кислотность молочных продуктов, соков, вина для оценки свежести и качества муки, хлебобулочных изделий, содержание витаминов, например аскорбиновой кислоты (витамин С) в плодах, овощах, определить концентрацию консерванта (сорбиновой кислоты), содержание минеральных веществ, таких как кальций, магний, железо. Титриметрические методы особенно эффективны для определения веществ, вступающих в быстрые, практически необратимые реакции с титрантом: режим прототипа, окисления-восстановления, комплексообразования. Они придерживаются принципа простоты, доступности и высокого уровня, что делает их широко применяемыми при анализе пищевых продуктов для контроля их качества и безопасности..

Гравиметрический метод анализа - это метод соответствующего химического анализа, основанный на точном измерении массы вещества. Он использует закон сохранения масс веществ, при химических изменениях. Гравиметрический анализ применяется для определения химического состава различных веществ, качества сырья и готовой продукции. Основные виды гравиметрического анализа:

-методы выделения, основанные на выделении выделенного компонента анализируемого вещества и его точном взвешивании;

-методы осаждения, наиболее распространённые методы гравиметрического анализа. Навеску анализируемого вещества растворяют и осаждают определяемый элемент реактивом в виде малорастворимого соединения. Полученные осадки отфильтровывают, промывают, высушивают и взвешивают. Данный метод используется для определения в сырье и продуктах питания - влажности, зольности, жира, клетчатки, растворимых и нерастворимых пищевых волокон в продуктах.

Определение влажности

Гравиметрический метод позволяет точно определять содержание влаги в пищевых продуктах путем высушивания навески до постоянной массы. Это важно для оценки сроков хранения и предотвращения порчи продуктов.

Определение зольности

Зольность характеризует содержание минеральных веществ в продукте. Определение зольности гравиметрическим методом путем прожигания и взвешивания остатка применяют для контроля качества продуктов.

Определение содержания жира

Гравиметрический метод применяют для определения содержания жира в молочных продуктах, мясе, рыбе и других продуктах путем экстракции жира органическими растворами с последующим взвешиванием.

Определение содержания клетчатки

Ферментативно -гравиметрический метод позволяет определять содержание растворимых и нерастворимых пищевых волокон в продуктах. Гравиметрический анализ отличается высокой точностью, но менее экспрессивен по сравнению с титриметрическими методами. Он широко применяется в арбитражных анализах для контроля качества пищевого сырья и продуктов питания.

Основные различия между титриметрическим и гравиметрическим методами анализа:

Метод измерения: Титриметрический метод, основанный на определении объема (или массы) реагента, затраченного на реакцию с определенным веществом, в то время как гравиметрический метод, основанный на точном определении массы вещества.

Точность: Гравиметрические методы считаются более точными, чем титриметрические, но они менее экспрессные (требуют большего времени на проведение анализа).

Применение: Титриметрические методы получили более широкое распространение в промышленности, так как они позволяют проводить быстрый анализ. Гравиметрические методы часто использовались в научных исследованиях.

Виды определяемых веществ: Гравиметрические методы позволяют определять широкий спектр неорганических и определяемых соединений, в то время как титриметрия больше применяется для определения кислотности, содержания витаминов, консервантов и минеральных веществ в пищевых продуктах.

Таким образом, титриметрический и гравиметрический методы анализа являются взаимодополняющими, и выбор конкретного метода зависит от поставленной аналитической задачи.

Лабораторная работа №2

Гравиметрический метод определения влажности в пищевом сырье и продуктах питания

Влажность является показателем качества пищевых продуктов, влияющего на их консистенцию, форму, сроки хранения и устойчивость к порче. Вода в пищевых продуктах может находиться в различных состояниях:

Свободная вода

Свободная вода не связана с другими компонентами продукта и находится в жидком состоянии. Свободная (активная) вода - вода находящаяся на поверхности продукта и в крупных порах. Она доступна для микроорганизмов. Свободную воду также называют активной водой (A_w). Продукты с высокой активностью воды ($A_w = 1,0-0,9$) быстро портятся из-за высокой микробиологической активности. Содержание свободных вод влияет на сроки хранения продукта.

Связанная вода

Связанная вода - вода, адсорбированная на поверхности коллоидных частиц, молекул и ионов. Она прочно удерживается и не замерзает даже при низких температурах. Связанная вода не участвует в растворении веществ и не влияет на пластичные свойства продукта.

Кристаллизационная вода

Кристаллизационная вода входит в состав кристаллической решетки некоторых веществ, например, сахарозы. При нагревании она может отщепляться, что приводит к изменению свойств продукта.

Структурная вода

Структурная вода - вода, входящая в состав белков, жиров, углеводов и других компонентов продукта. Она неотделима от вещества и не проявляет свойства воды.

Содержание воды в пищевых продуктах колеблется от 0,1% в сухих продуктах до 95% в свежих фруктах и овощах. Оптимальное содержание воды необходимо для сохранения качества и безопасности продукции.

Соотношение форм различных вод определяет физико-химические и органолептические свойства пищевых продуктов, их срок годности и химические изменения в процессе хранения.

Гравиметрический метод высушивания позволяет точно определить содержание влаги в продуктах.

Цель работы - определение влажности в пищевых продуктах гравиметрическим методом высушивания до постоянной массы.

Аппаратура, реактивы и материалы:

Аппаратура: шкаф сушильный SNOL 58/350, аналитические весы CE-124-S (с погрешностью не более 0,0001г), эксикатор с осушителем

(прокаленным хлористым кальцием), бюксы с крышками из металла, щипцы тигельные.

Реактивы и материалы: песок кварцевый прокаленный, фильтры обеззоленные вата гигроскопическая, спирт этиловый ректификованный.

Ход работы.

Метод определения влажности включает следующие основные этапы:

1. Взвесить бюксу с крышкой, предварительно высушенную и охлажденную в эксикаторе (m_1).

2. Поместить в бюксу навеску продукта массой 2-5 г, взвешивают с тканью до 0,001 г (m_2).

3. Бюксу с навеской поместить в сушильный шкаф (предварительно разогретый) и высушить при температуре 105°C, до постоянной массы (разница между двумя последовательными взвешиваниями не должен превышать 0,0005 г). Время высушивания зависит от вида продукта и обычно составляет 1-5 часов.

4. После высушивания бюксу с крышкой охладить в эксикаторе и взвесить.

Массовую долю влаги (W%) определяют по формуле:

$$W\% = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m – масса навески испытуемого концентрата, г;

m_1 – масса бюксы с навеской до высушивания; г;

m_2 – масса бюксы с навеской после высушивания.

Результат округляют до первого десятичного знака.

На основании полученных данных сформулировать и зафиксировать выводы о содержании влаги в пищевых продуктах, для оценки их качества и сроков хранения.

Оформление результатов работы

Результаты работы оформляются в виде таблицы

Таблица 2.

№ п/п	Образец	Масса пустого бюкса, г	Масса навески, г	Масса бюксы с навеской до высушивания	Масса бюксы с навеской после высушивания	Влажность, %

Контрольные вопросы

1. В каком состоянии вода может находиться в пищевых продуктах?
2. Какие пищевые продукты требуют наиболее точного определения чувствительности?
3. Какие факторы могут повлиять на точность гравиметрического метода определения влажности?
4. Какие типы пищевого сырья не поддаются гравиметрическому методу определения чувствительности?
5. Какие приборы использовались для гравиметрического определения влажности в пищевой промышленности?
6. Какие преимущества гравиметрического метода определения чувствительности перед другими методами?
7. Какие типы пищевого сырья лучше всего поддающегося гравиметрическому методу определения чувствительности?
8. Какова роль термогравиметрии в определении влажности пищевых продуктов?
9. Какие современные технологии использовались для гравиметрических измерений?
10. Какие продукты содержат в до 95% воды?

Лабораторная работа №3

Определения зольности в пищевом сырье и продуктах питания методом сухого озоления

Определение зольности пищевых продуктов является важнейшим условием их качества. При определении зольности пищевых продуктов гравиметрическим методом в результате горения и прокаливании навески образуются золы, которые представляют собой остатки минеральных веществ. В состав золы входят:

Оксиды металлов, такие как оксиды натрия, калия, магния, железа, меди и др. Они образуются при окислении металлов в процессе прокаливании.

Фосфаты, сульфаты, хлориды и другие соли, устойчивые к высоким температурам.

Кремнезем (SiO_2), который остается от кремнийорганических соединений и силикатов.

Углерод, который не полностью сгорел при недостаточном доступе воздуха.

Качество и количество золы зависит от вида пищевого продукта. Например, в золе мяса и рыбы преобладают фосфаты, в золе злаков - силикаты, в золе овощей и фруктов - карбонаты. Таким образом, зола, образующаяся при

озолении, представляет собой концентрат минеральных веществ, содержащихся в пищевом продукте. Ее состав и количество минеральных веществ являются важными показателями качества продукта.

Цель работы - определение зольности продуктов питания гравиметрическим методом.

Для определения зольности используются следующая аппаратура:

Аппаратура: муфельная печь ПМ-8(обеспечивающая температуру прокаливания 550-600°C), аналитические весы СЕ-124-S (с погрешностью не более 0,0001г), эксикатор с осушителем (прокаленным хлористым кальцием, фарфоровые тигли).

Ход работы.

Метод определения зольности включает следующие основные этапы:

1. Взвешивание тигля, предварительно прокаленного в муфельной печи (m1).
2. Размещение навески продукта массой 2-5 г в тигель и взвешивание.
3. Сжигание. Для удаления органического вещества в продукте, озоление сначала проводится на электрической плите (до окончания выделения дыма), а затем прокаливание в муфельной печи при 550-600°C до постоянной массы.
4. Охлаждение тигля с золой в эксикаторе и взвешивание.

Оформление результатов работы

Результаты работы оформляются в виде таблицы

Таблица 3.

Определение зольности

№ п/п	Образец	Масса пустого тигля, г	Масса навески, г	Масса тигля после озоления, г	Зольность%

Массовую долю золы (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = (m_3 - m_1) / (m_2 - m_1) \times 100\%$$

где m₁ - масса тигля, г;

m₂ - масса тигля с навеской до сжигания, г;

m₃ - масса тигля с золой после прокаливания, г.

Результат округляют до первого десятичного знака.

На основании полученных данных оценить содержание минеральных веществ в пищевых продуктах, сделать вывод о качестве и безопасности продукции.

Контрольные вопросы

1. Какие вещества оцениваются при определении зольности?
2. Что такое бюкс?
3. Для чего используется муфельная печь серии ПМ-8?
4. От чего зависит качество и количество золы?
5. Как правильно проводить озоление?
6. Какие методы определения зольности существуют?
7. Почему важно знать зольность в пищевой промышленности?
8. Как зольность влияет на качество муки?
9. Какие минеральные вещества могут быть опасны для здоровья?
10. Какие продукты имеют высокую зольность?

Лабораторная работа №4

Определение растительного жира в пищевом сырье методом экстракции

Растительные жиры - это жиры, получаемые из различных частей растений, таких как семена, плоды и орехи. Они являются важным источником энергии и незаменимых жирных кислот в питании человека. Основные свойства растительных жиров:

- преобладание ненасыщенных жирных кислот (олеиновая, линолевая и линоленовая), имеющих жидкую консистенцию при комнатной температуре;
- высокое содержание витаминов, особенно жирорастворимых А, D, Е и К;
- наличие полифенольных соединений, обладающих антиоксидантными свойствами;
- отсутствие холестерина.

К сельскохозяйственным растениям, содержащим растительные жиры, относятся: подсолнечник, соя, рапс, арахис, лен, кукуруза и др.

В производстве пищевых продуктов широко используются следующие растительные жиры:

Подсолнечное масло — одно из самых популярных растительных масел. Его используют для жарки, приготовления маргарина, майонеза, сливок и других продуктов.

Соевое масло богато ненасыщенными жирными кислотами и используется в производстве майонеза, маргарина, спредов, соусов и детского питания.

Пальмовое масло отличается высоким содержанием насыщенных жиров и используется в производстве маргарина, спредов, шоколада, выпечки и других продуктов.

Оливковое масло используется для заправки салатов, приготовления соусов и маринадов.

Кокосовое масло содержит насыщенные жирные кислоты и используется в производстве мороженого, кондитерских изделий, косметики и моющих средств.

Таким образом, в промышленности наиболее широко применяются подсолнечное, соевое, пальмовое, оливковое и кокосовое масла, каждое из которых обладает своими уникальными свойствами и областью применения.

Употребление растительных жиров в умеренных количествах является важной частью здорового питания, так как они снижают риск сердечно-сосудистых заболеваний и обеспечивают нормальное функционирование организма.

Цель работы - определение содержания растительных жиров в семенах масличных культур (подсолнечник, рапс) экстракционным методом.

Аппаратура, реактивы и материалы:

Аппаратура: аппарат Сокслета, шкаф сушильный SNOL 58/350 , аналитические весы SE-124-S (с погрешностью не более 0,0001г), эксикатор с осушителем (прокаленным хлористым кальцием), бюксы с крышками из металла, щипцы тигельные.

Реактивы и материалы: органические растворители для экстракции жира (гексан, диэтиловый эфир, петролейный эфир), фильтровальная бумага.

Ход работы

1. Сделать пакетик из кальки.
2. Поместить навеску продукта массой 2–5 г в пакетик, взвесить (m_1).
3. Поместить навески растительного сырья в экстрактор аппарата Сокслета.
4. Провести экстракцию растворителем жира в течение 4–6 часов.
5. Высушить пакетик с навеской.
6. Взвесить навеску с продуктом после экстракции (m_2).
7. Рассчитать массовую долю жира в продукции.

Расчет массовой доли жира по формуле:

$$Ж = (m_2 - m_1) / m \times 100\%$$

где, m_1 - масса пакетика с навеской для экстракции до проведения анализа, г

m_2 - масса пакетика с навеской после высушивания, г

m - масса навески анализируемого продукта, г

Результат округляют до первого десятичного знака.

Оформление результатов работы

Результаты работы оформляются в виде таблицы

Таблица 4.

Определение массовой доли жира

№ п/п	Образец	Масса навески ,г	Масса пакетика с навеской до экстракции,г	Масса навески после высушивания, г	Массовая доля жира, %

На основании полученных данных сделать вывод о масличности семян.

Контрольные вопросы

1. Что такое растительные жиры?
2. Какие приборы необходимы для метода экстракции переработки жира?
3. Какие химические вещества используются при методе экстракции жира?
4. Почему важно знать содержание жира в пищевых продуктах?
5. Какие продукты чаще всего анализируются на содержание жира?
6. Какие стандарты качества требуют определения жира в продуктах питания?
7. Какие растительные жиры используются при производстве пищевых продуктов?
8. Какие растительные жиры лучше использовать для приготовления блюд?
9. Какие растительные жиры наиболее подходят для диетического питания?
10. Какие растительные жиры используются в производстве биотоплива?

Лабораторная работа №5**Определение кислотности молока титриметрическим методом**

Кислотность является ключевым фактором качества молока. Определение кислотности является обязательным при приеме молока на молокоперерабатывающих предприятиях. Контроль кислотности позволяет выявить несвежее, некачественное или фальсифицированное молоко.

Поддержание оптимальной кислотности важно на всех этапах переработки молока для обеспечения качества и безопасности готовой продукции.

Кислотность молока характеризует содержание в нем кислых веществ, таких как молочная кислота, фосфаты, углекислый газ и т. д.

Основными факторами, которые могут изменить кислотность молока, являются:

Недостаточное охлаждение молока после доения. Это приводит к повышению кислотности из-за развития микрофлоры в молоке.

Загрязненность молока, при соприкосновении с нечистым оборудованием, вызывающая повышенную бактериальную обсемененность.

Кормление коров с использованием силоса с повышенной кислотностью.

Нарушение обмена веществ при стрессе или заболевании.

Индивидуальные особенности коров, включая породу, период лактации и другие физиологические факторы, влияющие на состав и свойства молока.

Таким образом, на изменение кислотности молока воздействуют микробиологические, кормовые и физиологические факторы, которые необходимо контролировать для обеспечения высокого качества молока.

Основные стандарты и нормативные документы, регламентирующие требования к качеству и безопасности молока в России, включают:

ГОСТ Р 52054-2003 "Молоко натуральное коровье. Сырьё"

Устанавливает требования к физико-химическим, микробиологическим и органолептическим показателям сырого коровьего молока. Регламентирует показатели безопасности, включая содержание токсичных элементов, пестицидов, антибиотиков и других загрязняющих веществ.

ТР ТС 033/2013 "О безопасности молока и молочной продукции"

Технический регламент Таможенного союза, устанавливающий обязательные требования к молоку и молочной продукции. Содержит нормы по показателям безопасности, пищевым ценностям, маркировке и другим параметрам.

ГОСТ 31450-2013 "Молоко питьевое. Технические условия"

Распространяется на питьевое пастеризованное, стерилизованное, ультрапастеризованное и другие виды молока. Регламентирует физико-химические, органолептические и микробиологические показатели качества питьевого молока.

Кроме того, существуют отраслевые стандарты и технические условия, устанавливающие более подробные требования к гарантиям молочных продуктов. Соблюдение этих нормативов является обязательным для производителей молока в России.

Кислотность свежесыродоенного молока здоровых коров находится в пределах 16-18°Т (градусов Тернера).

Повышение кислотности молока свидетельствует о присутствии в нем молочнокислых бактерий, что снижает качество и безопасность молока.

Очень высокая кислотность (более 21°Т) делает его непригодным для употребления.

Наиболее распространённый метод определения кислотности молока основан на нейтрализации кислых соединений в молоке раствором щелочи (гидроксида натрия) в присутствии фенолфталеина в качестве индикатора.

Цель работы - определение кислотности молока для оценки его пригодности к дальнейшей переработки и потребления.

Аппаратура, реактивы и материалы:

Аппаратура: бюретка для титрования объемом 25-50 мл с ценой деления 0,1 мл; коническая колба или стакан объемом 100-150 мл; пипетка на 10-20 мл для отбора проб молока; штатив для установки бюретки(титровальная установка).

Реактивы: раствор гидроксида натрия (NaOH) концентрацией 0,1 моль/л; раствор фенолфталеина в этиловом спирте 1% (индикатор).

Материалы: дистиллированная вода, салфетки или фильтровальная бумага для протирки посуды.

Ход работы

1. В коническую колбу, объемом 250мл, отобрать 100мл молока.
2. Добавить 2-3 капли раствора фенолфталеина в качестве индикатора.
3. Провести титрование молока раствором гидроксида натрия (NaOH) до розового окрашивания.
4. Зафиксировать объем израсходованного раствора NaOH, который соответствует кислотности молока в градусах Тернера (°Т).
5. Кислотность молока в градусах Тернера рассчитать по формуле:

$$K = V \times 10$$

где V - количество 0,1 н раствора гидроксида натрия, пошедшего на нейтрализацию кислот.

Оформление результатов работы

Результаты работы оформляются в виде таблицы.

Таблица 5.

Определение кислотность молока в Т°

№ п/п	Образец	Количество раствора NaOH, пошедшего на титрование	Кислотность молока в Т°

На основании полученных данных сделать вывод о качестве молока.

Контрольные вопросы

1. Как кислотность влияет на вкус молока?
2. Как измеряется кислотность молока?
3. Какие факторы могут изменить кислотность молока?
4. Какие стандарты на кислотность существуют для молока?
5. Как кислотность связана с его чистотой?
6. Какие вещества использовались для титрования молока?
7. Какие ошибки могут возникнуть при использовании титриметрического метода?
8. Какие приборы необходимы для выполнения титриметрического метода?
9. Может ли рацион кормления повлиять на качество молока?
10. Какие технологические усилия помогают сохранить кислотность молока?

Лабораторная работа №6

Определение витамина С (аскорбиновая кислота) титриметрическим методом

Витамин С (аскорбиновая кислота) — это водорастворимый витамин, который играет важную роль в организме человека. Он участвует в синтезе коллагена, который необходим для здоровья кожи, костей, зубов и кровеносных сосудов. Повышает усвоение железа из пищи. Обладает антиоксидантными свойствами, защищающими клетки от повреждений свободными радикалами, необходим для нормального функционирования иммунной системы.

Источниками витамина С являются: citrusовые фрукты (апельсины, лимоны, грейпфруты); ягоды (клубника, черная смородина, малина); овощи (перец, брокколи, картофель, помидоры), шиповник и др.

Норма потребления витамина С составляет: для взрослых - 75-90 мг в день, для детей - от 30 до 75 мг в день в зависимости от возраста.

При недостатке витамина С появляется повышенная утомляемость и слабость, замедляется заживление ран, появляется сухость и шелушение кожи. Таким образом, витамин С - это водорастворимый витамин, необходимый для нормального функционирования организма.

Для определения содержания витамина С (аскорбиновой кислоты) в овощах и фруктах широко используются титриметрические методы. Наиболее распространенным является метод с использованием реактива Тильманса. Реактив Тильманса - это раствор 2,6-дихлорфенолиндофенола натрия, который используется в качестве окислительно-восстановительного индикатора.

Аскорбиновая кислота (витамин С) легко окисляется, восстанавливая реактивность Тильманса, при этом раствор обесцвечивается.

По объему титранта рассчитывают массовую долю аскорбиновой кислоты в продукте.

Например, для плодов и овощей методика определения витамина С титриметрическим методом с реактивом Тильманса регламентируется ГОСТ 24556-89. Она позволяет достаточно точно определить содержание аскорбиновой кислоты в диапазоне от 10 до 500 мг%, является простым и экспрессным способом определения содержания витамина С в овощах, фруктах и других пищевых продуктах.

Цель работы - определение содержания аскорбиновой кислоты в растительных продуктах.

Аппаратура, реактивы и материалы:

Аппаратура: фарфоровая ступка с пестиком, бюретка для титрования объемом 25-50 мл с ценой деления 0,1 мл; коническая колба или стакан объемом 100-150 мл; пипетка на 10-20 мл для отбора реактивов и фильтрата; штатив для установки бюретки (титровальная установка), аналитические весы.

Реактивы: соляная кислота, 2%-ный раствор; натриевая соль 2,6-дихлорфенолиндофенола, 0,001 Н раствор;

Материалы: дистиллированная вода, салфетки или фильтровальная бумага для протирки посуды.

Ход работы

1. Взвесить 1-5г измельченного растительного материала (овощи, фрукты, хвоя, силос, сенаж и т. д)

2. Перенести в фарфоровую чашку, тщательно растереть в ступке с небольшим количеством кварцевого песка (битого стекла).

3. К растертой массе прибавить 4 см³ 2%-ного раствора HCl.

4. Полученную смесь, с помощью дистиллированной воды, без потерь перенести в мерную колбу на 25мл.

5. Оставить полученный экстракт на 5 -10мин.

6. По истечении времени содержимое перемешать и отфильтровать.

7. Аликвоту (часть) – 1-5мл фильтрата смешать с 4 см³ 2%-ного раствора HCl и оттитровать 0,001Н раствором 2,6-дихлорфенолиндофенола натрия до розового окрашивания.

8. Зафиксировать объем израсходованного раствора 2,6-дихлорфенолиндофенола натрия (1мл 0,001Н раствора 2,6-дихлорфенол-индофенола соответствует 0,088 мг аскорбиновой кислоты).

9. Концентрацию аскорбиновой кислоты определяют по формуле

$$C = \frac{Q \cdot A \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot a}$$

где, С-содержание аскорбиновой кислоты в миллиграмм - процентах

Q – количество аскорбиновой кислоты, соответствующее 1мл 0,001 Н раствора 2,6-дихлорфенолиндофенола (0,088 мг);

A – количество 0,001 Н раствора 2,6-дихлорфенолиндофенола, пошедшего на титрование, см³;

V – общее количество экстракта, см³;

V1 – объем экстракта, взятый для титрования, см³;

a – навеска пищевого продукта, г;

100 – пересчет в %.

Для выражения в единицах СИ концентрацию витамина в мг% умножают на коэффициент 56,776 (мкмоль).

Оформление результатов работы

Результаты опытов оформить в виде таблицы.

Таблица 6.

Количественное определение витамина С по Тильмансу

№ п/п	Образец	Количество раствора 2,6-дихлорфенолиндофенола натрия пошедшего на титрование	Концентрация витамина С, мг%	Справочные данные, мг% на 100 г продукта

На основании полученных данных сделать вывод о качестве продукции по содержанию витамина С.

Контрольные вопросы

1. Какие индикаторы использовались для определения витамина С с помощью титриметрии?
2. Как изменяется окраска индикатора при витамине С?
3. Какие этапы включают титриметрический метод определения витамина С?
4. Какие фрукты содержат наибольшее количество витамина С?

5. Какие овощи содержат наибольшее количество витамина С?
6. Какие ягоды содержат наибольшее количество витамина С?
7. Какие зеленые листья содержат наибольшее количество витамина С?
8. Какие методы приготовления сохраняют витамин С в овощах лучше всего?
9. Какие способы консервации сохраняют витамин С в овощах?
10. Какие овощи сохраняют витамин С при замораживании?

ТЕМА 3. ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Электрохимические методы анализа широко используются для экспресс-оценки качества и свежести пищевых продуктов на различных этапах производства и переработки. Они более быстрые и менее трудоемкие по сравнению с традиционными лабораторными анализами. Электро-химические методы анализа делятся на пять основных групп: потенциометрию, вольтамперометрию, кулонометрию, кондуктометрию и диэлектрометрию.

Потенциометрия - это эффективный электрохимический метод, который широко применяется для определения качества пищевой продукции. Потенциометрия позволяет точно измерять рН растворов, что важно для контроля кислотности различных пищевых продуктов, таких как, соки, молочные продукты, вина и т. д. Используется для определения щелочности и содержания фосфатов в водных растворах при контроле качества питьевой и технической воды в пищевой промышленности, а также для определения концентрации различных веществ в пищевых продуктах.

Потенциометрические методы основаны на измерении ЭДС, возникающей между электродами, где один из электродов является неполяризуемым индикаторным, а другой – электродом сравнения.

Этот потенциал зависит от активности (концентрации) определяемого иона в растворе и основан на непосредственном применении уравнения Нернста :

$$E = E^0 + RT/nF \times \ln C_{ox}^x / C_{red}^y,$$

где, E – электродный потенциал любой ОВС;

$R = 8,312$ Дж/моль

K – универсальная газовая постоянная;

T – абсолютная температура;

$F = 96500$ Кл/моль – число Фарадея;

n – число электронов, участвующих в реакции;

a_{ox} и a_{red} – активности окисленной и восстановленной форм,

пропорциональные концентрациям (C_{ox} и C_{red}) данных форм и коэффициентам их активности.

Таким образом, измеряя потенциал электрода, можно определить концентрацию ионов в растворе. Индикаторный электрод подбирается в зависимости от определяемого компонента.

Вольтамперометрия является методом анализа качества и безопасности пищевых продуктов. Вольтамперометрические методы имеют высокую чувствительность, широкий диапазон определяемых веществ, обладают быстротой и точностью анализа и возможностью проведения анализа без контрольной пробы.

Вольтамперометрические методы применимы для анализа различных токсичных веществ, в частности: тяжелые металлы (мг/л), свинец (Pb), кадмий (Cd), медь (Cu), цинк (Zn) и ртуть (Hg) в пищевых продуктах; следовые

концентрации органофосфатных, карбаматных и хлорорганических пестицидов; микотоксины (афлатоксины, охратоксины, фумонизины и трихотецены) которые могут загрязнять зерновые культуры, орехи, специи и другие продукты; антибиотики (тетрациклины, сульфаниламиды, хинолоны и макролиды) в пищевых продуктах животного происхождения.

Вольтамперометрические методы анализа основаны на измерении тока, протекающего между двумя электродами, погруженными в раствор, при приложении постоянного или переменного напряжения. Принципы работы вольтамперометрических методов от типа анализа и использования электродов. Ток, протекающий между электродами, измеряется при приложении постоянного или переменного напряжения. Изменение тока означает изменение концентрации определяемого вещества.

Типы вольтамперометрических методов:

Линейная вольтамперометрия - измерение тока при постоянном напряжении.

Дифференциальная импульсная полярография - измерение тока при импульсном напряжении.

Инверсионная вольтамперометрия - измерение тока при переменном напряжении с обратным полем.

Кулонометрия - это электрохимический метод анализа, основанный на измерении количества электричества, затраченного на протекание электрохимической реакции. Принципы кулонометрии основаны на законе Фарадея. Суть законов Фарадея заключается в том, что для выделения одного моля любого вещества в процессе электролиза необходимо затратить одно и то же количество электричества, называемое числом Фарадея (F):

$$F = \frac{QM}{mn}$$

где, Q – количество электричества (It), необходимое для выделения на электроде m граммов вещества с молярной массой эквивалента, равной M/n;

M – молярная масса определяемого вещества;

n – число электронов, участвующих в электродной реакции.

Кулонометрия применяется для контроля качества и безопасности широкого спектра пищевых продуктов:

Мясо и мясные продукты - содержания токсичных металлов, таких как свинец (Pb), кадмий (Cd), ртуть (Hg), а также антибиотиков и пестицидов.

Рыба и морепродукты-контроль содержания тяжелых металлов, гистамина, бактериальных токсинов.

Молоко и молочные продукты-определение остаточных количеств антибиотиков, пестицидов, токсичных элементов.

Зерновые культуры, орехи, специи-анализ содержания микотоксинов (афлатоксины, охратоксины, фумонизины и др.).

Фрукты и овощи-контроль остаточных пестицидов, нитратов, металлов.

Напитки (вода, соки, вина) - определение содержания тяжелых металлов, нитратов, пестицидов.

Детское питание - контроль содержания токсичных веществ, витаминов, минеральных веществ.

3.1 Потенциометрия

Раздел прямой потенциометрии, где индикаторным электродом служит ионоселективный электрод, называют ионометрией. Это удобный, простой и экспрессный современный метод, продолжительность анализа определяется временем подготовки пробы, поскольку на само измерение тратится не более 1-2 мин. От других физико-химических методов ионометрия отличается прежде всего простотой методикой и дешевизной измерительных приборов. Современные портативные ионометры позволяют определять разнообразные ионы и растворенные газы не только в лаборатории, но и в полевых условиях. Ионометрия - потенциометрический метод определения содержания (активности) ионов, основанный на измерении электрохимического потенциала индикаторного электрода, погруженного в исследуемый раствор, относительно электрода сравнения.

Электродом сравнения называют электрод с известной и постоянной величиной электродного потенциала. Обычно в качестве электродов сравнения используют каломельный или хлоридсеребряный (часто называемый хлорсеребряным) электроды.

Индикаторным электродом (или электродом определения) называют электрод, который обратим относительно активности анализируемого потенциалопределяющего иона.

В качестве индикаторных в потенциометрическом анализе применяют:

1. Электроды, на поверхности которых, протекают реакции с обменом электронов называют электронообменными, или окислительно-восстановительными. В качестве таких электродов применяют электроды из химически инертных металлов - платины, золота и др. В аналитической практике находит применение выпускаемый промышленностью точечный платиновый электрод ЭПВ-1-100 и изготовленный из специального стекла



Рис. 1 .Электрод ЭПВ-1

2. Электроды, на поверхности которых протекают реакции обмена иона называют ионообменными, или ионоселективными электродами. Основным элементом ионоселективных электродов является ионочувствительная мембрана. Поэтому их также иногда называют мембранными.

Ионоселективные электроды изготавливают:

- с твердыми мембранами;
- со стеклянными мембранами;
- с жидкостными мембранами.

Электроды с твердыми мембранами. В таких электродах мембрана изготовлена из малорастворимого кристаллического вещества с ионным типом электрической проводимости. Конструктивно электрод представляет собой трубку диаметром около 1 см из инертного полимера (обычно поливинилхлорида), к торцу которой приклеена тонкая (~0,5 мм) мембрана. В трубку заливают внутренний раствор сравнения, в который погружают электрод сравнения. В настоящее время промышленностью выпускаются электроды с твердыми мембранами, селективные к F^- -ионам (мембрана на основе монокристалла LaF_3), к Cl^- , Br^- и I^- -ионам (мембраны на основе смеси серебра сульфида и соответствующего серебра галогенида).



Рис. 2. Электроды с твердыми мембранами

Электроды со стеклянными мембранами. Их изготавливают из специального электродного стекла, в состав которого входят оксиды алюминия, натрия, калия, бора и др. Мембрана таких электродов представляет собой тонкостенный шарик (~0,1 мм) диаметром 5 - 8 мм.

В настоящее время промышленность выпускает стеклянные электроды, селективные только к катионам H^+ , Na^+ , K^+ , Ag^+ , NH_4^+ . В этих электродах не только мембрана, но и сам корпус изготовлены из стекла.



Рис.3. Электроды со стеклянными мембранами.

Электроды с жидкостными мембранами. В таких электродах жидкие мембраны, представляющие собой растворенные в органических растворителях ионообменные вещества, отделяют от анализируемого раствора гидрофобными мелкопористыми пленками, пористыми дисками или гидрофобизированными керамическими диафрагмами. Их основным недостатком является постепенное вымывание анализируемым раствором ионообменника, что сокращает срок работы электрода.

Этих трудностей удалось избежать после разработки электродов с пленочными мембранами. В таких электродах в тонкую мембрану из гидрофобного полимера (поливинилхлорида) вводят пластификатор и растворенное в нем электродактивное вещество, вступающее в ионообменную реакцию с анализируемым ионом в растворе. В настоящее время промышленность выпускает пленочные ионоселективные электроды на катионы Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} ; электроды для определения общей жесткости воды; на анионы галогенидов, NCS^- , NO_3^- . Существуют электроды и на другие ионы.



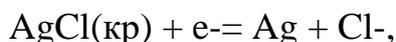
Рис.4 Пленочный ионоселективный электрод

В качестве электродов сравнения в настоящее время используют хлорсеребряные электроды. Хлорсеребряный электрод представляет собой серебряную проволоку, покрытую слоем AgCl и погруженную в насыщенный раствор KCl. Современная конструкция электродов сравнения совмещает с собой и солевой мостик.



Рис.5 Хлоридсеребряный электрод

Хлоридсеребряный электрод (рис.5) состоит из серебряной проволоки, покрытой слоем хлорида серебра электролитическим способом и погруженной в раствор хлорида калия известной концентрации. Потенциало-определяющей полуреакцией является:



а потенциал данного электрода определяется активностью хлорид-анионов:

$$E_{\text{AgCl/Ag}} = E_{\text{Ag}^+/\text{Ag}} + \frac{RT}{nF} \cdot \ln a_{\text{Ag}^+} = E_{\text{Ag}^+/\text{Ag}} + \frac{RT}{nF} \cdot \ln \frac{K_{\text{sp}}(\text{AgCl})}{a_{\text{Cl}^-}} = E^{\circ}_{\text{AgCl/Ag}} - \frac{RT}{nF} \cdot \ln a_{\text{Cl}^-},$$

где, $E^{\circ}_{\text{AgCl/Ag}} = E^{\circ}_{\text{Ag}^+/\text{Ag}} + \frac{RT}{nF} \cdot \ln K_{\text{sp}}(\text{AgCl})$.

Подобного рода электроды называют электродами второго рода. Если в качестве раствора используется насыщенный раствор хлорида калия, то электрод называют насыщенным хлоридсеребряным. Его потенциал при 25°C равен +0,222 В (±0,2 мВ) и существенно зависит от температуры (изменяется растворимость KCl).

Комбинированные pH-электроды ЭСК-10308 и ЭСК-10608
Комбинированными называются электроды, объединяющие в одном корпусе

измерительный электрод и электрод сравнения. Устроены по принципу два в одном, объединяя в себе измерительный рН- и вспомогательный электрод (электрод сравнения), что делает их удобными при повседневном использовании. К достоинствам комбинированных электродов следует отнести следующее:

- a) они компактнее электродной пары;
- b) проще в обслуживании;
- c) применение одного датчика вместо двух снижает вероятность внесения загрязнений в пробу;
- d) многочисленные варианты конструкционного исполнения позволяют проводить измерения в самых различных условиях, даже таких, в которых прямые измерения при помощи электродной пары невозможны.

Существует небольшое количество случаев, когда электродная пара предпочтительнее комбинированного электрода. Это, например, анализ сильно разбавленных растворов.

Лабораторные электроды ЭСК-10308 и ЭСК-10608 общего назначения, выпускаются в пластмассовом корпусе. Встроенный электрод сравнения –одноключевой непerezаполняемый с загущенным электролитом (гель). Применяется в тех случаях, когда обслуживание электрода по каким-либо причинам затруднено. Измерения, проводимые с применением непроточного электрода сравнения с загущенным электролитом, всегда менее точны, чем при использовании обычного проточного электрода. Это особенно заметно может проявляться в сильноокислых ($\text{pH} < 2$), сильнощелочных ($\text{pH} > 12$) или достаточно концентрированных растворах. Другим недостатком подобных систем является "эффект памяти" проявляющийся при резком изменении состава анализируемого раствора. Предыдущий раствор некоторое время сохраняется в порах электролитического ключа, что приводит к значительным погрешностям измерений и медленному установлению потенциала. Поэтому рекомендуется между измерениями помещать электрод в раствор 3М КСl.



Рис.6 Комбинированный рН-электрод ЭСЛК-01.7

Обзор серийно выпускаемых рН-метров и их характеристики

При измерении ЭДС электрохимических цепей, применяемых в потенциометрии, необходимо снимать малые токи (10^{-13} - 10^{-14} А), чтобы не вызвать поляризацию электродов. Это возможно лишь при использовании компенсационного способа измерения ЭДС. В настоящее время промышленность выпускает для этих целей специальные приборы: рН - метры и ионометры, позволяющие измерять ЭДС в интервале ± 1900 мВ. Наиболее распространенными являются ионометры рН-метр Hanna рНer+ HI 98108, рН-211, рН-метр-иономер «Эксперт – 001» и др. с цифровой индикацией. На этих приборах возможно измерение не только ЭДС, но и рН или рХ растворов, где Х - катион или анион, к которому селективен применяемый ионоселективный электрод

рН-метр Hanna рНer+ HI 98108

Революционный портативный рН-метр с ручной калибровкой по 2 точкам представляет собой простой и недорогой измерительный прибор с тканевой диафрагмой. Данная модель рН-метра Ханна широко используется миллионами людей по всему миру для измерения уровня рН в лабораториях, промышленности, сельском хозяйстве, рыбоводстве, производстве пищевых продуктов и контроле их качества, бассейнах и полиграфической промышленности. HI98108 работает гораздо дольше других благодаря возобновляемой тканевой диафрагме, которая имеет длину 2 см и по мере

загрязнения может быть вытащена вниз загрязнившимся краем, в то время, как обычные рН-метры тут же выбрасываются после загрязнения диафрагмы. Калибровка измерителя уровня кислотности Hanna HI98108 выполняется вручную по 1 или 2 точкам с помощью регулировочного винта. Hanna HI98108 рНер внесен в Государственный Реестр СИ и может быть поверен.

Преимущества и особенности рН-метра Hanna HI98108 рНер

- Возобновляемая диафрагма
 - Простая 2-точечная ручная калибровка
 - 200 часов автономной работы
- Диапазон измерения: от 0,00 до 14,00 рН.
Разрешение: 0,01 рН.
Точность: ± 0.1 рН.
Калибровка: ручная, двухточечная.
Окружающая среда: от 0 до 50°C;
Относительная влажность макс 95%.
Размеры: 175 x 41 x 23 мм.
Вес: 95 г.



Рис. 7. рН-метра Hanna HI98108

Лабораторный Ph-метр «рН-211».

Микропроцессорный рН - метр с автоматической калибровкой и автоматической температурной компенсацией. Обеспечивает недостижимую для карманных устройств точность. Обладает функцией измерения окислительно-восстановительного потенциала (Redox).



Рис 8. рН-метра Hanna 211

Электронный рН-метр рН 211 управляется микропроцессором. Это точный, удобный и надежный прибор. С его помощью можно тестировать различные жидкие среды на уровень рН, ЭДС системы, величину электрохимического потенциала Eh, определять температуру среды. Результаты выводятся на четкий и хорошо читаемый ЖКИ-дисплей с крупными цифрами. Причем показания выводятся парами: вместе с основной величиной одновременно указывается температура среды. Пользователь может выбрать подходящий диапазон при измерении Eh.

Прибор калибруется автоматически по 1 или 2 точкам, по пяти стандартным буферным растворам. Установленный термодатчик обеспечивает температурную автокомпенсацию (температуру можно вводить вручную).

Клавиатурная панель имеет защитное покрытие. рН-метр работает от электросети через адаптер.

Измеряемая величина	Диапазон измерений	Дискретность	Погрешность
рН	0,00..14,00	0,01	±0,01
ЭДС, мВ	399,9..399,9	0,1	±0,2
	- 1999..1999	1	±1
Температура, С	0,0..100,0	0,1	±0,5

Анализатор жидкости « ЭКСПЕРТ-001»

Анализатор жидкости ЭКСПЕРТ-001 (далее – анализаторы) предназначен для измерения величин рН, рХ, молярной и массовой концентрации ионов, электродвижущей силы (ЭДС) электродных систем, в частности, окислительно-восстановительного потенциала, температуры и массовой концентрации растворенного кислорода в воде и водных средах. Принцип действия анализаторов основан на измерении ЭДС электродной системы, образуемой первичными преобразователями: рХ (рН) – электродами и амперометрическим датчиком кислорода с термоэлектрическим преобразователем.

Анализатор выполнен в виде микропроцессорного блока с графическим дисплеем с пленочной клавиатурой и датчиков.

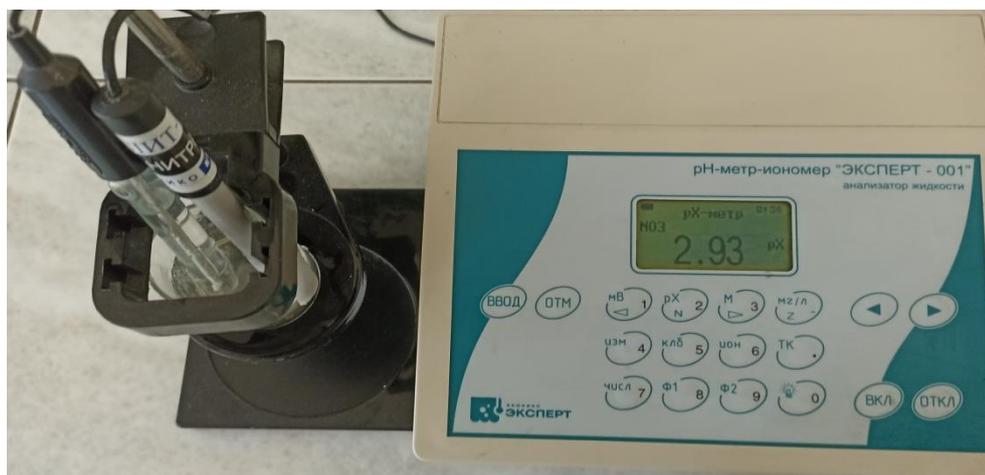


Рис 9. рН-метр-иономер «Эксперт-001»

Анализатора имеет разъем для питания магнитной мешалки, интерфейс RS232 для связи с компьютером и разъем для подключения коммутатора электродов.

Контрольные вопросы

1. Какие конкретные электрохимические методы анализа используются для оценки качества пищевых продуктов?
2. Какие приборы необходимы для электрохимического анализа качества продуктов?
3. Как электрохимические методы анализа помогают в сертификации пищевых продуктов?
4. Какие сложности возникают при использовании электрохимического метода для определения свежести скоропортящихся продуктов?
5. Какие электроды используются в электрохимических методах анализа для определения качества продуктов питания?
6. Какие конкретные токсичные примеси могут быть определены с помощью инверсионной вольтамперометрии?
7. На чем основан принцип метода вольтамперометрии?
8. На чем основан принцип метода кулонометрии?
9. Что такое кулонометрия?
10. Для контроля качества и безопасности, каких пищевых продуктов применяется кулонометрия?

Лабораторная работа №7

Ионометрическое определение нитратов в плодоовощной продукции

Нитраты - это соли азотной кислоты (HNO_3), присутствующие в пищевых продуктах. Чрезмерное потребление нитратсодержащих продуктов вредно

для здоровья, особенно для детей, так как нитраты могут восстанавливаться до нитритов и вступить в реакцию с гемоглобином крови, вызывая метгемоглобинемию. Наибольшее количество нитратов содержится в зеленых овощах, корнеплодах и бахчевых культурах, выращенных с использованием азотных удобрений. Контроль содержания нитратов в этих продуктах регламентируется государственными органами здравоохранения. Предельно допустимая концентрация (ПДК) нитратов — это максимально допустимое количество нитратов, которые могут содержаться в пищевых продуктах без вреда для здоровья человека.

Ионометрический метод определения нитратов основан на извлечении нитратов, из анализируемого материала раствором алюмокалиевых квасцов с последующим измерением их концентрации в полученной вытяжке с помощью ионоселективного электрода.

Цель работы – освоить методику определения содержания нитратов в плодоовощной продукции.

Аппаратура, реактивы и материалы:

Аппаратура: Ионметр рН-метр «Эксперт 001», ионоселективный нитратный электрод Элит -021 нитрат; электрод вспомогательный лабораторный хлорсеребряный ЭСЛ-63-07 СР, весы лабораторные GF-200 1-го класса точности, коническая колба или стакан объемом 100-150 мл, магнитная мешалка - для перемешивания анализируемого раствора.

Реактивы: 1% раствор алюмокалиевых квасцов

Материалы: дистиллированная вода, обеззоленные фильтры(синяя лента)

Ход работы:

1. Взвесить 5г измельченного растительного материала (овощи, фрукты).
2. К растертой массе прибавить 50 см³ 1%-ного раствора алюмокалиевых квасцов
3. Содержимое перемешать в течение 5 мин.
4. Измерить ЭДС электродной системы на ионometре «Эксперт 001»,
5. Содержание нитратов, мг/кг, или массовую концентрацию, мг/дм³, находят по значению p_{CNO_3} (см. таблицы 7 и 8).

Таблица 7.

Содержание нитратов, мг/кг, в продуктах с содержанием сухих веществ 20-35%.

NO ₃	Сотые доли p_{NO_3}									
	00	01	02	03	04	05	06	07	08	09
1,6	9033	8827	8626	8430	8238	8060	7867	7688	7513	7312
1,7	7175	7012	6852	6696	6544	6375	6249	6107	5968	5832
1,8	5699	5570	5443	5319	5198	5079	4964	4851	4740	4633
1,9	4527	4424	4323	4226	4120	4035	3943	3853	3765	3680

2,0	3596	3514	3434	3356	3280	3206	3132	3061	2991	2923
2,1	2856	2791	2728	2666	2606	2546	2488	2481	2376	2322
2,2	2269	2217	2167	2117	2069	2022	1976	1930	1887	1844
2,3	1802	1761	1721	1682	1644	1606	1570	1534	1499	1465
2,4	1432	1399	1367	1336	1306	1276	1247	1218	1191	1164
2,5	1137	1111	1086	1061	1037	1013	990	968	946	924
2,6	903	883	863	843	824	806	787	769	751	734
2,7	717	701	689	670	654	639	625	611	597	583
2,8	570	567	544	532	520	508	496	486	474	468
2,9	453	442	432	422	413	403	394	385	377	368
3,0	366	351	343	336	328	320	313	306	299	292
3,1	286	279	273	267	261	256	249	243	238	232
3,2	227	222	217	212	207	202	198	193	189	184
3,3	180	176	172	168	164	161	157	153	150	146
3,4	143	140	137	134	131	128	125	122	119	116
3,5	114	111	109	106	104	101	99	97	96	92
3,6	90,3	88,3	86,3	84,3	82,4	80,5	78,7	76,9	75,1	73,4
3,7	70,7	70,1	68,5	70,0	65,4	63,9	62,5	61,1	59,7	58,3
3,8	57,0	55,7	54,4	53,2	52,0	50,8	49,6	48,5	47,4	46,3
3,9	45,4	44,2	43,2	42,2	41,3	40,3	39,4	38,5	37,7	36,8
4,0	36,0	35,1	34,3	33,6	32,8	32,0	31,3	30,6	29,9	29,2

Таблица 8.

Содержание нитратов, мг/кг в продуктах с содержанием сухих веществ ниже 20%.

pCNO ₃	Сотые доли pNO ₃									
	00	01	02	03	04	05	06	07	08	09
1,6	9188	8979	8775	8575	8380	8 189	8003	7843	7643	7459
1,7	7299	7133	6970	6812	6656	6506	6357	6212	6071	5933
1,8	5798	5666	5537	5411	5287	5167	5049	4935	4822	4712
1,9	4605	4500	4398	4298	4200	4104	4011	3920	3830	3743
2,0	3658	3575	3439	3414	3336	3260	3186	3113	3043	2973
2,1	2906	2840	2775	2712	2650	2590	2531	2473	2417	2362
2,2	2308	2256	2204	2154	2105	2057	2010	1964	1920	1876
2,3	1833	1792	1751	1711	1672	1634	1597	1560	1525	1490
2,4	1456	1428	1391	1359	1328	1290	1268	1239	1211	1184
2,5	1157	1180	1105	1080	1055	1031	1007	985	962	940
2,6	919	898	877	858	838	819	800	732	764	747
2,7	730	713	679	681	666	650	636	621	607	593
2,8	580	567	554	541	529	517	505	493	482	471
2,9	461	450	440	430	420	410	401	392	383	374
3,0	366	357	349	341	334	326	319	311	304	297
3,1	291	284	277	271	265	259	253	247	242	236
3,2	231	226	220	215	210	206	201	196	192	188
3,3	183	179	175	171	167	163	160	156	152	149
3,4	146	142	139	136	133	130	127	124	121	118
3,5	116	113	110	108	105	103	101	98	96	94
3,6	92	89	87	85	83	81	80	78	76	74
3,7	73	71	69	68	66	65	63,4	62	60,1	59
3,8	58	56	55	54	53	52	55	49	48	47

3,9	46	45	44	43	42	41	40	39	38	37
4,0	36	–	–	–	–	–	–	–	–	–

Оформление результатов работы

Результаты опытов оформить в виде таблицы.

Таблица 9.

Содержание нитратов, мг/кг

№ п/п	Образец	Показания ионометра «Эксперт 001»	Содержание нитратов, мг/кг	ПДК

На основании полученных данных сделать вывод о содержании нитратов, опираясь на данные таблицы 10 .

Таблица 10.

Предельно допустимое содержание нитратов в овощах и фруктах.

Вид продукции	ПДК для открытого грунта, мг/кг сырого продукта
Картофель	150
Капуста поздняя	400
Лук перьевой	400
Лук репчатый	80
Томаты	100
Огурцы	150
Кабачки, тыква	200
Салат, щавель, укроп, петрушка	1500
Морковь	200
Свекла столовая	1400
Яблоки, груши	60
Дыни	90
Редис	1500
Перец сладкий	200
Баклажан	300

Контрольные вопросы

1. Что такое нитраты?
2. Какие продукты питания содержат наибольшее количество нитратов?
3. Какие приборы и оборудование использовались для ионометрического определения нитратов?
4. Какие этапы включают ионометрический метод определения нитратов?
5. Какое преимущество имеет ионометрический метод по сравнению с другими методами?
6. Какие источники нитратов наиболее распространены в природе?
7. Какие последствия для здоровья могут иметь высокие уровни нитратов в организме человека?
8. Что такое ПДК нитратов?
9. Кто регламентирует нормы нитратов?
10. Какие меры предосторожности необходимо соблюдать для снижения содержания нитратов в пищевых продуктах и уменьшения их поступления в организм?

Лабораторная работа №8 Измерение рН различных напитков

рН (водородный показатель) — это мера кислотности или основности водных растворов. Он определяет активность ионов водорода (H^+) в растворе. Водородный показатель выражается на логарифмической шкале, при значении рН от 0 до 14. Нейтральная среда имеет рН 7, значения ниже 7 означают кислую среду, а выше 7 — щелочную.

Значение рН необходимо для контроля качества и безопасности молочных и мясных продуктов, например, для сыра оптимальный уровень рН различается в зависимости от типа: для твердых сыров рН 5,5, для моцареллы рН 6,5, а для камамбера рН 6,5 или ниже. Ферментированные продукты, такие как сок, вино, имеют изменчивое значение рН, которое необходимо контролировать. Для вина оптимальный рН находится в диапазоне от 3,0 до 3,5, выше 3,5 происходит ускорение окислительных реакций и рост бактерий.

Цель работы: Определить характер среды (кислая, щелочная, нейтральная) различных проб напитков (вино, яблочный сок, кола, чай,) и сделать вывод об их пригодности для потребления в качестве питья.

Аппаратура, реактивы и материалы:

Аппаратура: рН –Hanna 211 в комплекте с комбинированным электродом .

Весы лабораторные, 2-го класса точности, ГОСТ 24104.
Колбы мерные 2-100(1000). ГОСТ 1770.
Пипетки мерные 6(7)-2-5, ГОСТ 29227е.
Стаканы химические Н-2-50(100), ГОСТ 25336.
Воронки конические В ХС, ГОСТ 25336.
Конические колбы Кн-2-200 ТХС, ГОСТ 25336.

Реактивы и материалы:

Стандарт-титр для приготовления буферных растворов, ГОСТ 8.135.
Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.
Фильтры обеззоленные "белая лента".

Подготовку рН-метра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации. Настройку прибора проводят по буферным растворам, После настройки прибора электроды промывают дистиллированной водой, удаляют избыток влаги фильтровальной бумагой.

Для приготовления буферных растворов используют дистиллированную воду с удельной электропроводностью не более 2 мкСм/см при 25°C.

Приготовление буферного раствора с рН -1,68

Содержимое одной ампулы стандарт-титра гидрооксалата калия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят до метки

Приготовление буферного раствора с рН=4,01

Содержимое одной ампулы стандарт-титра фгалевокислого калия количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Приготовление буферного раствора с рН=6,86

Содержимое одной ампулы стандарт-титра смеси калия фосфорнокислого однозамещенного и натрия фосфорнокислого двухзамещенного, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят до метки

Приготовление буферного раствора с рН 9,18

Содержимое одной ампулы стандарт-титра тетраборнокислого натрия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят до метки дистиллированной водой.

Приготовление буферного раствора с рН -12,45

Содержимое одной ампулы стандарт-титра гидрата окиси кальция, насыщенного при температуре 25°C, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ \ растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Все буферные растворы хранят в стеклянных колбах.

Ход работы

Пробы напитков (вино, сок, кола, чай и др.) помещают в химический стакан вместимостью 50 см³. Электрод промывают дистиллированной водой, обмывают исследуемой водой, погружают в стакан с анализируемой пробой на глубину 5-6 мм. Отсчет величины рН по шкале прибора проводят, когда показания прибора не будут изменяться более чем на 0,2 единицы рН в течение одной минуты, через минуту измерение повторяют, если значения рН отличаются не более чем на 0,2, то за результат анализа принимают среднее арифметическое значение. После измерений электроды ополаскивают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой

За результат анализа X_{cp} принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X_1 и X_2

$$X = \frac{X_1 + X_2}{2}$$

Оформление результатов работы

Результаты опытов оформить в виде таблицы.

Таблица 11.

Определение рН жидких пищевых продуктов

№ п/п	Образец	Показания рН Hanna 211	Заключение

На основании полученных данных сделать вывод о содержании рН продуктов.

Контрольные вопросы

1. Что такое рН? Чем обеспечивается?
2. Каковы нормальные значения рН для различных типов продуктов питания?
3. Как рН влияет на вкус и аромат продуктов?
4. Почему важно поддерживать определенный диапазон рН в пищевых продуктах?

5. Какие методы измерения рН наиболее точны для продуктов питания?
6. Какие продукты имеют наиболее изменчивое значение рН?
7. Какие есть разновидности рН-метров и их отличия?
8. Как правильно калибровать рН-метр?
9. Что такое буферные растворы и каковы их свойства?
10. В чем состоит значение рН, как важного технологического показателя контроля качества продукции?

ТЕМА 4. ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Оптические методы анализа являются важным инструментом для объективной оценки качества и состава широкого спектра пищевых продуктов на различных этапах производства и переработки. Они основаны на измерении взаимодействия электромагнитного излучения с выделяемым веществом. Основные оптические методы анализа: рефрактометрический, люминесцентный, фотоколориметрический, спектральный.

Рефрактометрия - используется для определения показателя преломления и идентификации различных веществ в пищевых продуктах.

Люминесцентный анализ - применяется для определения содержания некоторых органических соединений, витаминов и других веществ в пищевых продуктах. Он основан на измерении интенсивности люминесценции веществ.

Фотоколориметрия - используется для быстрого и точного определения концентрации окрашенных веществ в пищевых продуктах путем сравнения с эталонными растворами, включает колориметрический метод и спектрофотометрический метод.

Колориметрический метод основан на измерении ослабления светового потока, происходящего вследствие избирательного поглощения света анализируемым веществом.

Спектрофотометрия - более точный метод, который измеряет поглощение света раствором в определенной области спектра.

Спектральные методы делятся на несколько основных категорий в зависимости от известного диапазона электромагнитного излучения иницирующего действия:

Абсорбционный спектральный анализ проводится в различных областях электромагнитного излучения, включая ультрафиолетовую, видимую и инфракрасную области. Это позволяет определять присутствие и напряжение различных веществ, используя их способность поглощать электромагнитное излучение в этих диапазонах длин волн.

Ультрафиолетовая область: Молекулярно-абсорбционный анализ, основанный на поглощении ультрафиолетового излучения молекулами или спектральными ионами анализируемого вещества.

Видимая область: Атомно-абсорбционный анализ основанный на поглощении видимого излучения изолированными атомами анализируемого вещества.

Инфракрасная область: Инфракрасная спектроскопия также используется для анализа поглощения инфракрасного излучения, что позволяет определять присутствие и концентрацию различных веществ.

Эти методы могут быть использованы для определения широких спектральных характеристик пищевого сырья и продуктов питания, в том числе: содержание красителей, пигментов, содержание белков, углеводов, витаминов и других биологически активных веществ, степень очистки вина, пива, сахара и др.

4.1 РЕФРАКТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Рефрактометрический метод применяется для определения массовой доли сухих веществ пищевых продуктов, в том числе для анализа сахаросодержащих растворов (соки, сиропы, напитки); растворов спиртов (вино,

пиво, ликеры); растворов солей и кислот, меда, варенье, джеме, жира в жмыхах, масличных семенах и др.

Принцип работы рефрактометра основан на измерении угла преломления света, когда он переходит из одной среды в другую. Рефрактометр определяет концентрацию сахара по коэффициенту преломления света, который изменяется в зависимости от концентрации сахара в растворе.

Конструкция рефрактометра включает в себя главную стеклянную призму с высоким коэффициентом преломления, систему линз, калибровочный винт для оптической настройки и биметаллическую пластину, корректирующую возможные отклонения из-за температуры.

Лабораторная работа №9

Определение сахара в фруктовом соке рефрактометрическим методом

Цель работы – освоить методику определения сахара в фруктовом соке рефрактометрическим методом.

Аппаратура и материалы:

Аппаратура : рефрактометр марки РПЛ-2 ,терка лабораторная, капилляр.

Материалы: дистиллированная вода, фрукты, обеззоленные фильтры

Ход работы

1. С помощью терки измельчить фрукты.
2. Из растертой массы выделить сок.
3. Отобрать капилляром сок.
4. Нанести на измерительную призму рефрактометра несколько капель сока.
5. Определить по шкале рефрактометра содержание сухих веществ [ос. в., % (мас.)
6. Содержание сахара (с, г/100 см³) в анализируемом продукте определить по таблице 12 (см. таблицу 12).

Таблица 12.

Зависимость показаний рефрактометра (содержание сухих веществ ос. в.) от содержания сахара в фруктовом соке

Содержание сахара, г/100 см ³	ос. в., % (мас.)	Содержание сахара, г/100 см ³	ос. в., % (мас.)	Содержание сахара, г/100 см ³	ос. в., % (мас.)
6,3	8,8	11,4	13,3	16,4	17,7

6,5	9,0	11,6	13,6	16,7	18,0
6,8	9,3	11,9	13,8	17,0	18,2
7,1	9,5	12,2	14,0	17,2	18,4
7,3	9,8	12,4	14,3	17,5	18,6
7,6	10,0	12,7	14,5	17,8	18,9
7,9	10,2	13,0	14,7	18,0	19,1
8,2	10,5	13,2	15,0	18,3	19,3
8,4	10,7	13,5	15,2	18,6	19,6
8,7	11,0	13,8	15,4	18,8	19,8
9,0	11,2	14,0	15,7	19,1	20,0
9,3	11,4	14,3	15,9	19,4	20,2
9,5	11,7	14,6	16,1	19,6	20,4
9,8	11,9	14,8	16,4	19,9	20,7
10,0	12,2	15,1	16,6	20,2	20,9
10,3	12,4	15,4	16,8	20,4	21,1
10,6	12,6	15,6	17,0	20,7	21,4
10,8	12,8	15,9	17,3	21,0	21,6
11,1	13,1	16,2	17,5	21,2	21,8

Оформление результатов работы

Результаты опытов оформить в виде таблицы.

Таблица 13.

Определение содержания сахара в фруктовом соке

№ п/п	Образец	Показания рефрактометр РПЛ-2	Содержание сахара (с, г/100 см ³) в анализируемом продукте

На основании полученных данных сделать вывод о содержании сахара (с, г/100 см³) в анализируемом продукте. Сравнить результаты определения содержания сахара в различных фруктах.

Контрольные вопросы

1. Какие типы образцов анализируют с помощью рефрактометров для определения концентрации сахара?

2. Какие типы образцов анализируются с помощью рефрактометров для определения концентрации сахара в напитках?
3. Какие типы образцов анализируются с помощью рефрактометров для определения концентрации компонентов в биологических жидкостях?
4. Какие типы образцов анализируются с помощью рефрактометров для определения концентрации компонентов в пищевых продуктах?
5. Какие параметры влияют на показатель преломления?
6. Какую шкалу рефрактометра применяют для определения сахаров в напитках?
7. При каком свете (полихроматическом или монохроматическом) измеряют показатель преломления фруктового сока ?
8. Каковы основные правила работы на рефрактометре?
9. Какова точность измерения содержания сухих веществ на рефрактометрах РПЛ-2?
10. Какова конструкция рефрактометра?

Лабораторная работа №10

Определение сахарозы в сладких творожных продуктах рефрактометрическим методом

Сахароза — один из основных компонентов в сладких творожных десертах, сырках, творожной массе. Определение содержания сахарозы в сладких творожных продуктах имеет важное значение для контроля качества и состава продукта, его безопасности и соответствия нормативным требованиям.

Цель работы – Определение содержания сахарозы в сладких творожных продуктах.

Аппаратура, реактивы и материалы:

Аппаратура и материалы:

Аппаратура: рефрактометр марки РПЛ-2, баня ПЭ-4300 (водная многоместная), весы ВТ-200, фарфоровая чашка с пестиком, пипетка Мора вместимостью 10 см³, воронка лабораторная диаметром 5- 8 см, пробирка, стеклянная палочка, капилляр.

Материалы: дистиллированная вода, анализируемый продукт (сладкая творожная масса, творожный крем, паста глазированный сырок), обеззоленные фильтры.

Ход работы:

1. Взвесить $2,0 \pm 0,1$ г анализируемого продукта, тщательно растереть в фарфоровой чашке до однородной консистенции.
2. К растертой массе прибавить 10 см³ дистиллированной воды.
3. Содержимое перемешать и нагреть на водяной бане до 50°C .
4. Полученную массу тщательно растереть стеклянной палочкой, отфильтровать в пробирку.

5. Отобрать капилляром прозрачный фильтрат.
6. Нанести на измерительную призму рефрактометра несколько капель.
7. Определить по шкале рефрактометра содержание сухих веществ (ос. в., %).
8. Содержание сахара (с, г/100 см³) в анализируемом продукте определить по таблице 13 (см. таблицу 14).

Таблица 14.

Зависимость показаний рефрактометра (содержание сухих веществ ос. в.) от содержания сахарозы в растворе (20 оС)

Содержание сахарозы, % (мас.)	ос. в., % (мас.)	Содержание сахарозы, % (мас.)	ос. в., % (мас.)
12,1	8,5	19,1	12,0
13,1	9,0	20,1	12,5
14,1	9,5	21,1	13,0
15,1	10,0	22,1	13,5
16,1	10,5	23,1	14,0
17,1	11,0	24,1	14,5
18,1	11,5	25,1	15,0

Оформление результатов работы

Результаты опытов оформить в виде таблицы.

Таблица 15.

Определение содержания сахара в творожных продуктах

№ п/п	Образец	Показания рефрактометр РПЛ-2	Содержание сахарозы, % (мас.)

На основании полученных данных сделать вывод о содержании сахарозы % (мас.) в анализируемом продукте.

Контрольные вопросы

1. Как проводят пробоподготовку при определении сахарозы в сладком творожном изделии?
2. Чему равен показатель преломления воды при 20°С и как он изменяется при нагревании?

3. Перечислить преимущества и ограничения определения сахарозы рефрактометрическим методом?
4. Какой процент сахара содержится в типичных сладких творожных продуктах?
5. Какие сладкие творожные продукты содержат наименьшее количество сахара?
6. Какие сладкие творожные продукты могут быть полезны для диетического питания?
7. Какие сладкие творожные продукты содержат сахарозаменители?
8. Какой тип сахара используется в производстве сладких творожных продуктов?
9. Какова разница между сахарозой и фруктозой?
10. Какие функции выполняют сахароза в консервированных продуктах?

4.2 Колориметрические методы

Колориметрия - это метод определения содержания веществ в растворах по интенсивности их окраски.

Колориметрические методы делятся на визуальные колориметрические и фотоколориметрические методы.

Основной принцип работы визуального колориметрического метода заключается в сравнении окраски анализируемого образца с окраской стандартных растворов, отличающихся друг от друга интенсивностью окрашивания на 10-15% (обязательное условие - соблюдение одинаковой толщины слоя раствора в стандартной серии и исследуемом растворе).

Окраска раствора сравнивается с окраской стандартных растворов до тех пор, пока не будет достигнуто совпадение оттенков. По номеру стандартного раствора, соответствующему совпавшему оттенку, определяется концентрация анализируемого вещества. Визуально-колориметрические методы широко используются в пищевой промышленности для определения различных показателей качества продуктов, таких как, концентрация пищевых добавок (красители, консерванты и т.д.), контроль степени свежести и порчи продуктов, оценка органолептических характеристик (цвет, внешний вид).

Фотоколориметрические методы основаны на явлении фотоэффекта (процесс отрыва электронов от атома вещества под действием светового потока). Для проведения колориметрических анализов в пищевой промышленности используются следующие приборы:

Фотоколориметры - приборы, которые измеряют интенсивность окраски раствора путем сравнения с эталонным раствором. Позволяет быстро и точно определять концентрацию различных веществ в пищевых продуктах.

Фотоколориметрическими методами, т.е. с помощью фотоэлектроколориметров (КФК-2, КФК-3) определяют оптическую плотность растворов.

Фотометр КФК-3 представляет собой фотоэлектрический прибор, предназначенный для измерения оптической плотности и концентрации растворов. Фотометр выполнен в виде одного блока. На металлическом основании закреплены узлы фотометра в фотометрический блок входят: осветитель, монохроматор, кюветное отделение, кюветодержатель, фотометрическое устройство, которые закрываются кожухом.

Оптическая схема: в приборе используется монохроматический пучок света, который проходит через кюветы с подключаемыми и контрольными растворами.

Кюветное отделение: позволяет устанавливать кюветы различной длины оптического пути (5–50 мм).

Фотоприемник: регистрирует интенсивность света, прошедшего через растворы в кюветах.

Блок управления и индикации: отображает результаты измерения оптической плотности и концентрации.

Интерфейс: имеется порт RS-232 для подключения к компьютеру для сохранения и обработки данных.

Принцип работы основан на законе Бугера-Ламберта-Бера, согласно которому оптическая плотность раствора прямо пропорциональна концентрации поглощающего вещества. Сравнивая оптическую плотность анализируемого образца с калибровочной кривой, можно определить концентрацию искомого вещества.



Рис. 10. Общий вид фотометра КФК-3

Спектрофотометрические методы основаны на измерении поглощения света веществами в ультрафиолетовой и видимой областях спектра, Спектральная полоса пропускания — 4нм, которая соответствует максимуму кривой поглощения исследуемого вещества. Определив вначале оптическую плотность (d), затем можно найти концентрацию поглощающего вещества в растворе. Принцип работы метода заключается в следующем: образец на фоне которого проводят спектрофотометрический анализ помещается в кювету и при помощи электрической схемы Вещества в образце поглощают часть

излучения. Затем после этого устанавливают кювету с исследуемым раствором и Разница между интенсивностью падающего и прошедшего через образец излучения позволяет рассчитать оптическую плотность раствора. Сравнивая оптическую плотность анализируемого образца с калибровочной кривой, можно определить концентрацию искомого вещества.

Спектрофотометры - более современные и точные приборы, которые измеряют поглощение света раствором в определенной области спектра. Они дают более точные результаты, чем фотоколориметры.

Спектрофотометры моделей ПЭ-5300ВИ, ПЭ-5400ВИ ии др., представляют собой стационарные настольные лабораторные приборы, состоящие из оптико-механического и электронного узлов, установленных в общем корпусе. Для разложения излучения в спектр в приборах используется монохроматор с дифракционной решеткой. Оптическая схема – однолучевая. В качестве источников излучения используются галогенная лампа, а в качестве приемника – кремниевый фотодиод. Спектрофотометры управляются с помощью клавиатуры. Возможно подключение спектрофотометров по интерфейсу USB к персональному компьютеру для управления и отображения результатов с помощью программного обеспечения, устанавливаемого на ПК. Модели оснащены ЖК-дисплеем, на который выводится результат измерения коэффициента пропускания (или оптической плотности), ряд служебных параметров и рабочая длина волны. Спектрофотометры имеют кюветное отделение, рассчитанное на установку кювет с длиной оптического пути до 100 мм.



Рис. 11. Спектрофотометра ПЭ 5400 ВИ

Данные методы отличаются простотой, экспрессностью и доступностью, что делает их незаменимыми инструментами для оперативного контроля качества на пищевых производствах.

Лабораторная работа №11

Определение содержания нитрит-ионов в вареных колбасных изделиях с использованием визуальной колориметрической шкалы

Пищевые добавки — это вещества, которые добавляются в пищевые продукты в технологических целях для придания им определенных свойств, таких как аромат, цвет, вкус, консистенция, длительность хранения и другие. Они могут быть природными или искусственными и не употребляются в пищу человеком в отдельном виде, но используются в процессе производства, упаковки, транспортировки и хранения продуктов питания. В производстве колбасных изделий применяется пищевая добавка нитрит натрия (E250). Она используется для получения более насыщенного вкуса или аромата, придания привлекательного розового цвета колбасе, увеличения срока хранения продукции (нитрит натрия обладает антибактериальными и антиокислительными свойствами, что позволяет предотвратить рост вредных бактерий, в том числе возбудителя ботулизма, и замедлить процессы окисления).

Употребление нитрита натрия в пищевых продуктах связано с рядом рисков для здоровья, поскольку при высокой концентрации оно связывает гемоглобин в крови, что может вызвать проблемы с кровообращением и кислородным обменом, увеличить вероятность развития опухолей. Употребление нитрита натрия в пищевых продуктах требует осторожности, и его использование должно быть ограничено, чтобы избежать потенциальных рисков для здоровья. Дневное потребление нитритов с пищей, согласно ГОСТ Р 52196–2003 «Изделия колбасные вареные. Технические условия» массовая доля нитрита натрия для вареных колбас, сосисок, сарделек и пр. должно быть не выше допустимой суточной дозы 0,2 мг/кг или не более 0,005 % массы тела.

Определение основано на образовании в присутствии нитрит-ионов, окрашенного в розовый цвет продукта взаимодействия нафтиламина и сульфаниловой кислоты (реактив Грисса). Реакция проводится в уксуснокислой среде. Интенсивность окраски раствора пропорциональна содержанию нитрит-ионов в анализируемом продукте.

Цель работы – Определение содержания E250 в вареных колбасных изделиях методом визуальной колориметрической шкалы

Аппаратура, реактивы и материалы:

Аппаратура: мясорубка бытовая, химический стакан, весы ВТ-200, пипетка Мора вместимостью 10 см³, воронка лабораторная, цилиндр мерный на 50мл, мерная колба вместимостью 200 см³, мерная колба вместимостью 100 см³, пробирка, стеклянная палочка.

Материалы: дистиллированная вода, анализируемый продукт (вареная колбаса разных производителей), обеззоленные фильтры.

Реактивы: раствор Грисса; кислота уксусная, 30 %-й раствор; гидроксид натрия NaOH, 0,1 М раствор; сульфат цинка ZnSO₄, 0,45 %-й раствор; аммиак NH₃, 5 %-й раствор; соляная кислота HCl, 0,1 М раствор; нитрит натрия NaNO₂, 1 мкг/мл (раствор сравнения); дистиллированная вода.

Ход работы

1. С колбасных изделий удалить оболочку.
2. Пробы дважды измельчить на мясорубке с отверстиями решетки диаметром от 3 до 4 мм.
3. В химический стакан взвесить $5 \pm 0,01$ г подготовленной пробы.
4. Прилить в стакан 100 см^3 дистиллированной воды, нагретой до 55°C , и настоять смесь, перемешивая через каждые 10 мин, в течение 20 мин.
5. После настаивания из стакана берут 5 мл раствора в мерную колбу на 100 мл, наливают в колбу дистиллированную воду до метки и после перемешивания раствор фильтруют через плотный фильтр

Подготовка шкалы растворов NaNO_2 для фотометрической шкалы.

Для визуального исследования испытуемого раствора готовят шкалу растворов нитрита натрия. Готовят основное разведение нитритов с содержанием в 1 мл раствора 0,0005 мг нитрита натрия. В мерную колбу на 100 мл отвешивают 50 мг нитрита натрия и доливают до метки водой. 10 мл этого раствора разводят водой в мерной колбе на 100 мл и 1 мл вновь полученного раствора еще раз разводят водой в колбе такого же объема.

Отбирают 10 одинаковых градуированных пробирок из бесцветного стекла. На всех пробирках отмечают черточкой объем 12 мл. В пробирки отмеривают количество раствора нитрита натрия, соответствующее содержанию нитритов в 100 г продуктов:

Таблица 16.

№ пробирки	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Кол-во раствора, мл	0,8	1,6	2,4	3,2	4,0	4,8	5,6	6,4	7,2	8
Кол-во нитритов в 100 г продуктов, мг	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20

Проведения сравнения.

В пробирку такого же диаметра, как и пробирки шкалы растворов нитрита, наливают 8 мл экстракта. Затем во все пробирки быстро наливают по 2 мл реактива Грисса и доливают дистиллированной водой до черты, а в пробирку с исследуемым экстрактом прибавляют 2 мл воды. Содержимое всех пробирок помешивают стеклянной палочкой и оставляют стоять 20 мин. После этого окраску испытуемой пробирки сравнивают с окраской пробирок стандартной шкалы, наблюдая цвет сверху вниз на белом фоне. Если цвет раствора исследуемого экстракта интенсивнее цвета пробирки шкалы с максимальным содержанием нитритов, то экстракт разводят вдвое и после приготовленной шкалы производят исследование цвета вторично. Число мг нитрита, указанное на пробирке шкалы, соответствующей по цвету исследуемому экстракту, увеличивают вдвое.

Содержание нитритов в колбасе должно быть в пределах 5 мг%.

Оформление результатов работы

Результаты опытов оформить в виде таблицы.

Таблица 17.

Определение нитрит-ионов в вареных колбасных изделиях

№ п/п	Образец	Содержание нитрит-ионов по шкале	Содержание нитрит-ионов, %

На основании полученных данных сделать вывод о соблюдении предприятием требований ГОСТ.

Контрольные вопросы

1. Что такое колориметрия?
2. Как подразделяются колориметрические методы?
3. Каков основной принцип работы визуального колориметрического метода?
4. Что такое пищевые добавки?
5. С какой целью применяют нитрит натрия (E250) в производстве колбасных изделий?
6. Каковы риски для здоровья при чрезмерном потреблении E250?
7. Какова допустимая суточная доза нитрита натрия для вареных колбас?
8. Как готовится шкала растворов NaNO_2 для визуального исследования?
9. Какова последовательность работы при определении нитрита натрия (E250) в колбасных изделиях?
10. На чем основано определение нитрит-ионов?

Лабораторная работа №12

Определение каротина в плодоовощной продукции фотоколориметрическим методом

Растительные пигменты, окрашенные в жёлтый или оранжевый цвет, нерастворимы в воде, но растворимы в органических растворителях типа бензина, ацетона, петролейного эфира, гексана составляют группу каротиноидов. Наиболее известным представителем её является каротин – пигмент, придающий оранжевую окраску корнеплодам моркови, зёрнам кукурузы, наряду с хлорофиллом он окрашивает зелёные части растений. Формула каротина – $C_{40}H_{56}$. Обычно растительные пигменты представляют собой смесь двух-трёх изомеров, характерной особенностью каротиноидов является наличие в них значительного числа сопряжённых двойных связей (около 15), образующих их хромоформные группы, от которых зависит окраска. Предполагают, что каротиноиды как переносчики активного кислорода у растений играют важную роль в процессах фотосинтеза, дыхания, роста. Их значение в питании человека связано с тем, что при ферментативном разложении одной молекулы каротина в организме образуется 2 молекулы витамина А. Отсутствие или недостаток витамина А приводит к нарушению роста, снижению иммунитета, ослаблению зрения (куриная слепота). Наиболее важным его источником в пище человека являются листовые овощи (салат, шпинат, зелёный лук), морковь, томаты, жиры из печени морских рыб.

Цель работы – определить содержание провитамина А в плодоовощной продукции.

Аппаратура, реактивы и материалы:

Аппаратура: КФК-3, набор кювет, весы ВТ-200, фарфоровая ступка с пестиком, склянки с крышкой (на 100мл), пипетка Мора вместимостью 10 см³, колбы мерные на 100 мл, цилиндр мерный на 50мл, воронка лабораторная, ножницы.

Материалы: дистиллированная вода, анализируемый продукт (тыква, морковь, листья петрушки, томат, ягоды рябины, абрикос), обеззоленные фильтры.

Реактивы:

1. Окись алюминия (Al_2O_3), высушенная при 105⁰С в сушильном шкафу,
2. Натрий сернокислый безводный Na_2SO_4 (порошок),
3. Петролейный эфир.
4. Основной стандартный раствор двуххромовокислого калия ($K_2Cr_2O_7$) для построения графика на каротин (720 мг $K_2Cr_2O_7$ «х.ч» растворяют в 1 дм³(л) дистиллированной воды, 1см³ (мл) этого раствора соответствует 0,00416 мг каротина. Разведения готовят в колбах на 100 мл, доводя раствор до метки

Ход работы

- 1 . 20-30г анализируемого материала (свежие листья, корнеплоды или плоды) измельчить до 1-2 мм;
2. Взять навеску массой 3 г (с точностью до 0,01) и поместить в фарфоровую ступку, добавить 0,5 г соды (для нейтрализации кислот и стабилизации каротина) тщательно растереть с чистым мелким стеклом (около 0,5г)

3. Хорошо растертую массу вместе с остатками стекла перенести в склянку на 100 мл;

4. Цилиндром прилить 50 мл петролейного эфира;

5. Для удаления избыточной влажности в банку добавить смесь:

5 г Al_2O_3 + 0,3 г CaO;

6. Для полноты адсорбции пигментов смесь оставляют на 14-18 часов в тёмном месте;

7. Измерить оптическую плотность полученного раствора на электроколориметре КФК-3, с использованием синего светофильтра (длина волны 440 нм), используя кюветы с шириной внутренней камеры 0,5 см. В контрольную кювету наливают чистый петролейного эфир, а в опытную – изучаемый раствор, окрашенный каротином.

7.1. Установить в кюветное отделение кюветы (с шириной внутренней камеры 0,5 см) с растворителем, по отношению к которому производится измерение, и исследуемым раствором. Кювету с растворителем или контрольным раствором установить в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором – в ближнее гнездо кюветодержателя.

7.2. Установить длину волны 440 нм.

7.3. При закрытой крышке кюветного отделения нажать клавишу «Г». На нижнем цифровом табло слева от мигающей запятой высветится символ «Г». Нажать клавишу «Е». Слева от мигающей запятой высветится соответственно символ «Е», а справа от мигающей запятой – соответственно значения «0.000±0.002», означающие, что оптическая плотность (0.000) установлена на фотометре правильно.

7.4. Затем рукоятку установить вправо до упора, при этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. Отсчет на световом табло справа от мигающей запятой соответствует коэффициенту пропускания или оптической плотности исследуемого раствора.

7.5. Повторить операции три раза, вычислить среднее арифметическое значение измеряемой величины.

8. Построить спектральную кривую светопропускания или оптической плотности исследуемого раствора, откладывая по горизонтальной оси длины волн в нанометрах, а по вертикальной – светопропускание или оптическую плотность.

9. Цифру с ФЭКа переводят в каротин по графику (А).

Приготовление шкалы образцовых растворов:

В мерные колбы на 50 мл прилить соответственно 2, 5, 10, 15, 20 и 25 мл образцового раствора ($K_2Cr_2O_7$ с концентрацией 0,00416 мг каротина/1 мл). Раствор в колбах довести до метки дистиллированной водой, перемешать. Определить оптическую плотность полученных растворов на фотоэлектроколориметре (длина волны 440 нм).

По показаниям прибора при определении каротина в образцовых растворах построить калибровочный график: по оси ординат откладывая

количество мл исходного образцового раствора, по оси абсцисс – соответствующее значение оптической плотности.

Расчет результатов:

$$\text{Расчёт: } \frac{V \cdot A \cdot 100}{H}$$

где: V- объём петролейного эфира, мл;

A – каротин по графику, мг;

100 – коэффициент для перевода на 100 г навески,;

H – навеска, г.

Оформление результатов работы

Результаты опытов оформить в виде таблицы.

Таблица 18.

Содержание провитамина А в плодоовощной продукции

№ п/п	Образец	Оптическую плотность полученного раствора на КФК-3	Содержание каротина по графику	Содержание каротина мг/%

На основании полученных данных сделать вывод о содержании витамина А в плодоовощной продукции.

Контрольные вопросы

1. На каком явлении основаны фотоколориметрические методы?
2. Какие вещества можно определить с помощью фотоколориметрии?
3. Как работает фотоколориметрия?
4. Что такое каротин?
5. Что такое витамины?
6. Какова роль витамина А в питании человека?
7. Какие продукты богаты витамином А?
8. Как называется прибор для фотоколориметрирования?

9. Какие химические реакции использовались для окрашивания растворов при определении каротина?
10. С использованием какого светофильтра определяли витамин А?

Лабораторная работа № 13

Определение содержания бетанина в столовой свекле спектрофотометрическим методом

Корнеплоды столовой свеклы, имеющие ярко окрашенную мякоть, используются для изготовления гарнирной свеклы, свекольного сока с сахаром без мякоти и с мякотью, различных консервов для диетического питания, получения натуральных пищевых красителей, предназначенных для мясомолочной, кондитерской и пищевого концентратной промышленности.

Содержание красящих веществ в корнеплодах столовой свеклы зависит прежде всего, от особенностей сорта, а также от зрелости корнеплодов, их размеров, условий и длительности хранения.

Цель работы - определение содержания красящих веществ в столовой свекле спектрофотометрическим методом.

Метод основан на экстракции красящих веществ свеклы в кислой среде, измерении оптической плотности экстрактов и сравнении полученных значений плотностью стандартного раствора, в качестве которого используют 1 %-й водный раствор сернокислого кобальта.

Аппаратура, реактивы и материалы:

Аппаратура: спектрофотометр ПЭ 5400 ВИ, набор кювет, весы ВТ-200, стаканы лабораторные, колбы мерные вместимостью 250 см³, цилиндр мерный на 50мл, воронка лабораторная, стеклянная палочка, терка бытовая.

Материалы: дистиллированная вода, анализируемый продукт (сорта свеклы столовой с различным размером корнеплодов), обеззоленные фильтры.

Реактивы:

1. Концентрированной соляная кислота (HCl)
2. 1 %-й водный раствор сернокислого кобальта.

Ход работы

1. Взять корнеплоды свеклы разных сортов, с тремя диаметрами (мелкий, средний, крупный) вымыть, обсушить фильтровальной бумагой.
2. Измельчить с помощью терки до 1-2 мм.
3. Отвесить навеску массой 1 г (с точностью до 0,01) и поместить в химические стаканы на 100 мл.
4. В мезгу прилить 50 мл дистиллированной воды, тщательно перемешать.
5. С помощью воронки перенести полученную массу в мерные колбы на 250 мл.

6. В каждую колбу прилить по 10 мл концентрированной соляной кислоты, довести объем содержимого до метки дистиллированной водой, перемешать.

7. Отфильтровать полученные экстракты с помощью бумажных фильтров.

8. Определить оптическую плотность стандартного раствора сульфата кобальта и полученных экстрактов на спектрофотометре ПЭ 5400 ВИ, используя кювету толщиной 10 мм, при длине волны 535 нм .

9. Рассчитать концентрацию бетанина и бетаксантина по формуле

$$X = \frac{0,022 D_1 \times 100}{m \times D_2}$$

где .X – содержание бетанина , г/100 г;

0,022 – масса красящих веществ, которые по окраске соответствуют 1 дм³ стандартного раствора, г;

D1 – оптическая плотность исследуемого раствора, отн. ед.;

D2 – оптическая плотность стандартного раствора, отн. ед.;

m – масса навески, взятой для эксперимента, г.

Оформление результатов работы

Результаты опытов оформить в виде таблицы.

Таблица 19.

Содержание бетанина в корнеплодах столовой свеклы

№ п/п	Образец	Размер корнеплода, см	Содержание бетанина г/кг сырой массы

На основании полученных данных сделать вывод о содержании бетанина в корнеплодах столовой свеклы от сортовых особенностей.

Контрольные вопросы

1. В чем разница между колориметрическими и спектрофотометрическими методами?
2. На каком явлении основаны спектрофотометрические методы?
3. Какие вещества можно определить с помощью спектрофотометрии?
4. Как работает спектрофотометр ПЭ 5400 ВИ?
5. Что такое бетанин?
6. Как подготовить пробы для определения бетанина спектрофотометрическим методом?
7. На чем основан метод определения содержания красящих веществ в столовой свекле?
8. Для изготовления какой продукции используются корнеплоды столовой свеклы?
9. Какова толщина кювюты для определения содержания бетанина в корнеплодах столовой свеклы?
10. С использованием, какого светофильтра определяли бетанина?

Лабораторная работа № 14

Определение содержания меди и цинка в плодах томата и листьях салата атомно-абсорбционным методом

Загрязнение окружающей среды приводит к тому, что тяжелые металлы взаимодействуют с экосистемами, биоаккумулируются и проходят по пищевой цепи. Потребители широко осведомлены о токсичных веществах, которые могут вызвать немедленные последствия или даже смерть. Однако иначе обстоит дело с другой группой веществ, таких как тяжелые металлы, которые из-за их стойкости могут оставаться незамеченными в организмах и протекать длительное время бессимптомно. Накопление в органах и тканях человека ТМ может вызывать тератогенные и канцерогенные эффекты. Пероральное введение высокой концентрации меди оказывает воздействие на почки, печень, кроветворную, иммунную, скелетную и сердечно-сосудистую системы. Потребление высокой концентрации цинка может вызывать анемию и нарушения иммунной системы. Кроме того, тяжелые металлы могут проникать через гематоэнцефалический и плацентарный барьеры и вызывать различные мутагенные состояния. Все эти факты способствуют тому, что токсичные металлы становятся основными мишенями для обнаружения в процессах контроля качества продукции. Всемирная организация здравоохранения разработала требования, которые определяют пороговые значения (ПДК) в продовольственном сырье и пищевых продуктах.

Для количественного выявления ТМ в настоящее время широко применяется метод атомно-абсорбционной спектрофотометрии.



Рис. 12. Спектр 5-4

Цель работы - определение количественного содержания Cu и Zn в плодах томата и листьях салата путем атомно-абсорбционной спектроскопии.

Метод основан на измерении величины поглощения луча света, проходящего через атомный пар исследуемой пробы. После прохождения через атомные пары исследуемой пробы луч света поступает на монохроматор, а затем на приёмник, который и регистрирует интенсивность излучения.

Количественный анализ в атомно-абсорбционном методе основан на измерении величины поглощения света атомами анализируемого вещества. Так же как и для молекулярного поглощения, интенсивность электромагнитного излучения ослабляется, при прохождении через поглощающий слой паров атомов, прямо пропорционально их концентрации. Это изменение интенсивности света описывается законом Бугера-Ламберта-Бера (в интегральной форме):

$$\lg J/J_0 = A = klc,$$

где J_0 – интенсивность падающего монохроматического света;

J – интенсивность прошедшего через пламя света;

k – коэффициент поглощения;

l – толщина светопоглощающего слоя (пламени);

c – концентрация.

Постоянство толщины светопоглощающего слоя (пламени) достигается с помощью горелок специальной конструкции.

Методы атомно-абсорбционного спектрального анализа находят широкое применение для анализа практически любого технического или природного объекта, особенно в тех случаях, когда необходимо определить небольшие количества элементов.

Методики атомно-абсорбционного определения разработаны более чем для 70 элементов.

Аппаратура, реактивы и материалы:

Аппаратура и материалы: весы GF-200, печь муфельная ПМ-8, плитка электрическая, атомно-абсорбционный спектрофотометр «Спектр-5» со спектральным диапазоном от 190 до 900 нм и пределом допустимой относительной погрешности не более +/- 2%, лампы с полым катодом, шкаф сушильный SNOL 58/350, мерные колбы на 25 мл, мерные колбы на 100 мл,

тигли фарфоровые, пипетки Мора на 10см³, цилиндры мерные, воронки лабораторная диаметром 5-8 см.

Материалы: дистиллированная вода, анализируемый продукт (томат, листья салата), обеззоленные фильтры (синяя лента).

Реактивы:

1. Кислота азотная (HNO₃) 1:1.
2. Кислота азотная (HNO₃) -1% раствор.
3. Стандартный образец состава раствора ионов меди с аттестованным значением массовой концентрации 1,0 г/дм³ и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения не более +/- 1%.
4. Стандартный образец состава раствора ионов цинка с аттестованным значением массовой концентрации 1,0 г/дм³ и границами допускаемых значений относительной погрешности аттестованного значения не более +/- 1%.

Ход работы:

1. Взять плоды томата и листья салата, вымыть, обсушить фильтровальной бумагой.
2. Измельчить продукты с помощью ножа.
3. Подсушить продукты в сушильном шкафу до постоянной массы, при температуре 150⁰С.
4. Отвесить навеску массой 5 г (с точностью до 0,001) и поместить в предварительно взвешенные фарфоровые тигли.
5. Тигли поместить на электрическую плиту и обуглить материал до прекращения выделения дыма.
6. Перенести фарфоровые тигли с золой в муфельную печь Пм-8 и провести минерализацию образцов методом сухого озоления (по ГОСТ 26657-85) при температуре 450 С⁰. Озоление вести до белой золы.
7. Полученную золу смочить 1-5 см³ азотной кислоты(1:1).
8. Прилить 25 мл 1% раствора HNO₃.
9. Профильтровать полученный раствор, через фильтр «синяя лента» в мерные колбы, с объемом 25мл(объем довести до метки той же кислотой).
10. Определить концентрацию Cu на атомно-абсорбционном спектрофотометре «Спектр-5-4» при длине волны 324,8 нм, используя пропаново-воздушное пламя .
11. Определить концентрацию Zn на атомно-абсорбционном спектрофотометре«Спектр-5-4» при длине волны 213,9нм, используя пропаново-воздушное пламя .

Таблица 20.

Оптимальные аппаратные параметры спектрометра «Спектр-5-4»

Определяемый элемент	Источник света	Длина волны, нм	Ток ЛПК, мА	Щель монохроматора, мм
Медь	ЛПК	324,8	25	0,25
Цинк	ЛПК	213,9	20	0,25

Приготовление градуированных растворов

1. Исходные растворы элементов готовят из ГСО состава растворов металлов.

2. Промежуточные растворы элементов готовят последовательным разбавлением исходных растворов 10 и 100 раз 1% HNO_3 . Срок хранения образцов не более года. Диапазон рабочих концентраций для цинка-0,1-1, для меди-0,05-5 мг/дм³.

3. В качестве нулевого стандарта (бланка) применяется 1%-ный раствор HNO_3 .

Проведение измерений

Атомно-абсорбционный спектрометр готовят к измерениям в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра.

Измеряют поглощение излучения измеряемого элемента в аналитических условиях, приведенных в таблице 20. Для каждого градуировочного раствора выполняют не менее трех измерений и рассчитывают среднеарифметическое значение сигнала.

В режиме «Градуировка» (анализатор работает совместно с компьютером) измеряют абсорбцию растворов сравнения в порядке возрастания концентрации.

После построения графика переходят в режим «Анализ» и проводят измерения концентрации металла в пробах.

Расчетное содержание металла считывают с экрана монитора или распечатывают на принтере, также в пакете программы предусмотрена возможность хранения протокола анализируемых проб.

При проведении длительной серии измерений проверяют установку нуля и градуировку после измерения каждого десятого раствора.

Расчет и выражение результатов

С помощью программного обеспечения ААС-спектрометра вычисляют значения b (углового коэффициента линейной градуировочной функции) и a (свободного члена линейной зависимости градуировочной кривой), затем по уравнению регрессии вычисляют массовую концентрацию определяемого элемента X (цинка или меди) в анализируемом растворе по формуле

$$X = \frac{(C - C_0) \cdot V \cdot D}{m}$$

где X - массовая доля анализируемого элемента, мг/кг;

C - концентрация элемента в испытуемом растворе мг/дм³;

C_0 - массовая концентрация анализируемого элемента в "холостом" растворе, мг/дм³;

V – исходный объем испытуемого раствора, см³;
D - коэффициент разбавления,
m - масса навески пробы, г.

Оформление результатов работы

Результаты опытов оформите в виде таблицы.

Таблица 21.

Содержание Cu и Zn в плодах томата и листьях салата

№ п/п тигля	Образец	Вес пустого тигля	Вес навески	Содержание Cu мг/кг	Содержание Zn мг/кг

На основании полученных данных и таблицы 22 сделать вывод о качестве продукции по содержанию Cu и Zn в плодах томата и листьях салата.

Таблица 22.

Предельно допустимые концентрации тяжелых металлов и мышьяка в продовольственном сырье и пищевых продуктах

Пищевые продукты	Элементы (мг/кг)					
	Свинец	Кадмий	Мышьяк	Ртуть	Медь	Цинк
1	2	3	4	5	6	7
Зерновые <*>	0,5 (0,3) <*>	0,1 (0,03)	0,2	0,03	10,0	50,0
Зернобобовые	0,5 (0,3)	0,1 (0,03)	0,3	0,02	10,0	50,0
Крупы <*>	0,5 (0,3)	0,1 (0,03)	0,2	0,03	10,0	50,0
Мука, кондитерские изделия	0,5 (0,3)	0,1 (0,03)	0,2	0,02	10,0	50,0
Хлеб	0,3	0,05	0,1	0,01	5,0	25,0
Бараночные и сухарные изделия	0,5	0,1	0,2	0,02	10,0	30,0
Отруби пшеничные	1,0	0,1	0,2	0,03	20,0	130,0
Соль поваренная	2,0	0,1	1,0	0,01	3,0	10,0
Крахмал	0,5	0,1	0,1	0,02	10,0	30,0
Сахар-песок	1,0	0,05	0,5	0,01	1,0	3,0
Пектин	1,0	0,1	0,5	0,1	10,0	30,0
Желатин	2,0	0,03	1,0	0,05	15,0	100,0
Орехи (ядро)	0,5	0,1	0,3	0,03	20,0	50,0
Конфеты	1,0	0,1	0,5	0,01	15,0	30,0
Какао-порошок и шоколад	1,0	0,5	1,0	0,1	50,0	70,0
Печенье	0,5	0,1	0,3	0,02	10,0	30,0

Семена	1,0					
подсолнечника, халва						
Молоко, кисломолочные изделия	0,1 (0,05)	0,03 (0,02)	0,05	0,005	1,0	5,0
Молоко сгущенное консервированное	0,3	0,1	0,15	0,015	3,0	15,0
Молоко сухое <***>	0,1 (0,05)	0,03	0,05	0,005	1,0	5,0
Сыры, творог	0,3	0,2	0,2	0,02	4,0	50,0
Масло сливочное	0,1	0,03	0,1	0,03	0,5	5,0
Казеин	0,3	0,2			4,0	50,0
Масло растительное	0,1	0,05	0,1	0,03	0,5	5,0
Маргарины и кулинарные жиры	0,1	0,05	0,1	0,05	1,0	10,0
Овощи свежие и свежемороженые	0,5	0,03	0,2	0,02	5,0	10,0
Фрукты, ягоды свежие и свежемороженые	0,4	0,03	0,2	0,02	5,0	10,0
Грибы свежие, консервированные и сухие <***>	0,5	0,1	0,5	0,05	10,0	20,0
Чай	10,0	1,0	1,0	0,1	100,0	
Консервы овощные в стеклянной, алюминиевой и цельнотянутой жестяной таре	0,5	0,03	0,2	0,02	5,0	10,0
Консервы овощные в сборной жестяной таре	1,0	0,05	0,2	0,02	5,0	10,0
Консервы фруктовые и ягодные и соки в стеклянной, алюминиевой и цельнотянутой жестяной таре	0,4	0,03	0,2	0,02	5,0	10,0
Консервы фруктовые и ягодные и соки в сборной жестяной таре	1,0	0,05	0,2	0,02	5,0	10,0
Овощи сушеные и консервированные <***>	0,5	0,03	0,2	0,02	5,0	10,0
Фрукты и ягоды консервированные и сушеные <***>	0,4	0,03	0,2	0,02	5,0	10,0
Специи и пряности	5,0	0,2	5,0			
Изоляты и концентраты белка	1,0	0,1	1,0	0,03	30,0	
Мясо и птица свежие и мороженые	0,5	0,05	0,1	0,03	5,0	70,0
Колбасные вареные изделия из мяса и птицы	0,5	0,05	0,1	0,03	5,0	70,0
Консервы из мяса и птицы в стеклянной, алюминиевой и цельнотянутой жестяной таре	0,5	0,05	0,1	0,03	5,0	70,0
Консервы из мяса и птицы в сборной жестяной таре	1,0	0,1	0,1	0,03	5,0	70,0
Внутренние органы мясные и птичные и продукты их	0,6	0,3	1,0	0,1	20,0	100,0

переработки						
Почки и продукты их переработки	1,0	1,0	1,0	0,2	20,0	100,0
Яйца	0,3	0,01	0,1	0,02	3,0	50,0
Яичный порошок	3,0	0,1	0,5	0,1	15,0	200,0
Жиры животные	0,1	0,03	0,1	0,03	0,5	5,0
Рыба свежая охлажденная и мороженая пресноводная						
хищная	1,0	0,2	1,0	0,6	10,0	40,0
не хищная	1,0	0,2	1,0	0,3	10,0	40,0
Рыба свежая охлажденная и мороженая морская	1,0	0,2	5,0	0,4	10,0	40,0
Рыба тунцовая	2,0	0,2	5,0	0,7	10,0	40,0
Рыба консервированная в стеклянной, алюминиевой и цельнотянутой жестяной таре						
пресноводная	1,0	0,2	1,0	0,3	10,0	40,0
морская	1,0	0,2	5,0	0,4	10,0	40,0
тунцовая	2,0	0,2	5,0	0,7	10,0	40,0
Рыба консервированная в сборной жестяной таре						
пресноводная	1,0	0,2	1,0	0,3	10,0	40,0
морская	1,0	0,2	5,0	0,4	10,0	40,0
тунцовая	2,0	0,2	5,0	0,7	10,0	40,0
Моллюски и ракообразные	10,0	2,0	2,0	0,2	30,0	200,0
Минеральные воды	0,1	0,01	0,1	0,005	1,0	5,0
Напитки на настоях и эссенциях	0,3	0,03	0,1	0,005	3,0	10,0
Пиво, вино и другие спиртные напитки	0,3	0,03	0,2	0,005	5,0	10,0
Продукты на молочной основе	0,05	0,02	0,05	0,005	1,0	5,0
Продукты на зерномолочной основе	0,1	0,02	0,1	0,01	5,0	10,0
Продукты на овощной и фруктовой основе	0,3	0,02	0,2	0,01	5,0	10,0
Продукты на мясной и птичной основе	0,3	0,03	0,1	0,02	5,0	50,0
Продукты на рыбной основе	0,5	0,1	0,5	0,15	10,0	30,0
Общий предел (ПДК) для продуктов, не вошедших в данный перечень	1,0	0,05	1,0	0,02	25,0	50,0

Контрольные вопросы

1. На чем основан метод атомной абсорбции?
2. С абсорбцией какого вида излучения имеют дело в атомно-абсорбционном анализе?
3. Какие элементы можно определить с помощью атомной абсорбции?

4. Каковы оптимальные аппаратные параметры спектрометра «Спектр-5-4» при определении меди и цинка?
5. Каким уравнением описывается поглощение атомной плазмы?
6. Как готовятся растворы сравнения?
7. Какова роль лампы с полым катодом?
8. Как проводится анализ проб на «Спектр-5-4»?
9. Как строится градуировочный график на «Спектр-5-4» ?
10. Как вычисляют массовую концентрацию определяемого элемента?

ТЕМА 5. ЭКСПРЕСС - МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА ПРОДУКТОВ

В настоящее время благодаря постоянному росту достижений научно-технического прогресса увеличивается количество новых методик, а также и приборов для измерения целого ряда показателей во многих отраслях пищевой промышленности. Применение экспресс-методов определения показателей качества продуктов, основаны на компьютерных технологиях. В основе этих методов заложена компьютерная визуализация просканированных изображений образцов. С их помощью определяются показатели качества сырья, полуфабрикатов и готовых изделий.

Лабораторная работа № 15

Определение процентного содержания жира, сухого обезжиренного остатка (СОМО) и плотности в пробах молока с помощью ультразвукового анализатора качества молока «Лактан1-4»

Анализатор «Лактан 1-4» обеспечивает измерение в молоке и сливках массовой доли жира, СОМО и плотности. Принцип действия приборов основан на зависимости скорости распространения ультразвуковых колебаний в молоке, от его состава. Объектом исследования может быть помимо цельного восстановленное молоко, консервированная проба молока, обезжиренное молоко и сливки разной жирности. Диапазон измерений массовой доли жира составляет от 0 до 20 % (для сливок жирностью выше 15 % перед анализом готовится разведение), СОМО -- от 6 до 12 %, плотности -- от 1000 до 1040 кг/м³. В качестве консерванта для проб молока можно использовать дихромат калия.

Анализатор «Лактан 1-4», внешний вид которого показан на рис. 2, размещен в пластмассовом корпусе, состоящем из двух разъемных частей: верхней и нижней.

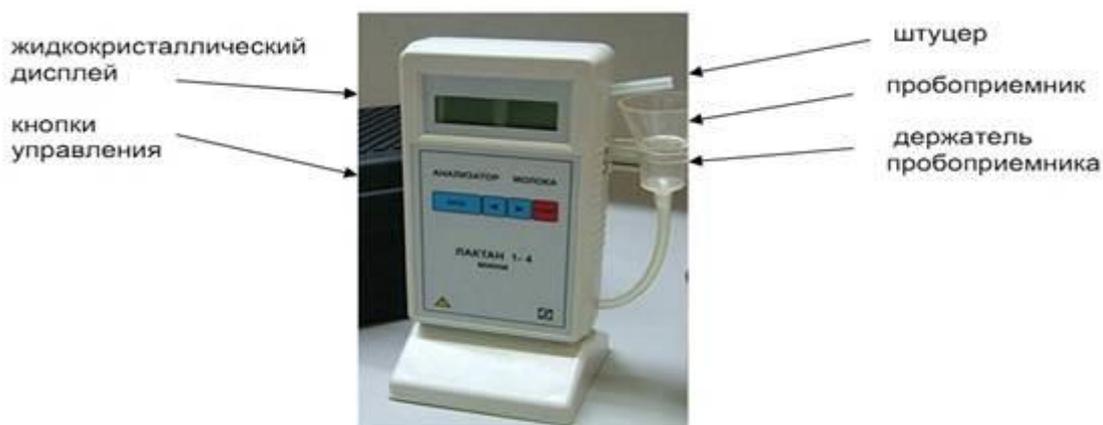


Рис. 13. Ультразвуковой анализатор качества молока «Лактан 1-4»

В верхней части расположены все основные детали анализатора, в нижней части находится источник питания. Нижняя часть также служит

подставкой, обеспечивающей устойчивость анализатора в рабочем положении. Верхняя и нижняя части соединены в этом положении направляющими, которые также служат контактами для электрической связи анализатора с источником питания. На передней панели расположены: цифровой индикатор, держатель для фиксации пробозаборника, кнопка для выбора режима работы анализатора, разъем для подключения аккумулятора.

Созданы 4 модели анализатора «Лактан-Супер». Анализаторы моделей 150 и 200 производительностью до 30 проб в час рассчитаны для применения на молочных заводах малой и средней мощности, в фермерских хозяйствах. Приборы моделей 500 и 550 производительностью до 200 проб в час можно использовать на крупных молочных предприятиях, в селекционных центрах, региональных лабораториях.

Цель работы: ознакомиться с методикой определения физико-химических показателей в пробах молока с помощью ультразвуковой анализатора качества молока «Лактан 1-4».

Аппаратура и материалы:

Аппаратура: УЗ-прибор «Лактан 1-4» колба, термометр,

Материалы: питьевое молоко.

Порядок выполнения работы

В основу работы анализатора положен принцип измерения скорости распространения ультразвука, которая является функцией массовой доли жира, СОМО, плотности и температуры молока (сливок).

Анализатор состоит из системы приема молока (сливок), блока нагрева и термостатирования, устройства измерения и вычисления на базе микроЭВМ. В режиме измерения проба последовательно подогревается до двух заданных температур.

Перед началом работы прибор приводят в рабочее положение. В анализаторе «Лактан 1-4» после установки стаканчика с пробой молока в положение «Измерение» включают кнопку «Пуск», и на узел управления поршневым микронасосом поступает сигнал. Происходит забор пробы молока в измерительную ячейку, в которой в течение 1,5 мин она нагревается и термостатируется при температуре 41°C. Затем в течение 5 с при этой температуре измеряют частоту генератора, которая пропорциональна скорости распространения ультразвука. После этого проба нагревается до температуры 65°C, вновь измеряется частота генератора. По значениям найденных частот микроЭВМ вычисляет массовые доли жира и СОМО, значения которых отображаются на индикаторах (каждые 5 с). После определения массовых долей молоко сливается в стаканчик с пробой.

Подготовка анализатора к использованию

- 1.1 Требования к измеряемым образцам:
- 1) К анализу допускается свежее, консервированное, пастеризованное, нормализованное, восстановленное, обезжиренное молоко и молоко длительного хранения.

- 2) Отбор проб проводится по ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809 (для молока и сливок), по ГОСТ 3622 (для сухого молока, концентрированного молока и мороженого) и в соответствии с указаниями методики выполнения измерений (далее МВИ).

- 3) Подготовка проб производится в соответствии с требованиями МВИ.

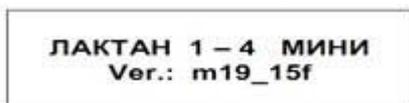
- 4) Рабочий объем анализируемой пробы молока - 25 мм³.

- 5) Кислотность анализируемого молока не более 20 Т°.

- 6) Температура анализируемого молока от 15°С до 35°С.

- 2.1 Подготовка анализатора к работе

Установите анализатор на горизонтальной плоскости, обеспечив удобство работы и условия естественной вентиляции. Установите пробоприемник в держатель. Подсоедините блок питания к сети ~220 В или кабель для питания от бортовой сети автомобиля к прикуривателю автомобиля 12 В. Подсоедините выходной разъем блока питания (или кабель для питания от бортовой сети автомобиля) к разъему подключения источника питания анализатора 1. На дисплее появится сообщение:



ЛАКТАН 1 – 4 МИНИ
Ver.: m19_15f

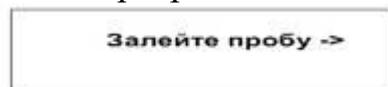
Через 2 секунды в нижней строке дисплея появляется серийный номер Вашего анализатора, а затем номер текущего анализируемого продукта (номер градуировки). Анализатор включит режим прогрева и на дисплее появится сообщение:



подождите...

На прогрев анализатора уйдет не более 5 минут.

После прогрева на дисплее появиться сообщение:



Залейте пробу ->

Вход в сервисное меню осуществляется следующим образом: нажмите одновременно кнопки «ВВОД» и «СТАРТ», затем отпустите кнопку «СТАРТ», продолжая удерживать кнопку «ВВОД», пока на индикаторе не появится надпись:



*** МЕНЮ ***

Нажмите кнопку «<>» или «>>» для выбора пункта меню.

Меню состоит из двух пунктов:

- 1. Выбор продукта (выбор градуировки). Если Ваш анализатор отградуирован для измерения более чем одного типа продуктов (или имеет несколько вариантов градуировки), Вы можете выбрать нужный продукт (один из пяти).

• 2. Язык сообщений. В данном пункте можно поменять язык сообщений, выводимых на дисплей (русский/английский). При работе с меню используются следующие кнопки:

«ВВОД» - подтверждение выбранного пункта.

«<» или «>» - выбор нужного пункта.

Для выхода из меню нажмите кнопку «СТАРТ».

2.4 Использование анализатора

Убедитесь, что анализатор готов к работе - на дисплее должно быть выведено сообщение:



Налейте пробу в пробоприемник. Анализатор начнет измерение автоматически. На дисплее появится сообщение:



Во время измерения нижняя строчка дисплея будет заполняться прямоугольниками. Процесс измерения завершится, когда вся нижняя строка заполнится прямоугольниками. После окончания измерения на дисплее появятся результаты:



Где: Ж - жир;

С- СОМО; В - вода;

П - плотность.

Промывка

- * отсоедините шнур питания от сети;
- * подогрейте чистую воду до 50-60 °С и разведите в ней Реактив № 1 (0,5г. на 100 мл. воды);
- * налейте в пробоприемник данный раствор (промывочный раствор № 1);
- * подсоедините шприц для промывки к штуцеру и произведите поршнем шприца 10-15 возвратно-поступательных движений;
- * смените промывочный раствор и повторите промывку;
- * меняйте воду до тех пор, пока вода не станет прозрачной;
- * промойте измерительный канал анализатора дистиллированной водой;
- * продуйте канал пустым шприцем.

Оформление результатов работы

Результаты опытов оформить в виде таблицы.

Таблица 23.

Определение качества молока разных производителей с помощью ультразвукового анализатора «Лактан 1-4»

Показатели	Образец №1	Образец №2	Образец №3	В соответствии с ГОСТ
Массовая доля жира, %				
Массовая доля СОМО, %				
Массовая доля белка, %				
Массовая доля лактозы, %				
Массовая доля солей, %				
Плотность, кг/м ³				

На основании полученных данных сделать вывод о качестве продукции в соответствии с ГОСТ

Лабораторная работа № 16

Определение качества спиртосодержащих напитков с помощью ультразвукового анализатора «Колос-2»

Анализатор «Колос-2» предназначен для измерения массовой доли этилового спирта и массовой доли экстракта в спиртосодержащих напитках, алкогольной, слабоалкогольной продукции и водно-спиртовых растворах, а также экстрактивности начального сусла в пиве. Принцип действия прибора основан на зависимости скорости распространения ультразвуковых колебаний и выходных сигналов в зависимости от значений измеряемых параметров спиртосодержащей жидкости.

Объектом исследования может быть производство и переработка продукции виноделия, пивоварения и ликероводочное производство, а также экспресс-анализ при экспертном контроле качества товаров и материалов.

Диапазон измерений массовой доли спирта составляет от 0,1 до 94 %, объемной доли спирта от 0,1 до 96 %, массовой доли действительного экстракта - от 0,5 до 12, экстрактивности начального сусла от 8 до 23 %. Анализатор «Колос-2», внешний вид которого показан на **рис. 14**, представляет собой переносное настольное устройство. Он состоит из пробоприемника с

системой термостабилизации, источника ультразвуковых колебаний, детектора, усилителя, микропроцессорного блока регистрации и обработки данных, жидкокристаллического дисплея. Работой прибора управляет микропроцессор. Анализатор Колос-2 производительностью 6 проб в час рассчитаны для применения на спиртзаводах малой и средней мощности, для индивидуальных предпринимателей.



Рис. 14. Общий вид анализатора

Градуировка анализатора осуществляется по образцам, состав которых определен по стандартизованным методикам измерений. Параметры градуировочных характеристик хранятся в памяти анализатора.

При выполнении измерений соблюдаются условия:

1. Температура окружающего воздуха от 10°C до 35°C;
2. Относительная влажность воздуха до 80% при 35°C;
3. Атмосферное давление от 84 до 106 кПа;
4. Температура анализируемой пробы от 5°C до 30°C;
5. Напряжение питания:
в сети частотой 50 Гц от 187В до 242В;
от источника постоянного тока от 10В до 15В.

Цель работы: ознакомиться с методикой определения физико-химических показателей в проборе спиртосодержащих напитков с помощью ультразвукового анализатора «Колос-2».

Аппаратура: УЗ-прибор «Колос-2» стакан лабораторный.

Материалы: пиво различных производителей.

Ход работы

В основу работы анализатора положен принцип измерения скорости распространения ультразвука, которая является функцией массовой доли спирта, объемной доли спирта, массовой доли действительного экстракта -, экстрактивности начального сусла.

1. Перед началом работы прибор приводят в рабочее положение, далее необходимо включить анализатор с помощью выключателя на задней части блока питания.

2. Перед проведением работ желательно прогреть прибор в течении 5-10 минут (если в период прогрева анализатора в пробоприемнике находилась вода или остатки пробы, то для выхода в режим готовности необходимо выполнить слив пробы).

3. На дисплее появится надпись «залейте пробу». Пробу следует заливать в пробоприемник до уровня на (5-7) мм ниже его верхней кромки. Для измерения пробу пива освобождают от двуокиси углерода по ГОСТ 12787–81 и наливают в пробоприемник анализатора. В это время при необходимости можно изменить режим измерения, градуировку, настройки и параметры анализатора.

4. После залива пробы автоматически включается термостат измерительной камеры. На дисплее высвечивается схематическая «дорожка» времени измерения и анализатор определяет действие как «подготовка» и далее «измерение».

5. Через 2–3 мин на индикаторе анализатора высвечиваются результаты измерений, просмотр которых осуществляется кнопками «▼», «▲»

Индикация результатов производится с дискретностью отсчета 0,01%.

Оформление результатов работы

Результаты опытов оформить в виде таблицы.

Таблица 24.

Результаты исследования физико-химических показателей пива на анализаторе "Колос-2"

Показатели	Образец №1	Образец №2	В соответствии с ГОСТ
Режим 1			
массовая доля спирта, %			
объемная доля спирта, %			
массовая доля действительного экстракта, %			
экстрактивность начального сусла, %			
температура, °С			
Режим 2			
плотность, г/см ³			
плотность, D20/D20			
видимый экстракт, %			
видимая степень сбраживания, %			
действительная степень сбраживания, %			

Контрольные вопросы

1. Что такое экспресс-метод?
2. На чем основан УЗ-метод анализа?
3. Какие параметры измеряют УЗ-методом?
4. Какие требования предъявляют к заготавливаемому молоку по физико-химическим показателям?
5. Какие физико-химические показатели можно определить на анализаторе "Лактан"?
6. Какой диапазон измерений основных показателей качества в анализаторе "Лактан"?
7. Как подготовить пробы молока и сливок к анализу на анализаторе "Лактан" ?
8. Какие физико-химические показатели пива можно определить на анализаторе "Колос-2"?
9. Какие условия необходимо соблюдать при выполнении измерений на анализаторе "Колос-2"?
10. Какие показатели пива регламентируются ГОСТом?

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Базарнова Ю.Г. Методы исследования сырья и готовой продукции: Учеб.-метод. пособие. СПб.: НИУ ИТМО; ИХиБТ, 2013.- 76 с.
2. Брайкова, А.М. Методы и средства исследования товаров: лабораторный практикум для студентов специальности «Товароведение и экспертиза товаров, «Товароведение и торговое предпринимательство» / А. М. Брайкова. – Минск: БГЭУ, 2021. – 243 с.
3. Глоба, И. И. Оптические методы и приборы контроля качества промышленных и продовольственных товаров. Лабораторный практикум : учеб.-метод. пособие для студентов специальности 1-54 01 03 «Физико-химические методы и приборы контроля качества продукции» / И. И. Глоба, А. А. Галиновский. – Минск: БГТУ, 2012 – 250 с.
4. Захаров В.Л. Методы исследований пищевых производств: лабораторный практикум. – Елец: ЕГУ им. И.А. Бунина, 2016. – 62 с.
5. Маркина С.Ю. М 25 Лабораторный практикум по определению качества продуктов питания: Методическая разработка. - Йошкар-Ола: ГБУ ДПО Республики Марий Эл «Марийский институт образования», 2016. – 24 с.
6. Лабораторный практикум по пищевой химии / О. Ю. Лобанкова, В. В. Агеев, А. Н. Есаулко и др. : учебное пособие. – Ставрополь : АГРУС, 2010. – 96 с.
7. Поддубных, Л.П. Физико-химические методы анализа: учеб.-метод. пособие / Л.П. Поддубных; Краснояр. гос. аграр. ун-т. – Красноярск, 2015. – 148 с.
8. Сидоренко, Г.А., Методы исследования свойств сырья [Текст]: методические указания к лабораторным работам / Г.А. Сидоренко, –Оренбург: РИК ГОУ ОГУ, 2007 – 25 с.
9. Хохлова, А.И. Использование рефрактометрического метода анализа для исследования свойств сырья и продуктов питания: метод. указания / А.И. Хохлова; Краснояр. гос. аграр. ун-т. – Красноярск, 2006 – 14 с.

