

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна

Должность: проректор по учебной работе

Дата подписания: 30.10.2023 14:52:14

Уникальный программный ключ:

0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d088

## МИНОБРАЗОВАНИЯ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования  
«Юго-Западный государственный университет»  
(ЮЗГУ)

Кафедра товароведения, технологии и экспертизы товаров



### МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

Методические указания по выполнению лабораторных работ для студентов направления подготовки 19.04.03 «Продукты питания животного происхождения»

Курск 2021

УДК: 664

Составитель: А.Г. Беляев

### Рецензент

Кандидат сельскохозяйственных наук, доцент *А.Г. Калужских*

**Методы исследования свойств сырья и готовой продукции:**  
методические указания по выполнению лабораторных работ / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Г. Беляев. Курск, 2021. 33 с.: Библиогр.: с.33

Приводится перечень лабораторных работ, цель их выполнения, материальное обеспечение, вопросы для подготовки, краткие теоретические сведения, задания, рекомендуемая литература.

Предназначены для студентов направления подготовки 19.04.03 «Продукты питания животного происхождения» заочной формы обучения.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать      Формат 60x84 1/16.  
Усл. печ. л. 1,74      Уч.-изд. л. 1,58      Тираж 50 экз.      Заказ.      Бесплатно.  
Юго-Западный государственный университет.  
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

**СОДЕРЖАНИЕ**

Введение	4
Лабораторная работа №1 Пробоподготовка, молока, для исследования микроэлементов с помощью микроволновой системы пробоподготовки, и муфельной печи. Техника безопасности при работе в химической лаборатории.	6
Лабораторная работа №2 Исследование продуктов питания с использованием УФ вид спектрометра. Определение фосфора в молоке. Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора.	12
Лабораторная работа №3 Определение тяжелых металлов методом инверсионной вольтамперметрии.	15
Лабораторная работа №4 Определение доброкачественности и фальсификации пищевых продуктов методом люминоскопии	22
Лабораторная работа №5 Определение массовой доли белков в молоке методом формольного титрования и колориметрическим методом	28
Список рекомендуемой литературы	33

## **ВВЕДЕНИЕ**

Методические указания к выполнению лабораторных работ предназначены для студентов направления для студентов направления подготовки 19.04.03 «Продукты питания животного происхождения» с целью закрепления и углубления ими знаний, полученных на лекциях и при самостоятельном изучении учебной литературы.

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями Федерального государственного образовательного стандарта. Перечень лабораторных работ, их объем соответствуют учебному плану и рабочей программе дисциплины. При подготовке к занятиям студенты должны изучить соответствующий теоретический материал по учебной литературе, конспекту лекций, выполнить задания для самостоятельной работы. Студенты должны ознакомиться с содержанием и порядком выполнения лабораторной работы.

Каждое занятие содержит цель его выполнения, материальное обеспечение, рекомендуемые для изучения литературные источники, вопросы для подготовки, краткие теоретические сведения, задания для выполнения. При выполнении лабораторных работ основным методом обучения является самостоятельная работа студентов с высоким уровнем индивидуализации заданий под руководством преподавателя. Результаты выполненных каждым студентом заданий обсуждаются в конце занятий. Оценка преподавателем лабораторной работы студента осуществляется комплексно: по результатам выполненного задания, устному сообщению и качеству оформления работы, что может быть учтено в рейтинговой оценке знаний студента.

### **Правила оформления работ**

1. Отчеты по каждой теме лабораторного занятия оформляются в отдельной тетради.
2. Перед оформлением каждой работы студент должен четко написать ее название, цель выполнения, краткие ответы на вопросы для подготовки, объекты и результаты исследования. Если предусмот-

рено оформление работ в виде таблиц, то необходимо все результаты занести в таблицу в тетради. После каждого задания должно быть сделано заключение с обобщением, систематизацией или обоснованием результатов исследований.

3. Каждую выполненную работу студент защищает в течение учебного семестра.

Выполнение и успешная защита лабораторных работ являются допуском к сдаче теоретического курса на зачете.

**Лабораторная работа №1** Пробоподготовка соков, молока, для исследования микроэлементов с помощью микроволновой системы пробоподготовки, и муфельной печи. Техника безопасности при работе в химической лаборатории

**Цель работы:** изучить технику безопасности при работе в химической лаборатории, способ пробоподготовки соков, молока, для исследования микроэлементов с помощью микроволновой системы пробоподготовки, и муфельной печи.

### *Общие правила работы в лаборатории*

1. Перед началом работы в лаборатории необходимо внимательно ознакомиться с темой работы, уяснить цель работы, составить план её выполнения и лишь после этого приступить к анализу.
2. В химической лаборатории необходимо работать в халате. Верхнюю одежду следует оставлять в гардеробе или размещать в специально предназначенных для этого шкафах в лаборатории.
3. В лаборатории запрещается громко разговаривать, принимать пищу, курить, включать и выключать рубильники и трогать приборы, не относящиеся к данной работе.
4. Рабочее место следует содержать в чистоте, не загромождая его предметами, не относящимися к данной работе. Реактивы, пролитые или рассыпанные на столе или на полу, необходимо тотчас убрать и нейтрализовать.
5. Методические пособия, рабочие тетради и лабораторные журналы, предназначенные для выполнения работы, следует оберегать от попадания на них воды, растворов кислот, щелочей и других химических реактивов. Лишние книги, журналы и тетради не должны находиться на рабочем столе.
6. Реактивы, предназначенные для общего пользования, нельзя уносить на своё рабочее место. Чтобы не спутать пипетки, служащие для взятия реактивов, и пробки от склянок, после взятия требуемого количества реактива их следует немедленно возвращать на место. Прежде чем отойти от горки с реактивами, убедитесь, что использованный реактив поставлен на своё место. Сухие реактивы берут чистым шпателем или специальной ложечкой.

7. Если реактив взят в избытке и полностью не израсходован категорически воспрещается выливать его в склянку с реактивом.
8. Реактивы, дистиллированную воду, газ и электричество следует расходовать экономно.
9. По окончании работы необходимо тщательно убрать рабочее место, выключить электронагревательные и другие электрические приборы, закрыть воду и газ, закрыть окна и форточки, выключить вытяжную вентиляцию и освещение в лаборатории.
10. Категорически запрещается проводить опыты, не относящиеся к данной работе, без ведома преподавателя.

### *Техника безопасности и меры предосторожности*

1. При работе с химическими реактивами (особенно с растворами кислот и щелочей) необходимо соблюдать осторожность и аккуратность. Добавлять в пробирку с реакционной смесью именно те реактивы и в таких количествах, которые указаны в методических указаниях к выполнению лабораторной работы.
2. Не толпиться возле горок и поддонов с химическими реактивами, не мешать друг другу выполнять реакции и пользоваться реактивами.
3. Отработанные химические реактивы следует сливать в специальную емкость для слива реактивов, находящуюся в лаборатории. Запрещается выливать продукты реакции и сами реактивы в канализацию.
4. После использования реактивов, содержащих серебро, их следует выливать в специальную банку для серебряных остатков.
5. При разбавлении концентрированных растворов кислот (особенно серной) и щелочей следует небольшими порциями вливать реагент в воду, а не наоборот, тщательно перемешивая раствор. Во избежание попадания паров и брызг кислот и щелочей в глаза, приготовление растворов следует проводить в предохранительных очках.
6. Следует помнить, что многие химические реактивы ядовиты и могут вызвать отравление. Поэтому следует избегать попадания реактивов на открытые участки кожи и по окончании работы тщательно вымыть руки.

7. Все опыты, связанные с применением или образованием газообразных ядовитых веществ, а также паров вредных и дурнопахнущих соединений, разрешается проводить только в вытяжном шкафу (под тягой). В случае остановки работы вытяжной вентиляции опыты в вытяжных шкафах должны быть немедленно прекращены.

8. Нагревание растворов в пробирке следует проводить на водяной бане. При этом необходимо постоянно поддерживать достаточное количество воды в резервуаре бани во избежание пожаро- и взрывоопасной ситуации.

9. При нагревании растворов следует пользоваться держателями и следить за тем, чтобы отверстие пробирки не было обращено в сторону самого работающего или соседа по рабочему столу, что особенно важно соблюдать при нагревании концентрированных растворов кислот и щелочей.

10. Не следует наклоняться над сосудом, в котором происходит нагревание или кипячение жидкости, во избежание попадания брызг в лицо и глаза. При необходимости определить запах паров или выделяющегося газа не вдыхать их непосредственно из рабочего сосуда, а легким движением руки направить газы к себе и осторожно вдохнуть.

11. При отделении осадка от раствора с помощью центрифуги перед работой необходимо ознакомиться с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации центрифуги и соблюдать следующие правила:

- снять крышку с центрифуги и поместить в пронумерованные противолежащие гнезда уравновешенные пробирки с разделяемой смесью и водой;

**ВНИМАНИЕ!!!** При работе на центрифуге следует использовать только специальные центрифужные (конические) пробирки

- закрыть центрифугу крышкой, установить необходимую скорость центрифугирования и включить центрифугу переключателем «Сеть»;

- после окончания центрифугирования выключить центрифугу, дождаться её полной остановки и лишь после этого открыть крышку;

**ВНИМАНИЕ!!!** Запрещается включать центрифугу с открытой крышкой и останавливать центрифугу рукой или каким-либо предметом

- вынуть пробирки с отделенными осадками из центрифуги.

12. Центрифуга должна быть установлена на горизонтальной плоскости, надёжно закреплена и заземлена. В случае ненормальной работы центрифуги (удары, вибрация, посторонний шум и т.д.) её необходимо остановить и сообщить преподавателю или лаборанту. Запрещается работать на неисправной центрифуге.

13. Работу с малыми количествами горючих и легковоспламеняющихся веществ (спирты, углеводороды, эфиры, кетоны и т.д.) следует проводить только вдали от огня и электронагревательных приборов (плиток, муфельей, сушильных шкафов).

14. Запрещается проводить опыты со всевозможными взрыво- и огнеопасными смесями.

15. После окончания работы следует убрать с рабочего места в специальный металлический ящик или шкаф остатки легковоспламеняющихся и горючих жидкостей.

16. В лаборатории запрещается:

- загромождать пути эвакуации (проходы, выходы), а также подступы к средствам пожаротушения и электрооборудованию;
- использовать средства пожаротушения не по назначению;
- курить, бросать в мусорные корзины спички, окурки и прочие отходы, пропитанные легковоспламеняющимися и горючими жидкостями.

17. При возникновении пожара или при загорании немедленно вызвать пожарную охрану по телефону «01», организовать встречу и приступить к тушению пожара имеющимися средствами пожаротушения.

18. При воспламенении одежды необходимо загасить огонь на горящем (не бегать!!!), набросив на него асбестовое одеяло или другие подручные средства – пальто, халат, шерстяное одеяло и др. Погасив огонь приступить к оказанию первой помощи.

### III. Меры оказания первой помощи

При работе в химической лаборатории наиболее вероятными случаями являются повреждения, связанные с неосторожным обращением с химическими реактивами, огнем и электронагревательными

приборами, стеклянной посудой, авариями лабораторного оборудования (например, химические и термические ожоги, отравления, порезы стеклом).

1. При ожогах химическими веществами, особенно кислотами и щелочами, пораженный участок кожи быстро промывают большим количеством воды, а затем на обожженное место накладывают примочку:

- при ожогах кислотой из 2% раствора пищевой соды;

- при ожогах щелочами из 2% раствора уксусной кислоты.

При сильных ожогах после оказания первой помощи следует обратиться к врачу.

2. При попадании брызг или паров кислоты или щелочи в глаза их следует немедленно промыть большим количеством воды, а затем разбавленными растворами (2-3%) пищевой соды или уксусной кислоты. Все остальные мероприятия проводит только врач-офтальмолог.

3. При термических ожогах обожженное место присыпают двууглекислым натрием (питьевая сода), крахмалом или тальком, либо прикладывают примочки из 96% этилового спирта, 2% свежеприготовленного раствора пищевой соды или 2% раствора перманганата калия. Затем смазывают пораженное место мазью от ожогов. При тяжелых ожогах пострадавшего следует немедленно отправить в медпункт.

4. При отравлении парами вредных и ядовитых веществ вывести пострадавшего на чистый воздух, при необходимости сделать искусственное дыхание, дать противоядие (молоко), вызвать врача или отправить в медпункт.

5. При отравлении через пищевод дать пострадавшему большое количество 2% раствора перманганата калия, вызвать рвоту, дать противоядие (молоко), вызвать врача или отправить в медпункт.

6. При порезах рук или лица стеклом необходимо удалить из раны мелкие осколки, затем промыть рану 3% раствором перекиси водорода или 96% этиловым спиртом, и, смазав настойкой йода, при необходимости забинтовать.

## **Пробоподготовка соков, молока, для исследования микроэлементов с помощью микроволновой системы пробоподготовки, и муфельной печи.**

**Задание 1** Провести высушивание проб в микроволновой системе пробоподготовки.

**Задание 2** Провести озоление проб в муфельной печи.

### **Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы.**

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 50 или 200 г 1-го класса точности. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г 3-го класса точности. Пипетка по ГОСТ 29169 вместимостью 25 см. Муфельная печь, обеспечивающая температуру  $(525 \pm 25)$  °С. Микроволновая система пробоподготовки. Тигель диаметром около 80 мм с плоским дном. Эксикатор.

### **Ход работы**

Проводят два параллельных определения. Пробу исследуемого продукта объемом 25 см (или массой 25 г) упаривают досуха на Микроволновой системе пробоподготовки в предварительно взвешенной тигле. Полученный сухой остаток в чашке медленно, не допуская воспламенения или разбрызгивания пробы, нагревают на электроплитке в вытяжном шкафу до удаления основной части органических веществ. Затем чашку с содержимым помещают в муфельную печь и проводят озоление при температуре  $(525 \pm 25)$  °С до тех пор, пока не будут удалены полностью органические вещества и зола не приобретет белый цвет. При проведении озоления должен осуществляться постоянный контроль температурного режима.

Далее чашку с содержимым охлаждают в эксикаторе до температуры окружающего воздуха. Иногда имеет место неполное сгорание органических веществ. В этом случае золу смачивают водой и снова упаривают и озоляют. При необходимости эту операцию повторяют несколько раз.

**Заключение:**

По результатам экспериментов делают заключение

**Контрольные вопросы**

1. Принцип работы микроволновой системы пробоподготовки и порядок высушивания проб.
2. Методика установления программы в муфельной печи, для сухого озоления проб.
3. Правила безопасной работы в лаборатории.

**Лабораторная работа №2** Исследование продуктов питания с использованием УФ вид спектрометра. Определение фосфора с соках. Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора.

**Цель работы:** Изучить спектрофотометрический метод определения содержания (массовой концентрации и массовой доли) фосфора. Выполнить ГОСТ 31980-2012 Молоко. Спектрометрический метод определения массовой доли общего фосфора

**Средства измерений, лабораторное оборудование, реактивы и материалы**

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 50 г, 1-го класса точности. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности. Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 500 г, 4-го класса точности.

Спектрофотометр с диапазоном измерения, позволяющим проводить исследования при длине волны 720 нм, с допустимой абсолютной погрешностью измерений коэффициента пропускания не более 1%; кюветы стеклянные или кварцевые рабочей длиной 10 мм. Цилиндр по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см .

Колбы мерные по ГОСТ 1770, исполнения 2, вместимостью 50, 100 и 1000 см. Пипетки по ГОСТ 29227, типа 2, исполнения 1, 1-го класса точности вместимостью 1, 10 и 25 см. Дозаторы пипе-

точные переменного объема дозирования 0,005-0,040 см и 0,040-0,200 см с относительной погрешностью дозирования  $\pm 1\%$ . Баня водяная. Аммоний молибденовокислый 4-водный (гептамолибдат аммония) по ГОСТ 3765, х.ч. Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., раствор молярной концентрации 2 моль/дм. Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а., раствор молярной концентрации 1 моль/дм. Кислота аскорбиновая, растворы массовой концентрации 3,53 г/дм и 10 г/дм (готовят в день использования). Натрий фосфорнокислый двузамещенный 12-водный по ГОСТ 4172, х.ч. Вода по ГОСТ Р 52501, категории 2. Допускается использование других средств измерений, реактивов и материалов, по метрологическим и техническим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

### **Ход работы**

Концентрированные продукты разводят водой до заданного значения относительной плотности в соответствии с нормативным или техническим документом на конкретный вид продукта. Относительную плотность разбавленной пробы определяют по ГОСТ Р 51431 и найденное значение указывают в протоколе испытаний.

#### **6 Подготовка к проведению испытаний**

Для приготовления растворов, используемых при проведении испытаний, применяют только воду для лабораторного анализа категории 2 по ГОСТ Р 52501.

#### **Задание 1**

##### **Приготовление раствора гептамолибдата аммония**

Навеску гептамолибдата аммония массой 2 г растворяют в 60 мл воды при температуре 60 °С. Раствор охлаждают до температуры 20 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят водой до отметки. Срок годности полученного раствора 15 суток при хранении в защищенном от света месте.

##### **Приготовление основного раствора фосфора**

Навеску двузамещенного 12-водного фосфата натрия массой 11,5627 г переносят в мерную колбу вместимостью 1 л. В колбу вносят 100 мл воды, добиваются полного растворения кристаллов соли, после чего объем содержимого доводят водой до отметки. Получают основной раствор фосфора массовой концентрации 1,00 г/л. Срок годности полученного раствора 1 мес.

## Проведение испытаний

### **Приготовление раствора пробы**

Проводят два параллельных определения.

Пробу объемом 25 мл (при испытаниях соков с высоким содержанием мякоти - массой 25 г) минерализуют по ГОСТ Р 51432.

Золу растворяют в 2-3 мл раствора соляной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл и доводят объем содержимого колбы водой до отметки.

### **Приготовление растворов для спектрофотометрического анализа**

Для спектрофотометрического анализа готовят градуировочные растворы и растворы пробы.

При проведении испытаний настоящим методом закон Ламберта-Бера соблюдается для массовых концентраций фосфора от 0,1 до 1,5 мг/л.

Для приготовления градуировочных растворов указанного выше диапазона массовых концентраций фосфора в мерные колбы вместимостью 100 мл пипеточным дозатором вносят от 0,01 до 0,15 мл основного раствора фосфора.

Для приготовления раствора пробы в мерную колбу вместимостью 100 мл вносят аликвоту раствора минерализованной пробы. Объем аликвоты рассчитывают по разделу 8, исходя из предполагаемого содержания фосфора в молоке и диапазона массовых концентраций фосфора в градуировочных растворах.

Содержимое колб для градуировочных растворов и для растворов пробы доводят водой примерно до половины объема. В колбы последовательно вносят 20 мл раствора серной кислоты концентрации 1 моль/л, 4,0 мл раствора гептамолибдата аммония и 2,0 мл раствора аскорбиновой кислоты концентрации 3,53 г/л- при испытаниях фруктовых соков и 10 г/л- при испытаниях овощных соков, предположительно содержащих нитраты, способные влиять на ход реакции. Колбы с содержимым выдерживают на кипящей водяной бане в открытом состоянии в течение 15 мин, после чего охлаждают до комнатной температуры и объем содержимого доводят водой до отметки.

## **Задание 2**

### **Спектрофотометрический анализ**

Измеряют оптическую плотность градуировочных растворов и раствора пробы на спектрофотометре при длине волны 720 нм в кюветках рабочей длиной 10 мм. В качестве раствора сравнения используют воду. Оптическая плотность исследуемых растворов стабильна в течение 3 ч.

Анализ градуировочных растворов проводят непосредственно перед анализом каждой серии растворов проб.

### **Обработка и оформление результатов**

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности от массовой концентрации фосфора в градуировочных растворах.

По градуировочному графику находят значение массовой концентрации фосфора в растворе пробы, соответствующее измеренной оптической плотности раствора пробы

### **Заключение:**

По результатам экспериментов делают заключение

#### **Контрольные вопросы**

1. Приготовление раствора гептамолибдата аммония
2. Приготовление основного раствора фосфора
3. Приготовление раствора пробы
4. Приготовление растворов для спектрофотометрического анализа
5. Спектрофотометрический анализ
6. Анализ градуировочных растворов, построение градуировочного графика.

**Лабораторная работа №3** Определение тяжелых металлов методом инверсионной вольтамперометрии. Определение массовой концентрации ионов меди, свинца, кадмия и цинка в питьевой и минеральных водах

**Цель работы.** Определить массовую долю тяжёлых металлов в водопроводной и предложенных образцах минеральных вод методом инверсионной вольтамперометрии на вольтамперометрическом анализаторе. Сделать заключение о соответствии ГОСТ предложенных образцов и водопроводной воды.

#### Общие теоретические сведения.

Вода является важнейшим компонентом в производстве пищевых продуктов. Она служит средой и активным участником биохимических, микробиологических и коллоидных процессов в технологии пищевых продуктов. На технологические цели должна использоваться вода, отвечающая требованиям стандарта на питьевую воду, а также дополнительным требованиям, учитывающим специфику конкретного производства.

По природному происхождению различают воды атмосферные (осадочные), подземные (ключевые, колодезные) и поверхностные (озерные, речные, морские). Природная вода представляет собой сильно разбавленный раствор солей, молекулы которых диссоциированы на ионы. В зависимости от содержания солей природные воды делят на минеральные (от 0,1 до 5%), рассолы (более 5%) и пресные воды (0,05 – 1,6%).

Состав минеральных солей воды определяется составом почвы, по которой она протекает, и растворимостью содержащихся в почве солей. В пищевой промышленности на технологические цели, для питания котлов, мойки оборудования используется вода из городского водопровода или артезианских скважин. Вода, применяемая в пищевом производстве, должна обладать качествами питьевой, быть прозрачной, бесцветной, без запаха и привкуса, не содержать вредных примесей и болезнетворных микроорганизмов.

Согласно стандарту в питьевой воде допускается незначительное содержание хлоридов, сульфатов, меди, железа, марганца и т.д. Питьевую воду, отвечающую требованиям стандарта, получают путём очистки природной воды из водоёмов фильтрацией через пористые среды: песок, гравий и т. д. Перед фильтрацией воду подвергают отстаиванию в специальных отстойниках.

Современные методы очистки воды достаточно эффективны, но связаны с большими затратами и не всегда гарантируют чистоту и экологическую безопасность питьевой воды. Неуклонно возрастающее потребление воды промышленными предприятиями и антропогенное загрязнение природных водоёмов и источников промышленными стоками приводит к нарушению существующего в них экологического равновесия, что может представлять опасность для человека, т. к. в питьевой воде могут содержаться токсичные вещества, в том числе и тяжёлые металлы больше предельно допустимых концентраций.

К питьевой, а также минеральным водам предъявляются высокие требования. Следует учитывать, что качество питьевой воды, получаемой населением, зависит от многих факторов: особенностей гидрогеологических условий, качества воды водных объектов, эффективности используемых методов очистки и обеззараживания питьевой воды на водопроводах. При этом качество питьевой (водопроводной) воды может изменяться и во времени.

Патогенетическая роль водного фактора в развитии неинфекционных заболеваний обусловлена такими показателями качественного состава питьевой воды, как жёсткость, мутность, цветность, высокое содержание нитратов, хлоридов, сульфатов, различных микро- и макроэлементов, а также наличия тяжёлых металлов.

**Оборудование и материалы:** вольтамперометрический анализатор водяная баня, аппарат для встряхивания. Химическая посуда: цилиндр мерный 50, 100 см<sup>3</sup>; колбы 50, 100, 150 см<sup>3</sup>; колба с пробкой и вставленной в нее стеклянной трубкой. Сырьё: питьевая вода из разных источников, различные образцы минеральной воды. Химические реактивы: раствор хлористого калия, подкисленный соляной кислотой; раствор дитизона; раствор соляной кислоты  $5 \cdot 10^{-2}$  М; и другие реактивы для калибрования прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией.

## Ход работы.

### Задание 1

При подготовке к проведению измерений должны быть проведены следующие работы: отбор проб питьевой и минеральной воды и приготовление анализируемого раствора пробы в соответствии с действующей НТД.

Подготовка анализируемого раствора пробы (раствор №1) питьевой и минеральной негазированной воды.

В мерную колбу ёмкостью  $100 \text{ см}^3$  вносят  $80 \text{ см}^3$  пробы воды и  $20 \text{ см}^3$  концентрированного фонового раствора (раствор хлористого калия, подкисленного соляной кислотой).

Выполнение измерений массовой концентрации ионов кадмия, свинца, меди проводят без специальной пробоподготовки. В электрохимическую ячейку вносят  $25 \text{ см}^3$  раствора №1. Выполнение измерений массовой концентрации ионов цинка проводят после предварительного удаления из раствора №1 ионов меди.

Подготовка анализируемого раствора минеральной газированной воды.

Пробы минеральной газированной воды освобождают от углекислого газа. Для этого  $100\text{-}150 \text{ см}^3$  пробы воды наливают в коническую колбу ёмкостью  $50 \text{ см}^3$ , доводят до температуры  $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$  на водяной бане, закрывают пробкой с одним отверстием, через которое пропущена трубка для вывода газа, закрепляют в аппарате для встряхивания и встряхивают в течение 20-30 мин., затем оставляют  $80 \text{ см}^3$  и приливают  $20 \text{ см}^3$  концентрированного фонового раствора.

### Задание 2

Методика проведения анализа.

Метод основан на проведении инверсионного вольтамперометрического анализа двухвалентных ионов цинка, кадмия, свинца, меди по 3-х электродной схеме измерения на стеклоуглеродном рабочем электроде в предварительно подготовленных пробах.

Анализ основан на электрохимическом накоплении определяемых элементов на поверхности рабочего электрода в виде амальгамы при заданном потенциале поляризации с последующей количественной регистрацией величин их анодных токов электро-растворения (окисления), имеющих вид пиков на вольтамперо-

грамме. Высота (площадь) пика пропорциональна концентрации иона металла в растворе. Потенциал пика определяется природой растворяемого металла. При наличии в исследуемом растворе несколько электрохимически активных ионов с достаточно отличающимися стандартными потенциалами вольтамперограмма представляет собой совокупность разрешенных пиков (рис.1), которую можно использовать для качественного и количественного анализа.

Присутствие в анализируемой пробе ионов меди (II) даже в незначительном количестве мешает определению цинка, поскольку медь эффективно взаимодействует с цинком (уже при соотношении 1 : 0,5) на поверхности электрода, образуя набор интерметаллических соединений, для которых стандартные потенциалы оказываются значительно занижены по сравнению со случаем отсутствия ионов меди в растворе.

Поэтому перед определением ионов цинка (II) из раствора анализируемой пробы предварительно удаляют ионы меди (II) путем их сорбции на концентрирующем патроне «ДИАПАК-ИДК». Анализ проводят по методу добавки стандартного раствора. Значения потенциалов пиков окисления металлов в стандартных растворах относительно хлорсеребряного электрода сравнения в фоновом растворе (0,5 М КСl):

Cu - 0,1В,

Pb - 0,4В,

Cd - 0,7В,

Zn - 1,0В.

#### 4.3.1 Выполнение измерений.

При выполнении измерений должны быть выполнены следующие работы: регистрация и обработка вольтамперограммы контрольной пробы, анализируемого раствора пробы, анализируемого раствора пробы с добавкой, стандартных растворов ионов определяемых металлов в соответствии с методикой измерений

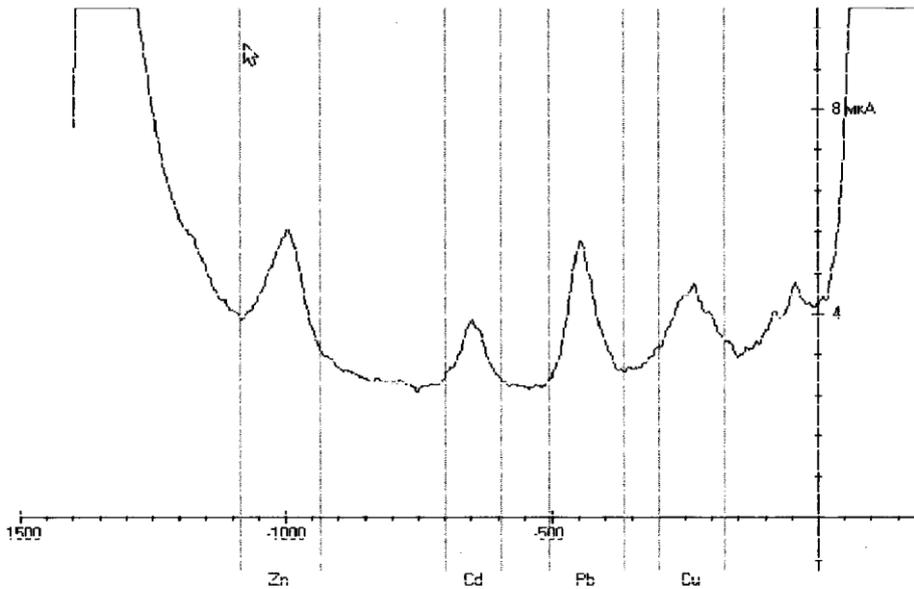


Рис. 2 Вольтамперограмма питьевой воды

### Задание 3

Обработка результатов измерений.

Концентрация ионов металла в анализируемом растворе пробы ( $C_M$ ) (раствор в электрохимической ячейке) рассчитывают по формуле:

$$C_M = (S_x - S_\phi)C_D V_D / [(S - S_x)V + S V_D] \text{ мкг/дм}^3, \quad (1),$$

где  $C_M$ - концентрация ионов металла в анализируемом растворе пробы (в электрохимической ячейке), мкг/дм<sup>3</sup>;  $S_x$ - площадь анодного пика металла в анализируемом растворе пробы;  $S_\phi$ - площадь анодного пика металла в растворе контрольной пробы;  $S$ - площадь анодного пика металла в анализируемом растворе пробы с добавкой стандартного раствора иона металла;  $V$ - объём раствора в ячейке до внесения добавки, см<sup>3</sup> ( $V = 25 \text{ см}^3$ );  $V_D$ - объём добавки стандартного раствора металла, см<sup>3</sup>;  $C_D$ - концентрация добавленного стандартного раствора металла, мкг/дм<sup>3</sup>.

Вычисление площадей пиков проводится по программному обеспечению анализатора.

Расчет массовой концентрации ионов металла в пробе воды ( $C$ ) проводят по формуле:

$$C = C_M * N * n, \text{ мкг/дм}^3, \quad (2),$$

где  $N = V/V_{пр}$ ;

$C_M$ - концентрация ионов металла в анализируемом растворе пробы, рассчитанная по формуле (1), мкг/дм<sup>3</sup>;

$V_{\text{пр}}$ - объем пробы в анализируемом растворе пробы,  $\text{см}^3$ ;

$V$ - объем анализируемого раствора пробы,  $\text{см}^3$ ;

$n$ - величина предварительного разбавления пробы с большой концентрацией определяемого компонента (без предварительного разбавления  $n = 1$ )

Оформление результатов измерений.

За результат анализа  $C$  принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений  $C_1$  и  $C_2$ .

Результаты измерений оформляют в виде таблицы:

Таблица 1

Результаты обсчета пиков полярограммы

№ пробы	Результат определения	Расхождение между параллельными определениями		Предельнодопустимые концентрации исследуемых элементов по ГОСТ
		фактическое	допустимое	

Заключение. Отчет о работе. Название работы. Записать методику подготовки анализируемого раствора. Описать принцип определения ионов металлов на рабочем электроде. Описать методику проведения анализа. Результаты анализов оформить в виде таблицы.

### Контрольные вопросы:

- 1 Виды природной воды.
- 2 Источники загрязнения питьевой воды токсичными элементами.
- 3 Требования к качеству минеральной воды.
- 4 Источники загрязнения минеральной воды токсичными элементами.
- 5 На чём основан метод определения токсичных элементов на приборе «СТА-1», принцип определения?

**Лабораторная работа № 4** Определение доброкачественности и фальсификации пищевых продуктов методом люминескопии  
 Определение доброкачественности и фальсификации пищевых продуктов методом люминескопии

**Цель работы:** Определить степень свежести пищевых продуктов. Определить сортовую принадлежность пищевых продуктов. Общие теоретические сведения.

Люминесцентный метод основан на наблюдении флюоресценции (свечения) интересующего объекта. Он широко применяется в сельском хозяйстве, пищевой промышленности, медицине и т.д. При измерении флюоресценции овощей, фруктов, мяса позволяет обнаружить начало гниения их на такой ранней стадии, когда оно неуловимо обычными методами. Сокращается брак консервов в результате применения люминесцентного анализа для отбора консервируемых овощей и фруктов, при установлении порчи рыбы и мяса. С помощью люминескопии устанавливается безвредность пищевых продуктов.

Различные методы и приемы анализа используются в зависимости от поставленных целей и задач исследования, способов возбуждения и регистрации люминесценции, взаимного расположения источника возбуждения и регистрирующего прибора.

Различают такие две группы люминесцентных методов:

- люминесцентные методы обнаружения
- физико-химические люминесцентные методы

Люминесцентные методы обнаружения, в основном, используются как качественные экспрессные тест-методы, т.к. они не требуют количественных измерений и связанных с ними усложнений.

К группе физико-химических методов относят методы по определению качественного и количественного состава продуктов, структуры и свойств отдельных компонентов.

**Оборудование и материалы:** люминескоп ЛПК-1, лоток, нож.  
 Сырьё: мясо свинины и говядины, мясной фарш, яйца, картофель, мука разных видов и сортов, мед, печенье, масло сливочное, мар-

гарин. Порядок проведения работы. Устройство и принцип действия люминоскопа.

Люминоскоп «Филин» предназначен для определения качества некоторых пищевых продуктов, принадлежности мяса к определенному виду животных, его доброкачественности, проведения экспертизы масел, жиров, меда и других продуктов.

Прибор разделен на две камеры: осветительную и измерительную. Для выделения возбуждающего ультрафиолетового света между камерами установлены два фильтра из стекла марки СЗС – 21 и УФС-6, которые пропускают узкую полосу света  $\lambda=360 \pm 30$  нм. Для наблюдения служит тубус с вторичным фильтром из стекла марки БС-8, который не пропускает рассеянный ультрафиолетовый свет. Принцип работы прибора основан на свойстве веществ люминесцировать под действием ультрафиолетового излучения.

В качестве источника возбуждения используется ртутно-кварцевая лампа СВД-120 А. Лампа питается от сети напряжением 220 В через балластный дроссель, который ограничивает ток лампы до нужного значения. Поджог лампы осуществляется с помощью поджигающего электрода, на который подаётся напряжение сети через ограничительное сопротивление. После небольшого прогрева возникает основной заряд в парах ртути.

### **Задание 1**

Методика исследования пищевых продуктов.

Прибор после включения в сеть прогревается 10 мин. Испытуемый образец помещают в рабочую кювету из нелюминесцирующего материала, закрывают заслонку. Люминесценцию наблюдают через тубус на передней панели. Отличают цвет и интенсивность люминесценции. Оценку цвета производят визуально.

Исследование мяса: куски мяса 50\*50\*10 мм помещают в кювету.

И наблюдают люминесценцию.

Исследование фарша.

Фарш располагают в кювете слоем 5 мм. Наблюдают цвет люминесценции составных частей фарша.

### **Задание 2**

Исследование жиров и масел.

Пробы жиров и масел размерами 15\*15\*5 мм помещают в кювету. При исследовании кулинарных жиров и маргаринов рядом опытными пробами помещают пробу сливочного масла.

### Задание 3

Исследование меда.

Мед вносят в кювету слоем толщиной 5 мм. Рядом располагают пробу натурального меда слоем той же толщины.

### Задание 4

Определение свежести яиц.

Яйца исследуют со скорлупой.

### Задание 5

Определение свежести мяса

Показатели люминесценции оформляют в виде таблицы.

Таблица 3

Показатели люминесценции пищевых продуктов.

№ п/п	Наименование продукта	Цвет люминесценции	
		Вид свечения продукта	Наблюдаемое свечение
1.	Свинина свежая	Розовый с коричневым оттенком	
2.	Свинина, пораженная личинками гельминтов	На фоне мяса ярко розовые точки	
3.	Говядина	Темно-красный или красновато-фиолетовый с бархатистым оттенком.	

4.	Фарш мясной с присутствием сухожилий и хрящей Фарш мясной с присутствием жира	Голубой цвет  Светло-желтое свечение	
5.	Картофель здоровый	Желтая флюоресценция	
6.	Пораженный фитофторой	Интенсивно-голубая окраска	
7.	Картофель подмороженный	Беловатая окраска	
8.	Картофель, пораженный кольцевой гнилью	Зеленоватая окраска	
9.	Яйцо куриное свежее с белой скорлупой  - несвежее	Интенсивно-красная флюоресценция Голубая флюоресценция	
10.	Несвежее с темной скорлупой	Голубовато-фиолетового тона	
11.	Мука ячменная	Матовая флюоресценция	
12.	Мука соевая	Сине-зеленая флюоресценция	
13.	Мука гороховая	Матовая флюоресценция	
14.	Мука ржаная и пшеничная с примесями зерновых оболочек и вредных	Интенсивное синее свечение	

	примесей		
15.	Мед натуральный	Светло-желтый цвет	
16.	Мед Фальсифицированный	Беловатый или синеватый цвет	
17.	Масло сливочное коровье	коричнево	
18.	Маргарин	Голубая флюоресценция	

**Задание 6** Определение химического состава, контроль качества и безвредности пищевых продуктов методом люминескопии.

Определить степень окисленности пищевых жиров.

1 Определить остаточные количества пестицидов в растительных и животных маслах.

2. Общие теоретические сведения.

Количественный люминесцентный анализ позволяет определить концентрацию исследуемого вещества в растворе по интенсивности люминесценции. Техника количественного анализа основана на том, что при небольшом содержании флуоресцирующего вещества в растворе существует пропорциональная зависимость между яркостью свечения и концентрацией вещества в пробе. Наиболее удобно проводить сравнение по интенсивности люминесценции раствора неизвестной концентрации с эталонным раствором. По концентрации вещества в стандартных растворах рассчитывают содержание вещества в пробах. Можно пользоваться предварительно построенным графиком, но этот метод менее надежен, так как на люминесценцию влияет много факторов.

**Оборудование и материалы:** люминоскоп ЛПК-1, весы лабораторные, разновесы. Химическая посуда: пробирки, делительная воронка, мерные цилиндры на 10,25 мл, пробки для пробирок, стеклянные палочки, колбы с п/п на 250 мл, воронки, фильтры. Реактивы: 10% водный аммиак, 1н р-р едкого натра, 0,1 н р-р едкого на-

тра, бензол, бутиловый спирт, вода, дистиллированная. Сырьё: растительное масло, сливочное масло, овощи или фрукты свежие, сухофрукты.

**Методика проведения эксперимента.** Для определения степени окисленности жиров, 3-4 см<sup>3</sup> растительного масла, или 3-4 г сливочного масла помещают в пробирку из нефлюоресцирующего стекла, добавляют такое же количество дистиллированной воды и 3-4 капли 10 %-го водного раствора аммиака, тщательно перемешивают стеклянной палочкой, добавляют ещё двойное количество воды и раствора аммиака, переносят в делительную воронку и тщательно встряхивают 30 мин до четкого разделения водной и жировой фаз.

Люминесценцию определяют с помощью люминоскопа. В потоке УФ лучей наблюдают свечение водного слоя.

При содержании окисленных веществ более 1% происходит отчетливое голубое свечение, от 0,5 до 1% - зеленоватое свечение с голубовато-дымчатым оттенком; если содержание окисленных веществ не превышает 0,5%, то появляется зеленая флюоресценция.

Для остаточного количества ядохимиката севина в растительном масле 100 см<sup>3</sup> продукта и такое же количество бутилового спирта помещают в делительную воронку, энергично встряхивают 60 сек, затем приливают 25 см<sup>3</sup> 1н р-ра NaOH и продолжают осторожно перемешивать еще 60 сек. После расслоения жидкостей сливают нижний водно-щелочной слой и в потоке УФ лучей наблюдают люминесценцию.

Зеленовато-голубое свечение раствора свидетельствует о присутствии севина.

При анализе свежих или сушеных овощей, или плодов 100 г измельченного продукта помещают в колбу с притертой пробкой, заливают бензолом, перемешивают и оставляют на 30 мин. Затем к отфильтрованному бензольному экстракту в делительной воронке приливают 10-15 см<sup>3</sup> 0,1н водного раствора NaOH и перемешивают содержимое воронки ещё 30 сек. Наблюдают люминесценцию нижнего слоя.

Заключение: По результатам проведенных экспериментов делают заключение о сортности предложенной продукции, ее фальсификации и свежести предложенных образцов. Описание принципа действия и работы люминоскопа. Оформление таблицы по полученным данным. Заключение по результатам экспериментов.

По результатам эксперимента делают заключение о степени свежести (окисленности) жиров, наличии или отсутствии ядохимиката (севина). Описание методики эксперимента

### Контрольные вопросы

- 1 Что такое люминескопия ?
2. Какие методы люминескопии применяют при анализе пищевых продуктов.
- 3 На чем основано исследование пищевых продуктов методом люминескопии.
- 4 Охарактеризовать устройство и принцип действия люминоскопа.
- 5 Как определить свежесть и сортовую принадлежность продукта.
6. Охарактеризовать качественное и количественное определение пищевых продуктов методом люминескопии.
- 7 На чем основано количественное определение степени окисленности жиров.
8. Как определить пестицид (севин) в растительных продуктах?

**Лабораторная работа №5** Определение массовой доли белков в молоке методом формольного титрования и колориметрическим методом

**Цель работы:** изучить методы исследования белка. Определение массовой доли белков методом формольного титрования.

Аппаратура, реактивы и материалы. Пипетки простые вместимостью 20 и 50 см<sup>3</sup> и градуированные вместимостью 1 и 5 см<sup>3</sup>; стаканы химические вместимостью 150-200 см<sup>3</sup>, бюретка вместимостью 25 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup>, снабжённая трубкой с натронной известью для защиты раствора гидроксида натрия от углекислого газа, и бюретка вместимостью 50 см<sup>3</sup> с ценой деления

0,1 см<sup>3</sup>; резиновая груша; гидроксид натрия, ч.д.а. или х.ч. 0,1 н и 40 %-ный растворы; раствор гидроксида натрия готовят на дистиллированной воде, свободной от диоксида углерода; спирт этиловый ректифицированный или спирт синтетический; фенолфталеин (2 %-ный спиртовой раствор); формалин технический; 2,5 %-ный водный раствор сульфата кобальта ч. или ч.д.а., сульфит натрия ч.д.а. или ч.; 1 н раствор серной кислоты; вода дистиллированная, свободная от диоксида углерода.

Для определения содержания формальдегида в техническом формалине готовят раствор сульфита натрия: 126 г сульфита натрия кристаллического ( $\text{Na}_2\text{SO}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$ ) или 63 г безводного сульфита натрия ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) растворяют в мерной колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup> и объём доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор сульфита натрия в количестве 50 см<sup>3</sup> нейтрализуют 1 н. раствором серной кислоты в присутствии фенолфталеина до слабо-розовой окраски и добавляют точно 3 см<sup>3</sup> испытуемого формалина. Образовавшийся в результате реакции гидроксид натрия титруют 1 н. раствором серной кислоты до слабо-розовой окраски.

Количество 1 н. раствора серной кислоты (в см<sup>3</sup>), израсходованной на титрование образовавшегося гидроксида натрия, показывает количество формальдегида, содержащегося в 100 см<sup>3</sup> формалина (г/100 см<sup>3</sup>). Для определения количества белка допускается применять формалин с содержанием формальдегида не менее 36 г на 100 см<sup>3</sup>. При наличии мути или осадка раствор формалина перед употреблением фильтруют.

Формалин перед употреблением нейтрализуют: к 50 см<sup>3</sup> формалина добавляют 3-4 капли 2 %-ного раствора фенолфталеина и затем по каплям приливают сначала 40 5-ный, а затем в конце 0,1 н раствор гидроксида натрия до появления слабо-розового окрашивания.

Формалин, оставшийся на следующий день, в случае необходимости дополнительно нейтрализуют 0,1 н. раствором гидроксида натрия. Нейтрализация формалина, в котором образовался осадок, производится после фильтрования.

Для приготовления эталона окраски в химический стакан вместимостью 150-200 см<sup>3</sup> отмеривают пипеткой 20 мл молока и добавляют 0,5 мл 2,5 %-ного раствора сульфата кобальта. Эталон приго-

ден для работы в течении одной смены. Для лучшего сохранения к эталону можно добавить одну каплю формалина. Во избежание отстоя сливок эталон рекомендуется перемешивать.

Таблица 3

- Определение содержания белков в молоке при титровании проб в присутствии формалина

Количество 0,1н. раствора NaOH, см <sup>3</sup>	Массовая доля белков в молоке, %	Количество 0,1н. раствора NaOH, см <sup>3</sup>	Массовая доля белков в молоке, %
2,45	2,35	3,3	3,16
2,5	2,4	3,35	3,21
2,55	2,44	3,4	3,25
2,6	2,49	3,45	3,31
2,65	2,54	3,5	3,35
2,7	2,59	3,55	3,4
2,75	2,64	3,6	3,45
2,8	2,69	3,65	3,5
2,85	2,73	3,7	3,55
2,9	2,78	3,75	3,6
2,95	2,83	3,8	3,65
3	2,88	3,85	3,69
3,05	2,93	3,9	3,74
3,1	2,98	3,95	3,79
3,15	3,03	4	3,84
3,2	3,07	4,05	3,89
3,25	3,12	4,1	3,94

### Задание 1

#### Ход работы

В химический стакан вместимостью 150-200 см<sup>3</sup> отмеривают с помощью пипетки 20 см<sup>3</sup> молока и добавляют 0,25 см<sup>3</sup> 2 %-ного раствора гидроксида натрия до появления слабо-розового окрашивания, соответствующего окраски этанола. Затем в стакан вносят 4

см<sup>3</sup> нейтрализованного 36-40 %-ного формалина, перемешивают круговыми движениями и через 1 мин вторично титруют до появления слабо-розового окрашивания.

Если испытания проводят при искусственном освещении, то для точного определения момента появления окраски используют белый экран, для чего лист чертёжной бумаги размером 40 x 40 см сгибают пополам.

Массовая доля (в %) общего количества белков в молоке равна количеству 0,1н. раствора гидроксида натрия, затраченного на нейтрализацию в присутствии формалина, умноженному на 0,959. Массовую долю общего белка в молоке можно определить также по таблице.

#### *Колориметрический метод определения белка (по Лоури)*

Аппаратура, реактивы и материалы: 1) 2 %-й раствор Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> в 0,1н NaOH; 2) раствор 0,5 % CuSO<sub>4</sub> x 5H<sub>2</sub>O в 1 %-м растворе двухзамещённого виннокислого натрия или калия; 3) опытный раствор: готовят смешивая 1-й и 2-й растворы (50 : 1 по объёму); реактив годен в течении дня; 4) реактив Фолина.

Приготовление реактива Фолина. Для стандартного раствора 100г вольфрамата натрия (Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> x 2H<sub>2</sub>O) и 25г молибдата натрия Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub> x 2H<sub>2</sub>O растворяют в 700см<sup>3</sup> воды. К смеси добавляют 50см<sup>3</sup> 85 %-го раствора фосфорной и 100см<sup>3</sup> соляной кислот (ρ = 1,19). Затем кипятят (не слишком сильно) 10 ч с обратным холодильником в вытяжном шкафу. После этого в колбу добавляют 150г сернокислого лития, 50 см<sup>3</sup> воды и 5 капель бромной воды. Смесь кипятят в течении 15 мин в вытяжном шкафу для удаления избытка брома, после охлаждения доводят водой до 1дм<sup>3</sup>. Затем фильтруют и хранят в тёмной склянке с притёртой пробкой. Раствор должен быть ярко-жёлтого цвета. Обычно перед употреблением реактив Фолина разбавляют в 2 раза. Раствор можно хранить длительное время.

## **Задание 2**

### **Ход работы**

К 0,4см<sup>3</sup> раствора белка добавляют 2см<sup>3</sup> опытного раствора. Смесь перемешивают и через 10мин приливают к ней 0,2см<sup>3</sup> рабо-

чего раствора Фолина. Интенсивность окраски определяют на ФЭК-56М с красным светофильтром (или на спектрофотометре при 750 нм) через 30 мин. Количество белка в растворе находят по калибровочной кривой.

Для построения калибровочной кривой 100 мг чистого белка (сывороточного  $\gamma$  – глобулина, кристаллического альбумина и др.) растворяют в 100 см<sup>3</sup> 0,1н NaOH (1 см<sup>3</sup> содержит 1 мг белка). В 9 мерных колб на 10 см<sup>3</sup> приливают раствор белка в возрастающих количествах: 0,5 см<sup>3</sup>, а затем от 1 до 8 см<sup>3</sup>. Раствор в колбах доводят водой до метки, перемешивают и из каждой колбы берут по 0,4 см<sup>3</sup> для определения белка по указанной прописи. По полученным данным вычерчивают калибровочную кривую.

Примечание. Определение белка данным методом в растительных объектах, содержащих фенолы, приводит к завышению результатов, так как они образуют аналогичную окраску с реактивами. Перед определением белка для удаления фенольных соединений необходима обработка ацетоном, охлаждённым до  $-10^{\circ}\text{C}$ .

### **Задание 3**

#### *Определение белка колориметрическим методом*

Аппаратура, реактивы и материалы.

В стеклянную пробирку помещают пипеткой 1 см<sup>3</sup> раствора молока, приливают 20 см<sup>3</sup> раствора красителя и, закрыв пробирку резиновой пробкой, перемешивают её содержимое, переворачивая пробирку от 2 до 10 раз.

Следует избегать встряхивания, так как при этом образуется трудноразрушимая пена.

Пробирку помещают в центрифугу и центрифугируют при частоте вращения 1000 об/мин в течении 20 мин.

Отбирают пипеткой 1 см<sup>3</sup> надосадочной жидкости, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, доливают колбу до метки водой и содержимое перемешивают. Аналогичным способом разбавляют раствор красителя в 50 раз.

Измеряют на фотоколориметре оптическую плотность разбавленного раствора красителя по отношению к разбавленному содержимому мерной колбы.

Массовую долю белка (Б), %, вычисляют по формуле:

$B=7,78D-1,34$ ,

где  $D$  – измеренная оптическая плотность, ед. оптической плотности;

7,78 – эмпирический коэффициент, % / ед. оптической плотности;

1,34 – эмпирический коэффициент, %.

Предел допустимой погрешности результата измерений составляет  $\pm 0,1$  % массовой доли белка при доверительной вероятности 0,80 и расхождении между двумя параллельными измерениями не более 0,013 единиц оптической плотности или не более 0,1 % массовой доли белка.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов вычислений двух параллельных наблюдений, округляя результаты до второго десятичного знака.

### Список рекомендуемой литературы

1. Лебухов В. И. Физико-химические методы исследования: [Текст]: учебник / В. И. Лебухов, А. И. Окара, Л. П. Павлюченкова; под ред. А. И. Окара. - СПб. Лань, 2013. - 480 с.
2. Криштафович В. И. Физико-химические методы исследования [Текст]: учебник для студентов высших учебных заведений, обучающихся по направлению подготовки "Товароведение" (квалификация (степень) "бакалавр" / В. И. Криштафович, Д. В. Криштафович, Н. В. Еремеева. - Москва: Дашков и К°, 2015. - 207 с.
3. Базарнова Ю.Г. Методы исследования сырья и готовой продукции: Учебно-методическое пособие. - СПб.: НИУ ИТМО; ИХиБТ, 2013. - 76 с. / Электронная библиотека «Единое окно доступа к образовательным ресурсам» -<http://window.edu.ru/>
4. Тикунова И. В. Практикум по аналитической химии и физико-химическим методам анализа: [Текст]: учебное пособие / И. В. Тикунова, Н. А. Шаповалов, А. И. Артеменко. - М.: Высшая школа, 2006. - 208 с.