

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 30.10.2023 10:45:09
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d088

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

Кафедра товароведения, технологии и экспертизы товаров

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе


О.Г. Локтионова

« 14 » 30 октября 2022 г.



**МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ КАЧЕСТВА И БЕЗОПАСНОСТИ
СЫРЬЯ, БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ДОБАВОК И ГОТОВОЙ
ПРОДУКЦИИ**

Методические указания по выполнению лабораторных работ для
студентов направления 19.03.02 «Продукты питания из раститель-
ного сырья»

УДК: 664

Составитель: А.Г. Беляев

Рецензент

Кандидат сельскохозяйственных наук, доцент А.Г. Калужских

Методы исследования качества и безопасности сырья, биологически активных добавок и готовой продукции: методические указания по выполнению лабораторных работ / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Г. Беляев. Курск, 2022. 83 с.

Приводится перечень лабораторных работ, цель их выполнения, задания, вопросы для подготовки, краткие теоретические сведения, рекомендуемая литература представлена в каждом разделе работ.

Предназначены для студентов направления подготовки 19.03.02 «Продукты питания из растительного сырья» очной, заочной и сокращенной форм обучения.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать Формат 60x84 1/16.
Усл. печ. л. 4,82 Уч.-изд. л. 4,36 Тираж 50 экз. Заказ. Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

СОДЕРЖАНИЕ

| | |
|--|----|
| Введение | 5 |
| Лабораторная работа №1 Пробоподготовка соков, молока, для исследования микроэлементов с помощью микроволновой системы пробоподготовки, и муфельной печи. Техника безопасности при работе в химической лаборатории. | 7 |
| Лабораторная работа №2 Исследование продуктов питания с использованием УФ вид спектрометра. Определение фосфора с соках. Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора. | 13 |
| Лабораторная работа №3 Отработка методики определения количественного содержания каротиноидов в моркови методом спектрофотометрии. | 16 |
| Лабораторная работа №4 Определение алкалоидов (кофеина и теобромину) в чае, кофе, шоколаде, какао. | 21 |
| Лабораторная работа №5 Определение тяжелых металлов методом инверсионной вольтамперметрии. Определение витаминов методом инверсионной вольтамперметрии. | 25 |
| Лабораторная работа №6 Ознакомление с устройством и принципом действия жидкостного хроматографа и масс детектора, определение деструкции основных водорастворимых витаминов в отварах и настоях, приготовленных из растительного сырья. Программы Xcalibur, Chromeleon, для управления хромато-масспектрометром. | 31 |
| Лабораторная работа №7 Исследование продуктов питания с использованием сахариметра, поляриметра. | 36 |
| Лабораторная работа №8 Определение доброкачественности и фальсификации пищевых продуктов методом люминоскопии | 46 |
| Лабораторная работа №9 Применение рефрактометрических методов для анализа пищевых продуктов. Определение массовой доли растворимых сухих веществ в сырье и пищевых продуктах. | 52 |
| Лабораторная работа №10 Определение кислотности кондитерских изделий титриметрическим методом | 55 |
| Лабораторная работа №11 Определение кислотности хлеба и | 60 |

| | |
|---|----|
| хлебобулочных изделий титрометрическим методом. | |
| Лабораторная работа №12 Определение содержания аскорбиновой кислоты Определение β -каротина. | 65 |
| Лабораторная работа №13 Определение массовой доли сахара хлебобулочных изделий титрометрическим методом | 68 |
| Лабораторная работа №14 Определение массовой доли поваренной соли в хлебобулочных изделиях. | 74 |
| Лабораторная работа №14 Определение массовой доли белков методом формольного титрования. Использование программы био спектрофотометра для исследования биологических материалов спектрофотометрическим методом. | 78 |
| Список рекомендуемой литературы | 83 |

ВВЕДЕНИЕ

Методические указания к выполнению лабораторных работ предназначены для студентов направления для студентов направления подготовки 19.03.02 «Технология продуктов питания из растительного сырья» 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 экзамене.

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 (пищевая 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 ± 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 ± 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 со-ках. Спектрофотометрический метод определения содержания фосфора.

Цель работы: Изучить спектрофотометрический метод определения содержания (массовой концентрации и массовой доли) фосфора. Выполнить ГОСТ Р 51430-99

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 24104с 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 пипеточные 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 см³ 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 соке 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 Отработка методики определения количественного содержания каротиноидов в моркови методом спектрофотометрии

Цель работы: ознакомить студентов с методикой определения каротиноидов в моркови, в разных ее сортах и частях растения.

Общие теоретические сведения

Каротины – биологически активные вещества, обладающие витаминной активностью. Они расщепляются в организме человека и животных с образованием витамина А.

Каротиноиды – желтые или красные пигменты, построенные из восьми остатков изопрена и имеющие общую формулу $C_{40}H_{56}$.

Насчитывается 70 природных каротиноидов. Наиболее распространены ликопин (красная окраска томатов), ксантофилл, каротин (α , β , γ), обуславливающие окраску корнеплодов моркови.

Наибольшей биологической активностью обладает β - каротин. При расщеплении молекул β - каротина с присоединением воды образуется две молекулы витамина А. Каротины не растворимы в воде, но растворимы в некоторых органических веществах (эфире, ацетоне, спирте).

Оборудование и материалы: Спектрофотометры СФ –56, спекрд, дженезис, воронка Бюхнера, колба Бунзена, водоструйный насос, ступки, весы лабораторные, разновесы, терка, ножницы, измерьенное стекло или песок, колбы конические, фильтры. Лабораторная посуда Реактивы: ацетон или спирт, углекислый натрий, натрий серноокислый, стандартный раствор бихромата. Сырье: морковь различных сортов.

Ход работы.

Задание 1

Ознакомление с работой и устройством спектрофотометра.

В основу работы спектрофотометра СФ –56 положен принцип измерения отношения двух световых потоков: потока, прошедшего через исследуемый образец, и потока, подающего на исследуемый образец (или прошедшего через контрольный образец).

Структурная схема спектрофотометра представлена на рис. 1

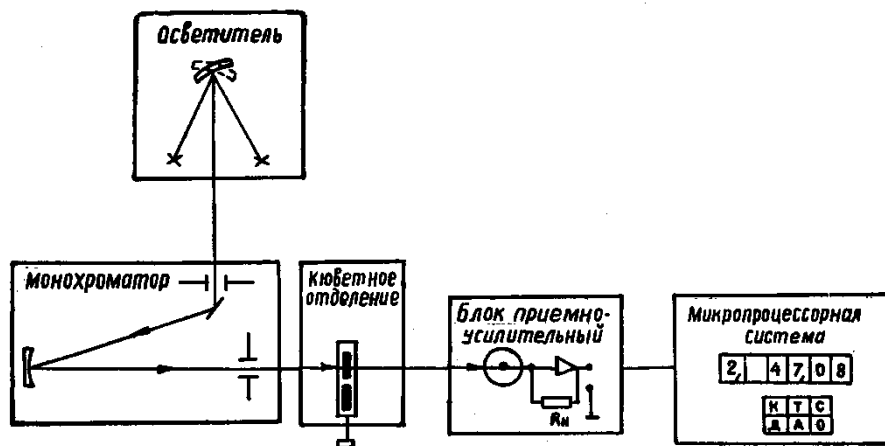


Рис.1 Схема спектрофотометра СФ - 56

Световой пучок из осветителя попадает в монохроматор через входную щель и разлагается дифракционной решеткой в спектр. В монохроматический поток излучения, поступающий из выходной щели в кюветное отделение, поочередно вводятся контрольный и исследуемый образцы.

Излучение, прошедшее через образец, попадает на катод фотоэлемента в приемно-усилительном блоке. Электрический ток, проходящий через резистор R_n , который включен в анодную цепь фотоэлемента, создает на резисторе падение напряжения, пропорциональное потоку излучения, падающему на фотокатод.

Усилитель постоянного тока с коэффициентом усиления близок к единице, обеспечивает передачу сигналов на вход микропроцессорной системы (далее – МПС), МПС по команде оператора поочередно измеряет и запоминает напряжения U_m , U_0 , U , пропорциональные току фотоэлемента, потоку, прошедшему через контрольный образец, и потоку, прошедшему через исследуемый образец. После измерения МПС рассчитывается коэффициент пропускания T исследуемого образца по формуле:

$$T = \frac{U - U_T}{U_0 - U_T} \cdot 100 \quad (1)$$

Значение измеренной величины высвечивается на цифровом фотометрическом табло.

Для уменьшения рассеянного света и срезания высших порядков дифференциации в спектрофотометре используются два светофильтра: из стекла ПС11 для работы в области спектра 230 – 450

nm и стекла ОС 14 для работы в области спектра 600-1100 nm. Смена светофильтров проводится автоматически.

Линзы изготовлены из кварцевого стекла с высоким коэффициентом пропускания в ультрафиолетовой области спектра.

Для обеспечения работы спектрофотометра в широком спектральном диапазоне используются два фотоэлемента и два источника излучения сплошного спектра. Сурьмяноцезиевый фотоэлемент с окном из кварцевого стекла применяется для измерений в области спектра 190-700 nm, кислородно-цезиевый фотоэлемент – для измерений в области спектра от 600-1100 nm. Длина волны, при которой следует переходить от измерений с одним фотоэлементом к измерениям с другим фотоэлементом, указана в паспорте спектрофотометра.

Дейтериевая лампа предназначена для работы в области спектра от 190 до 350 nm, лампа накаливания – для работы в области спектра 340-1100 nm. Для проверки градуировки используются ртутно-гелиевые лампы ДРГС-12.

Проведение исследования подготовленных образцов проводится в соответствии с инструкцией по эксплуатации на прибор.

Задание 2

Методика проведения эксперимента.

Определение каротина в плодах и овощах

В основу метода определения каротина положена способность его давать жёлтые окрашенные растворы, легко поддающиеся колориметрированию.

Подготовка пробы к анализу:

- жидкие продукты (масла, жиры, растительные соки) тщательно перемешивают;
- твердые продукты (сухие овощи, сухая трава) измельчают ножницами, растирают в фарфоровой ступке и тщательно перемешивают;
- свежие растительные продукты хорошо измельчают ножницами, либо при помощи мясорубки или терки, старательно перемешивают в фарфоровой ступке с 4-5 кратным количеством безводного сернокислого натра для обезвоживания, сушка материала не

допускается, т.к. каротин при этом разрушается, по этой же причине все работы нужно производить быстро.

Величина навески зависит от большего или меньшего содержания каротина. Обычно берут следующие количества:

- свежие растительные продукты (плоды, ягоды, овощи) до 50 г
- растительные соки до 100 г
- сухие растительные продукты до 20 г
- жиры и масла 0,2-1 г
- каротин в кристаллах до 0,1 г

Методика определения каротина в свежем растительном материале.

Навеску от 1 до 50 г (в зависимости от содержания каротина) растирают в ступке с небольшим количеством прокаленного и промытого песка или измельченного стекла. Прибавляют сюда же отдельными порциями 5-10 кратное количество 96%-ного этилового спирта, можно ацетона. Для нейтрализации органических кислот добавляют немного углекислого натрия, т.к. каротин не устойчив в кислой среде.

Растертую навеску приносят на воронку Бюхнера и фильтруют с отсасыванием. Растирание с растворителем и отсасывание повторяют несколько раз, пока стекающий фильтрат не станет бесцветным.

Измеряем объем полученного экстракта. Из полученного экстракта берем испытуемый раствор для просмотра на спектрофотометре. Оптическую плотность раствора смотрим на спектрофотометре при длине волны 450-452 нм и рассчитывают содержание (мг/100 г) каротина.

В качестве стандартного раствора берут бихромат калия $K_2Cr_2O_7$ (720 мг $K_2Cr_2O_7$ разводят в 1 л воды). 1 мл стандартного раствора соответствует 0,00416 мг каротина.

Количество каротина рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{0,00416 \cdot D \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{D_1 n}, \quad (2)$$

где, D –оптическая плотность опытного раствора

D_1 – оптическая плотность стандартного раствора

V - объем исходной ацетоновой вытяжки

V_1 – объем раствора, взятого для определения каротина

n – навеска продукта, г.

Примечание: при определении каротина в моркови нет необходимости бензиновые вытяжки пропускать через колонку с адсорбентом, их колориметрирование можно проводить сразу, т.к. в моркови содержится почти исключительно каротин (без примеси посторонних пигментов). Так как каротин в естественных объектах сопровождается другими пигментами (хлорофилл, ксантофилл, ликопин и др.), то при определении каротина сопутствующие пигменты должны быть отделены, что достигается методом хроматографической адсорбции.

Заключение:

По результатам экспериментов делают заключение о количественном содержании каротиноидов в различных частях моркови, а также в различных ее сортах.

Контрольные вопросы.

- 1 На чем основан метод спектрофотометрического анализа?
- 2 Устройство и принципы действия спектрофотометра СФ-56?
- 3 Что положено в основу метода определения каротина на спектрофотометре?
4. От чего зависит количество взятой навески?

Лабораторная работа №4 Определение алкалоидов (кофеина и теобромина) в чае, кофе, шоколаде, какао.

Цель работы: Ознакомить студентов с методиками количественного определения содержания алкалоидов в пищевых продуктах. Определить количественное содержание алкалоидов в предложенных образцах. Сравнить количественное содержание алкалоидов в испытуемых образцах с требованиями соответствующих стандартов.

Общие теоретические сведения.

Алкалоиды – азотосодержащие органические основания, встречающиеся чаще всего в растениях и, как правило, обладающие активным биологическим действием. В растениях играют роль биологических катализаторов.

Алкалоиды содержатся в растениях в относительно малых количествах (от 1-2 % до тысячных долей процента). Какао, чай и кофе богаты алкалоидами, такими как кофеин, теобромин, теофиллин.

Их физиологическое тонизирующее действие на организм человека обусловлено биологическими свойствами пуриновых оснований – важнейших компонентов нуклеопротеидов, составляющих основную массу клеточных ядер. В этих растениях образуется преимущественно кофеин. По мере старения листьев и стеблей чая способность к биосинтезу кофеина резко падает, снижается его содержание и в процессе переработки.

При термической обработке изменяется содержание алкалоидов в кофе и какао. Основным сырьем для производства шоколада является какао – бобы, то есть семена какао дерева, в котором также содержится достаточное количество кофеина.

В последнее время распространена ассортиментная фальсификация шоколада, когда частично или полностью заменяются наиболее ценные компоненты сырья: какао–масло и какао тертое – на гидрожир и соевый шрот (или белок или лецитин).

При этом на маркировке не указывается подделанная ассортиментная принадлежность и состав продукции. Применяется также фальсификация шоколада и какао- крахмалом. Поэтому содержание кофеина в готовой продукции может служить вполне достоверным показателем качества.

Для извлечения алкалоидов из предварительно высушенного измельченного сырья или продуктов питания преимущественно используют метод экстрагирования либо в виде солей, либо в виде оснований.

Оборудование и материалы: спектрофотометр СФ-56, спекорд, дженезис, плитка электрическая, весы лабораторные, разновесы. Химическая посуда: мерные колбы на 250 см³, колбы конические с

пробками, стеклянные воронки. Сырье: чай, какао, кофе, шоколад. Химические реактивы: стандартный раствор кофеина, хлороформ, ацетат свинца, окись свинца, бикарбонат натрия, 10% раствор HCl, вода дистиллированная, фильтры бумажные.

Ход работы

Задание 1 Методика определения кофеина в чае.

Метод основан на измерении хлороформенных экстрактов кофеина при длине волны 272 нм. Присутствующие в чае танины не экстрагируются хлороформом. Смолы, хлорофилл и другие сопутствующие ему пигменты не мешают определению кофеина.

Приготовление реактивов.

Стандартный раствор кофеина. Для построения градуировочного графика – готовим раствором 100 мг кофеина в 100 см³ хлороформа с последующим разбавлением до концентрации от 4 до 30 мг/дм³.

Для определения содержания кофеина в 3 г сухого чая или 0,5 г растворимого чая помещают в колбу с притертой пробкой, приливают 60 см³ хлороформа и проводят экстракцию в течение 20 минут путем периодического перемешивания колбы с навеской. Полученный хлороформенный экстракт для спектрофотометрического определения кофеина разбавляют чистым хлороформом 1:10 или 1:100. Измерение оптической плотности проводят на спектрофотометре в кювете при длине волны 272 нм. Содержимое кофеина определяют по формуле.

$$A = \frac{C \cdot P \cdot K}{1000} \quad (3)$$

где, А – количество кофеина в исследуемой навеске, мг;

С – содержание кофеина в хлороформенном экстракте по градуировочному графику, мг/дм³;

Р – степень разбавления хлороформенного экстракта чистым растворителем (хлороформом);

К- количество хлороформа, используемого для экстракции кофеина из навески, см³.

Присутствие танина не искажают результата определения кофеина. Градуировочный график строится по величине оптической плотно-

сти хлороформенных растворов кофеина концентрацией от 4 до 30 мг/л.

Задание 2

Методика определения теобромина или кофеина в какао, шоколаде, кофе.

Метод основан на определении оптической плотности в УФ области спектра водных экстрактов алкалоидов (теобромина и кофеина), предварительно осветленных ацетатом свинца.

Приготовление реактивов: основной ацетат свинца плотностью $1,23 \text{ г/см}^3$ готовят смешиванием трех частей кристаллического ацетата свинца с одной частью окиси свинца, смесь нагревают на водяной бане с одной частью воды до образования массы белого цвета, затем приливают горячую воду до 14 частей, дают отстояться и фильтруют.

Для определения содержания алкалоидов навеску (1г) какао, кофе или шоколада вносят в плоскодонную колбу емкостью 300 см^3 , добавляют несколько кусочков пемзы и взвешивают. Приливают 96 см^3 холодной дистиллированной воды, нагревают до кипения и осторожно при перемешивании кипятят 5 мин. Колбу снимают с огня, добавляют 4 см^3 ацетата свинца, взбалтывают, охлаждают и взвешивают, доводя общий вес до 101 г. Содержимое колбы перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр. Первые 10 мл отбрасывают. К 50 мл прозрачного или слегка мутного фильтрата добавляют 0,5 г NaHCO_3 для осаждения свинца. Смесь перемешивают и фильтруют, отбросив первые 10 см^3 фильтрата. Фильтрат помещают в кварцевую кювету и определяют оптическую плотность при $\lambda=272 \text{ нм}$ и 306 нм .

Содержимое алкалоида определяется как

$F(\epsilon_{272}^{\max} - \epsilon_{306}^{\min})$, где F – фактор пропорциональности, равный отношению 1 мг чистого теобромина или кофеина в 100 мл воды к величине его оптической плотности при максимуме поглощения.

Содержание теобромина (кофеина) рассчитывают следующим образом:

$$X = \frac{F(\epsilon_{272}^{\max} - \epsilon_{306}^{\min})}{aV}, \quad (4)$$

где a – навеска образца, г;

V – объем фильтрата, взятого для разведения.

Заключение. По результатам эксперимента делают заключение о соответствии исследуемой продукции соответствующему ГОСТу.

Контрольные вопросы

1. Что такое алкалоиды? Их действие на человеческий организм.
2. Методы экстракции алкалоидов из пищевой продукции.
3. На чем основан выбор длины волны, при котором ведут спектрофотометрическое определение?
4. Назвать методы спектрофотометрического анализа.

Лабораторная работа №5 Определение тяжелых металлов методом инверсионной вольтамперметрии. Определение витаминов методом инверсионной вольтамперметрии. 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 вольтамперметрии на вольтамперметрическом 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 при-

родные 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, раз-

личных микро- и макроэлементов, а также наличия тяжёлых металлов.

Оборудование и материалы: вольтамперометрический анализатор водяная баня, аппарат для встряхивания. Химическая посуда: цилиндр мерный 50, 100 см³; колбы 50, 100, 150 см³; 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 5·10⁻² 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 см³ вносят 80 см³ пробы воды и 20 см³ 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 см³ 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 100-150 см³ пробы воды наливают в коническую колбу емкостью 50 см³, доводят до температуры (20 ± 1) °С 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 см^3 и приливают 20 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 вольтамперограмме. 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 ($0,5 \text{ M KCl}$):

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

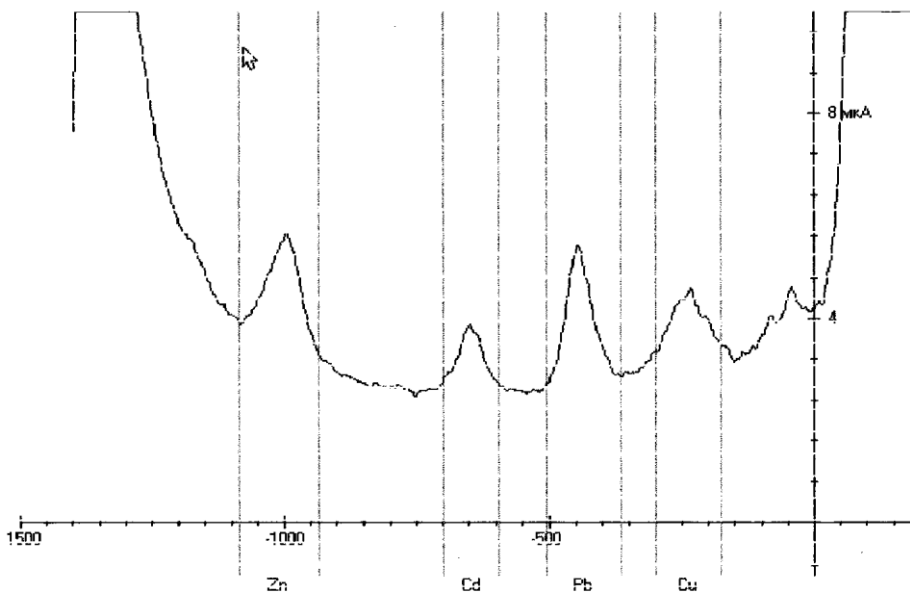


Рис. 2 Вольтамперограмма питьевой воды

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/дм³; S_x - площадь анодного пика металла в анализируемом растворе пробы; S_ϕ - 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, см³ ($V = 25 \text{ см}^3$); V_D - объём добавки

стандартного раствора металла, см^3 ; $C_{\text{д}}$ - концентрация добавленного стандартного раствора металла, $\text{мкг}/\text{дм}^3$.

Вычисление площадей пиков проводится по программному обеспечению анализатора.

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

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

где $N = V/V_{\text{пр}}$;

$C_{\text{М}}$ - концентрация ионов металла в анализируемом растворе пробы, рассчитанная по формуле (1), $\text{мкг}/\text{дм}^3$;

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

V - объем анализируемого раствора пробы, см^3 ;

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

Оформление результатов измерений.

За результат анализа С 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 №6 Ознакомление с устройством и принципом действия жидкостного хроматографа, определение деструкции основных водорастворимых витаминов в отварах и настоях, приготовленных из растительного сырья.

Цель работы. Изучить устройство и принципы действия жидкостного хроматографа. Освоить методику пробоподготовки и приготовления образцов для последующего проведения хроматографического анализа. Провести анализ подготовленных проб.

Общие теоретические сведения.

Хроматография – это метод разделения компонентов смеси, основанный на различии в равновесном распределении их между двумя несмешивающимися фазами, одна из которых неподвижна, а другая подвижна. Компоненты образца движутся по колонке, когда они находятся в подвижной фазе, и остаются на месте, когда находятся в неподвижной фазе. Чем больше сродство компонента к неподвижной фазе и чем меньше к подвижной, тем медленнее он движется по колонке и тем дольше в ней удерживается. За счет различия в сродстве компонентов смеси к неподвижной и подвижной фазам достигается основная цель хроматографии – разделение за приемлемый промежуток времени смеси на отдельные полосы компонентов по мере их продвижения по колонке с подвижной фазой.

Из этих общих представлений ясно, что хроматографическое разделение возможно только в том случае, если компоненты образца, попадая в колонку при вводе пробы, во-первых, будут растворены в подвижной фазе и, во-вторых, будут взаимодействовать (удерживаться) с неподвижной фазой. Если при вводе пробы какие-то компоненты находятся не в виде раствора, они будут отфильтрованы и не будут участвовать в хроматографическом процессе. Точно также компоненты, не взаимодействующие с неподвижной фазой, пройдут через колонку с подвижной фазой, не разделяясь на компоненты.

Устройство и принцип действия жидкостного хроматографа.

Любой жидкостный хроматограф состоит из следующих частей:

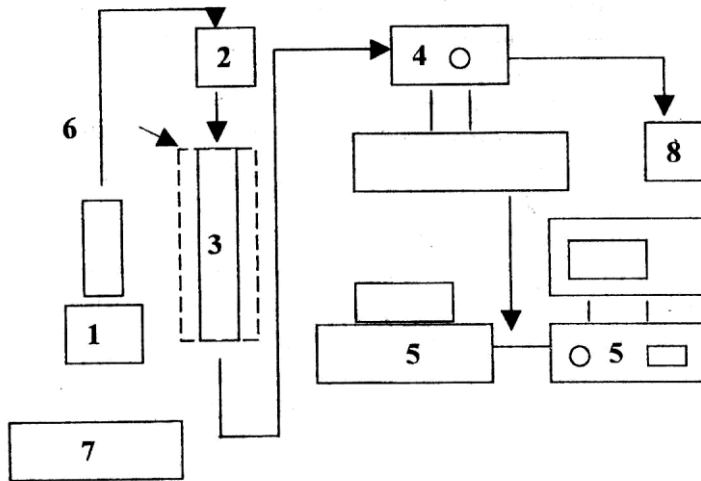


Рис.3 Блок – схема хроматографа:

1 -насос; 2 - узел ввода пробы; 3 - хроматографическая колонка; 4 - детектор; 5 - регистратор (самописец, интегратор или компьютер); 6 - термостат колонок; 7 - узел подготовки элюента с емкостями для элюента; 8 -смесь элюента или коллектор фракций.

Принцип действия хроматографа заключается в следующем: раствор анализируемой смеси с помощью узла ввода пробы вносится в верхнюю часть хроматографической колонки. С помощью насоса анализируемая смесь прокачивается элюентом через хроматографическую колонку, в которой происходит разделение анализируемой смеси на отдельные вещества (компоненты). Вытекающий из колонки элюат, содержащий отдельные компоненты анализируемой смеси, регистрируется детектором, показания которого фиксируются регистратором.

Оборудование и материалы

Жидкостной хроматограф, весы аналитические, весы лабораторные, разновесы, плитка электрическая. Химическая посуда: пипетки мерные 2,5,10 см³; колбы конические 100,250 см³ п/п, воронки стеклянные, фильтровальная бумага. Химические реактивы: ацетонитрил, фосфорная кислота, NaH₂PO₄, диэтиламин, порошок витамина С, В₁, В₂, РР. Сырье: ягоды рябины, яблоки, груша, смородина, абрикосы (любое витамин содержащее растительное сырье).

Ход работы.

Задание 1

Методика проведения пробоподготовки.

Приготовление настоя для определения витаминов в сырье. Навеску анализируемых продуктов в количестве 10 г заливают 200 см³ теплой (примерно 20 – 30 °С) дистиллированной водой и проводят экстракцию водорастворимых веществ (в том числе и витаминов) в течение 30 минут в конической колбе на 250 см³ с закрытой пробкой, путем периодического встряхивания через каждые 5 минут. Полученную вытяжку фильтруют через бумажный фильтр и оставляют для дальнейшего количественного определения витаминов на хроматографе.

Задание 2

Приготовление настоя (отвара) для определения витаминов в экстракте после термической обработки.

Навеску анализируемых продуктов в количестве 10 г заливают дистиллированной водой в количестве 200 см³, кипятят 10-15 минут, остужают в течение 45 минут при комнатной температуре и периодически перемешивают. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр, фильтрат оставляют для дальнейшего исследования.

4.2. Приготовление градуировочных растворов витаминов.

Исходные растворы определяемых витаминов готовят путем растворения взятой навески в дистиллированной воде концентрацией 1г/дм³ в мерных колбах на 1дм³.

Задание 3

Методика проведения эксперимента

Тепловая обработка продовольственного сырья всегда сопровождается частичным разрушением содержащихся в нем витаминов.

Традиционные методы (метод нейтрализации, комплексонометрическое титрование, фотометрия) не дают ясной картины ки-

нетики деструкции витаминов в специфических условиях среды при обработке пищевой продукции. Значительно более наглядным методом исследования изменения витаминов в процессе варки является ВЭЖХ.

Условия выполнения измерений

1. Температура окружающего воздуха, °С (20± 5).
2. Относительная влажность воздуха, % (30-80).
1. Режим хроматографических измерений: неподвижная фаза – диасорб С16Т; подвижная фаза - элюат состава: ацетонит – смесь 0,03 М KH_2PO_4 и 0,02 М диэтиламин, подкисленная фосфорной кислотой до $\text{pH} = 3$ в соотношении 9:91:0,5.
2. Колонка 120*2.
3. Длина волны спектрофотометра 230,290 нм.
4. Расход элюента 100 мкл/мин
5. Длина волны спектрофотометрического детектора 230 и 280 нм
6. Ориентировочные времена удерживания анализируемых растворов витаминов следующие:

Витамин B_1 – 2-3 мин.

Витамин B_2 – 1-2 мин.

Кислота аскорбиновая – 3-4 мин.

Кислота никотиновая – 8-9 мин.

Приготовление элюента

В качестве элюента используется смесь: ацетонитрил – 0,03 М – KH_2PO_4 – диэтиламин в соотношении 9:91:0,5 (по объему), раствор диэтиламина в 0,03 М KH_2PO_4 доводится до $\text{pH} = 3$ фосфорной кислотой.

Подготовка прибора к хроматографическому анализу и проведение испытаний.

Подготовку прибора начинают с промывки хроматографической системы прибора элюентом. После установления равновесия нулевого сигнала детектора и снижения шума до минимума проводят анализ стандартного раствора и исследуемой пробы, которую вводят в хроматограф и регистрируют значения выходных сигналов. Затем вводят градуировочные (стандартные) растворы, регистрируют выходные сигналы.

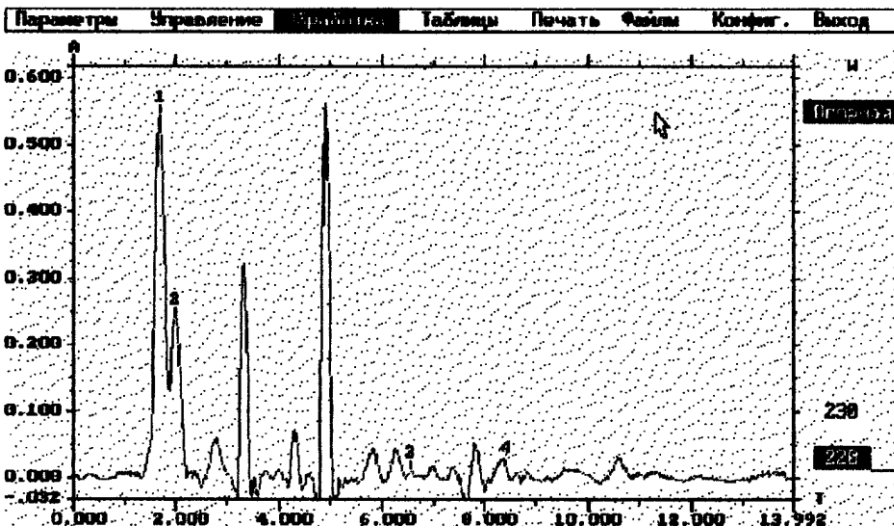


Рис. 5 Хроматограмма экстракта свежего растительного сырья: пик 1 - содержание вит В₂, пик 2 - содержание вит В₁, пик 3 - содержание вит С, пик 4 – содержание вит РР.

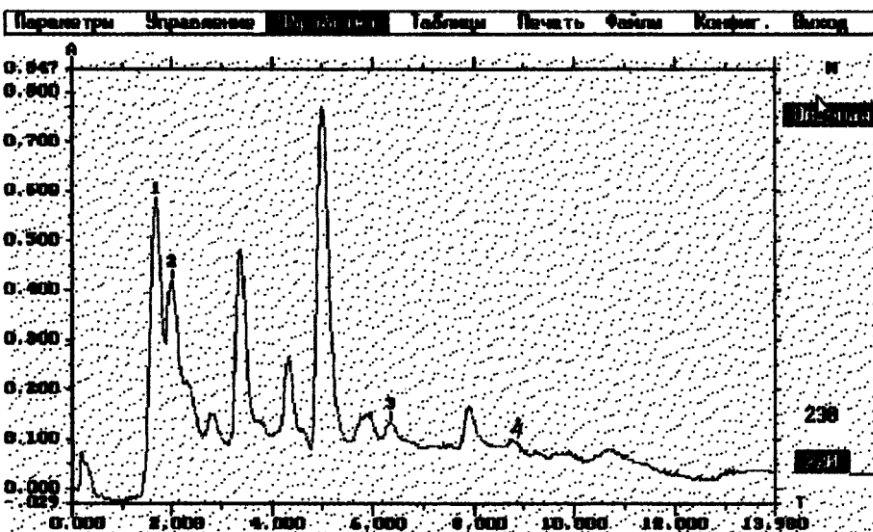


Рис.6 Хроматограмма экстракта сырья после термической обработки

Обработка результатов анализа.

Содержание витаминов в пробе, введенной в хроматограф, рассчитывают, используя данные о высотах или площадях пиков. Содержание определяемого витамина в пробе, введенной в хроматограф, рассчитывают по формуле, мг/кг
 $S = K * Y_{\text{пробы}}$, где S – концентрация анализируемого витамина;

Упробы – значение выходного сигнала (высота или площадь пика)
 К – значение градуировочного коэффициента.

Заключение. По результатам эксперимента судят о степени разрушения витаминов при термической обработке пищевых продуктов. Зарисовка схемы устройства жидкостного хроматографа. Описание методики проведения пробоподготовки. Краткое описание методики проведения эксперимента. Расчет содержания витаминов в исследуемых образцах по результатам эксперимента. Заключение о степени деструкции витаминов в процессе варки.

Контрольные вопросы.

- 1 Что такое жидкостная хроматография?
- 2 Принцип действия жидкостного хроматографа.
- 3 Устройство жидкостного хроматографа.
- 4 В чем заключается элюирование пробы?
- 5 Как правильно провести пробоподготовку для проведения эксперимента на хроматографе?
- 6 Как рассчитать концентрацию витаминов по результатам эксперимента?

Лабораторная работа №7 Исследование продуктов питания с использованием сахариметра, поляриметра.

Цель работы. Изучить принцип работы сахариметра, поляриметра. Определить концентрацию сахара в растворе с помощью сахариметра.

Краткие теоретические сведения

При прохождении плоско поляризованного света через некоторые кристаллы и растворы органических соединений, таких как камфора, кокаин, никотин, сахаристые вещества, плоскость колебания вектора поворачивается. Такое явление называется вращением плоскости поляризации.

Вещества, обладающие способностью вращать плоскость поляризации, называются оптически активными.

На опыте установлено, что существует два направления вращения плоскости поляризации. Если поворот плоскости колебаний вектора для наблюдателя, смотрящего навстречу проходящему лучу, совершается по часовой стрелке, то вещество называется правовращающим, против часовой стрелки - левовращающим. Почти все оптически активные вещества существуют в двух модификациях - правовращающие и левовращающие.

Зависимость угла поворота плоскости колебаний плоскополяризованного света от концентрации оптически активных растворов позволяет быстро и надежно определять их концентрацию. Приборы, применяемые для этой цели, называются поляриметрами или сахариметрами.

Метод определения концентрации оптически активного раствора заключается в следующем: между скрещенными поляризатором и анализатором (установленными так, что колебания не проходят) помещают трубку с раствором активного вещества. В результате поворота плоскости поляризации поле зрения просветляется. Для определения угла поворота надо повернуть анализатор до получения первоначального состояния поля зрения. Если известны постоянная вращения и угол поворота, то концентрацию легко рассчитать по формуле.

Для более точного отсчета угла поворота в поляриметрах используется полутеневое устройство, действие которого основано на выравнивании освещенности двух или трех участков поля зрения, что дает возможность довести точность измерений угла.

Описание установки

В настоящей работе используется поляриметр типа СМ. Принципиальная схема поляриметра представлена на рис.7. Поляризаторное устройство состоит из поляризатора (1), осветительной линзы (2) и кварцевой пластинки (3). Кварцевая пластинка расположена симметрично относительно поляризатора и крепится вместе с ним жестко в оправе. Анализатор (4) изготовлен из поляроидной пленки, заклеенной между двумя защитными стеклами, и поворачивается с помощью фрикциона (5) вместе с нониусами и зрительной трубкой.

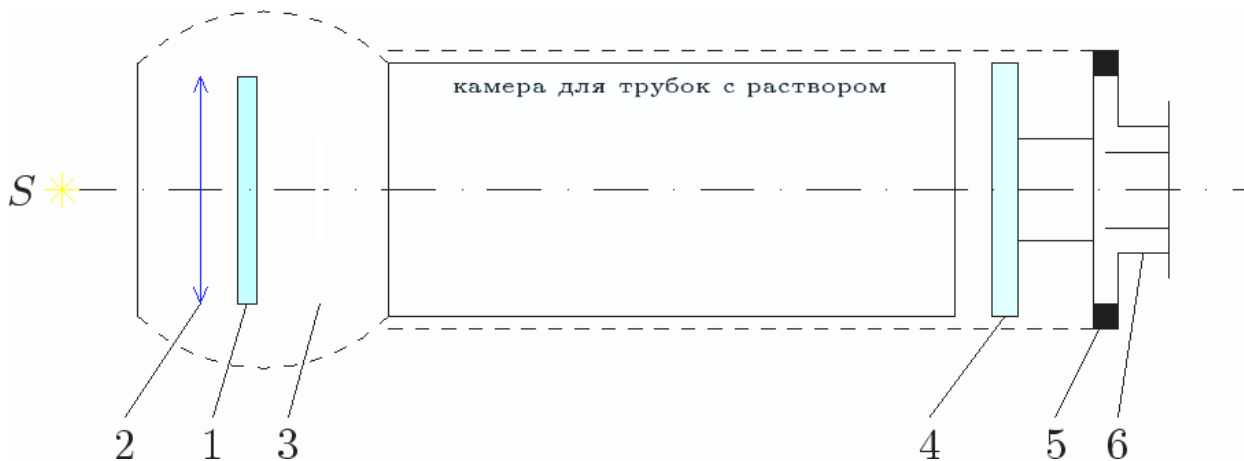


Рис. 7 Схема поляриметра

В данном поляриметре угол плоскости поляризации определяют, выравнивая освещенности двух частей поля зрения.

Если в начальный момент поле зрения было равномерно освещено, то введение трубки с оптически активным раствором нарушает фотометрическое равновесие, которое может быть восстановлено поворотом анализатора на угол, равный углу поворота плоскости поляризации активного раствора. Угол поворота анализатора отсчитывается по лимбу и нониусу.

Задание 1.

Определить нулевое положение прибора.

Для этого включают осветительную лампу. Перемещая муфту (6) зрительной трубы, добиваются резкого изображения двойного поля зрения. Затем, вращая фрикцион (5), добиваются равномерной освещенности двойного поля зрения. При этом нуль нониуса должен совпадать с нулевым делением шкалы лимба. Если нулевой штрих нониуса смещен относительно нуля шкалы, то надо учесть поправку на нуль прибора. Поправка берется со знаком (+), если нуль нониуса смещен по часовой стрелке, и (-), если против часовой стрелки.

Задание 2.

Градуировка поляриметра.

Провести градуировку поляриметра, то есть определить величину удельного вращения исследуемого раствора сахара. Для этого в камеру прибора помещают трубку с раствором известной концентрации. Наводят на резкость поле зрения и, вращая фрикцион, до-

Задание 3

Определение массовой доли сахарозы поляриметрическим методом

Экспериментальная часть

Приборы, реактивы, оборудование

1. Сахариметр универсальный СУ-5;
2. Кюветы поляриметрические образцовые или контрольные поляриметрические пластинки: правое направление вращения плоскости поляризации +124,290S и левое направление вращения плоскости поляризации – 38,870S;
3. Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87;
4. Колба мерная на 200 мл по ГОСТ 1710-74;
5. Цилиндр мерный на 25 мл по ГОСТ 1770-74;
6. Весы лабораторные, класс точности по ГОСТ 24104-2001: 1 специальный (например, типа Асом JW-1);
7. Сахар-песок 20-30 г;
8. Ложка фарфоровая №2
9. Ареометр для сахара АСТ-1 или набор ареометров АОН-1 по ГОСТ 18841-81;
10. Вода, дистиллированная по ГОСТ 6709-97;

Сахариметр должен быть установлен на столе в затемнённом помещении с окрашенными в тёмный цвет стенами для повышения чувствительности глаз оператора;

- поверните ручку резистора, расположенную на основании прибора до упора против часовой стрелки;
- включите сахариметр в сеть;
- включите кнопкой осветитель;
- установите обойму в положение («С») (светофильтр – при работе с бесцветными и слабоокрашенными растворами или в положение («Д») (диафрагма) – при работе с тёмноокрашенными растворами;
- установите вращением окуляра зрительной трубы максимальную резкость изображения вертикальной линии раздела полей сравнения;
- установите ручкой резистора такую яркость поля, которая наименее утомляет зрение и при которой наиболее чётко воспринимается разница полей сравнения, если сместить нониус на одно деление с его нулевого положения.

Произведите установку нуля в следующем порядке:

- закройте крышку кюветного отделения без установки в нём кюветы;

- уравняйте яркость полей сравнения вращением рукоятки клинового компенсатора;
- установите ключ в механизм установки нониуса;
- совместите нулевое деление нониуса с нулевым делением шкалы перемещая нониус юстировочным ключом;
- проверьте правильность установки нуля не менее шести раз, поворачивая рукоятку клинового компенсатора против и по часовой стрелке.

Среднее арифметическое из шести отсчётов по нониусу составляет нулевой отсчёт, который должен быть в пределах $\pm 0,050S$. Шкала сахариметра изображена на рис. 8

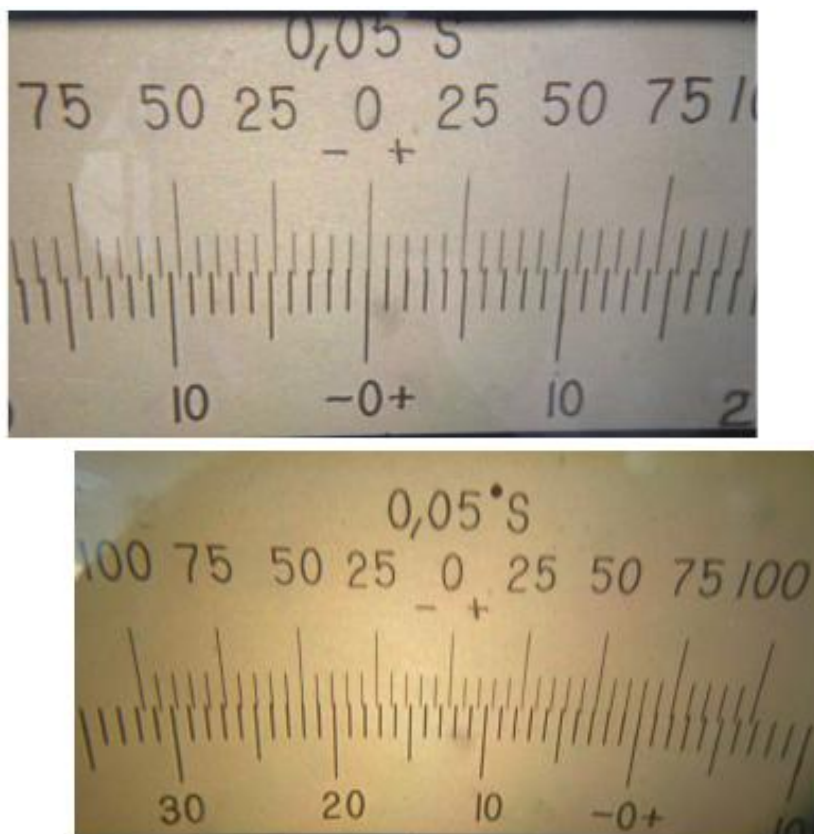


Рис.8 положение нониуса и шкалы, соответствующее отсчёту «-12,650S»

На рис.8 показано положение нониуса и шкалы, соответствующее отсчёту «-12,650S» (нуль нониуса расположен левее нуля шкалы на 12 полных делений и в левой части нониуса с одним из делений шкалы совмещается его тринадцатое деление).

На рис.9 показано положение шкалы и нониуса, соответствующее отсчёту «+134,750S» (ноль нониуса расположен правее нуля шкалы на четыре полных деления и в правой части нониуса с одним из делений шкалы совмещается его пятнадцатое деление).

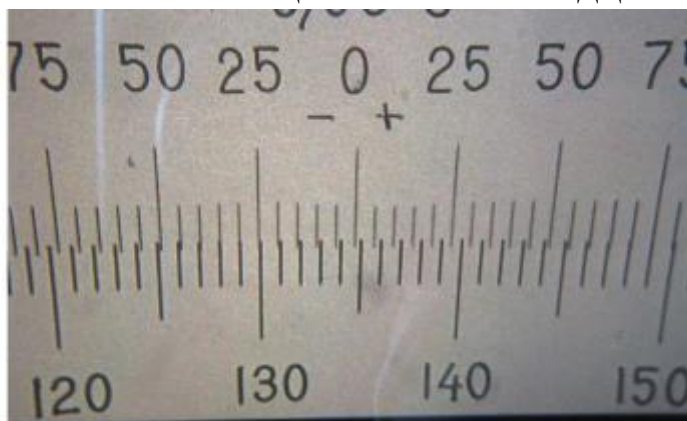


Рис. 9 Положение шкалы и нониуса, соответствующее отсчёту «+134,750S»

Проверка умения проводить измерения Вставьте контрольную поляриметрическую пластинку (кювету) в кюветное отделение поляриметра и закройте его. Произведите измерения. Запишите в журнал. То же самое сделайте и со второй контрольной пластинкой.

Сопоставьте полученные результаты с приведёнными на корпусе контрольных кювет.

Приготовление навески

Сделайте на лабораторных весах навеску сахара 20-30 г и поместите её в мерную колбу объёмом 200 мл налейте туда ~ 150-180 мл дистиллированной воды и растворите навеску. Доведите объём до 200 мл. (Температура раствора должна быть 20°C). Подготовьте кювету и залейте в неё раствор.

Подготовка кювет (поляриметрических трубок) к работе.

Возьмите поляриметрическую кювету длиной 200 мм перед использованием вымойте кюветы, протрите комком неплотной фильтровальной бумаги, который проталкивайте деревянным шомполом, а затем просушите их. Перед наполнением исследуемым раствором промойте кюветы этим раствором два-три раза. Затем в кювету, закрытую с одной стороны стеклом и гайкой 9 (через

прокладку), налейте столько жидкости, чтобы она выступила поверх краёв трубки. После того, как пузырьки воздуха, содержащегося в жидкости, поднимутся наверх, закройте кювету сверху предварительно вымытым и вытертым насухо стеклом. Для того, чтобы под стеклом не оставалось воздушного пузырька, ставьте стекло быстро, надвигая его на торец трубки и при этом как бы срезая выступившую жидкость. Если же воздушный пузырёк останется, установку стекла повторите, закрутите гайку.

Не пережимайте покровные стёкла, так как в результате этого в них может возникнуть напряжение и, вследствие этого, дополнительное вращение плоскости поляризации, что влияет на точность результатов измерений.

Установка кювет.

- откройте кюветное отделение;
- поместите кювету с раствором в кюветное отделение;
- установите её, вращая вокруг оси, в такое положение, чтобы линия раздела полей сравнения делила поле зрения на две равные части.

Проведение измерений.

Измерение производите в следующей последовательности:

- сравняйте яркость полей сравнения вращением рукоятки клинового компенсатора;
 - произведите отсчёт показаний по шкале и нониусу с точностью до 0,050S;
- снова уравняйте яркость полей сравнения и произведите отсчёт по шкале и нониусу;
- данные операции произведите не менее шести раз вращением рукоятки клинового компенсатора против и по часовой стрелке;
- вычислите среднеарифметическое шести отсчётов, которое равно углу вращения плоскости поляризации раствора в 0S;
- запишите результаты измерений в журнал.

Если температура окружающего воздуха в момент проведения измерений отлична от 200С, необходимо пользоваться методикой измерений, изложенной в «Инструкции по химико-техническому контролю и учёту сахарного производства».

После окончания работы:

- поверните ручку резистора, расположенную на основании прибора, до упора против часовой стрелки;
- выключите кнопку;
- очистите кюветное отделение от остатков исследуемых растворов;
- промойте с помощью деревянной палочки с намотанным на неё тонким слоем гигроскопической ваты, смоченной спиртом по ГОСТ, защитные стёкла кюветного отделения;
- протрите защитные стёкла сухой ватой, намотанной на палочку, соблюдая осторожность, чтобы не поцарапать их поверхности;
- протрите мягкой не ворсистой салфеткой наружные поверхности сахариметра;
- наденьте на сахариметр чехол;
- вымойте, высушите и уложите в футляр используемые кюветы.

В сахариметре применена международная сахарная шкала, 1000S этой шкалы соответствует 34,620 угловым. Сахариметр при измерении показывает 1000S, если температура окружающего воздуха 20⁰С, а в кюветном отделении находится кювета длиной 200 мм с водным раствором сахарозы, объёмом 100 см³ в котором содержится 26 г химически чистой сухой сахарозы, взвешенной в воздухе при 20⁰С.

Определить по шкале сахариметра непосредственно процент сахарозы в исследуемом веществе можно, если взята его нормальная навеска, водный раствор доведён до 100 см³, и измерение произведено в кювете длиной 200 мм. Формула для расчёта процентной концентрации сахарозы при измерении сахариметром выглядит следующим образом: $K = A \cdot 0,26 \cdot 200 / \ell$ (18) где:

K – концентрация сахарозы в %;

A – показания шкалы сахариметра в международных единицах OS;

0,26 – коэффициент равный частному деления нормальной навески на 100;

l - длина поляриметрической трубки в мм.

Если же кювету длиной 200 мм наполнить исследуемым сахарным раствором, то для определения весового процента сахарозы, необходимо отсчитанные по шкале сахариметра градусы умножить на переводной коэффициент 0,260 и разделить на плотность исследуемого раствора.

В тех случаях, когда в растворе кроме чистой сахарозы содержатся другие оптически активные вещества (например, рафиноза), содержание сахарозы определяется инверсионным методом.

Обработка результатов, записи в журнале

Вес навески сахарозы г

Температура исследуемого раствора 0С

Показания сахариметра 0S

Длина поляриметрической трубки мм

Количество сахарозы в 100 см³, которое соответствует 10S шкалы сахариметра г

Расчёт концентрации сахарозы в исследуемом растворе:

$$K = A \cdot C \cdot 0,26 \quad \% \quad (19)$$

Плотность раствора сахарозы, определённая по ареометру г/см³

Значение концентрации сахарозы, определённое табличным способом

по плотности исследуемого раствора г/100 см³

Сопоставьте полученные результаты со справочными данными.

Контрольные вопросы:

1. Что такое поляризация света?
2. Что следует понимать под оптической активностью твёрдых и жидких веществ?
3. Что называется удельным оптическим вращением оптически активных веществ?
4. Приведите примеры оптически активных веществ применяемых в пищевой промышленности или содержащихся в продуктах питания.
5. Объясните устройство и принцип работы поляриметра.
6. В чём состоит основное конструктивное отличие сахариметра от поляриметра?
7. В каких единицах проградуирована шкала сахариметра?

8. Какому количеству сахарозы соответствует 1000S?
 9. Как произвести перерасчёт из единиц международной сахарной шкалы в процентное содержание сахарозы в исследуемом веществе (и наоборот)?

Лабораторная работа №8 Определение доброкачественности и фальсификации пищевых продуктов методом люминоскопии
 Определение доброкачественности и фальсификации пищевых продуктов методом люминоскопии

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 люминоскопии 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: люминоскоп ЛПК-1, лоток, нож. Сырьё: мясо свинины и говядины, мясной фарш, яйца, картофель, мука разных видов и сортов, мед, печенье, масло сливочное, маргарин. 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 сортности муки. Муку рассыпают в кювету слоем 5 мм. Определение качества печенья.

Печенье помещают в кювету в целом виде. Определение качества картофеля. Картофель нарезают толщиной 10 мм.

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, поражен- | На фоне мяса | |

| | | | |
|-----|--|---|--|
| | ная личинками гельминтов | ярко розовые точки | |
| 3. | Говядина | Темно-красный или красновато-фиолетовый с бархатистом 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 примесей | Интенсивное синее свечение | |
| 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 маслах, свежих и сухих плодах и овощах.

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 раство-

ром. 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 натра, 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 см³ 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 см³ продукта и такое же количество бутилового спирта помещают в делительную воронку, энергично встряхивают 60 сек, затем приливают 25 см³ 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 см³ 0,1N 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 №9 Применение рефрактометрических методов для анализа пищевых продуктов. Определение массовой доли растворимых сухих веществ в сырье и пищевых продуктах.

Цель работы: определить массовую долю растворимых сухих веществ в сырье и пищевых продуктах

Приборы, реактивы, оборудование.

1. Рефрактометр лабораторный ИРФ-454 Б2М;
2. Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026;
3. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-97;
4. Термометр лабораторный ТЛ-2 по ГОСТ 215-73;
5. Образцы жидкостей для определения растворимых сухих веществ (напитки, экстракты, соки, томатная паста, кетчуп);
6. Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87;
7. Образцы растворов сахарозы.

Задание 1

Провести контроль юстировки рефрактометра (установки на нуль и правильности показаний) по дистиллированной воде при температуре окружающего воздуха.

Для этого необходимо:

- подключить блок питания к осветителю рефрактометра и включить его в сеть 220 В;
- произвести контроль температуры дистиллированной воды, используемой для юстировки и записать данные в журнал;
- отстегнуть застёжку удерживающую на рефрактометре осветительную призму и поднять её;
- визуально проверить чистоту поверхности измерительной призмы и оплавленной стеклянной, деревянной, полиэтиленовой палочкой или пипеткой осторожно, не касаясь призмы, нанести две три капли воды;
- опустить осветительную призму и прижать её застёжкой;
- измерения проводить в проходящем свете, когда он проходит через открытое окно осветительной призмы, при этом окно измерительной призмы закрыто зеркалом; для освещения можно использовать дневное освещение или осветитель работающий от блока питания (его положение нужно подрегулировать свет должен падать на входное окно осветительной призмы или на зеркало, которым направить свет во входное окно вдоль рабочей грани измерительной призмы);

- вращением окуляра произвести настройку прибора на наилучшую резкость (подбирается индивидуально в зависимости от зрения человека, производящего измерения ± 5 диоптрий);
- вращением нижнего маховика, находящегося с правой стороны корпуса подвести граничную линию светотени к центру перекрестия, видимого в окуляре прибора;
- вращением верхнего маховика устранить дисперсию света – граница светотени не должна иметь окраски;
- наблюдая в окуляр, нижним маховиком навести границу светотени точно на перекрестие;
- отсчёт показаний снимается по шкале освещенности которой осуществляется боковым зеркалом; индексом для отсчёта служит неподвижный вертикальный штрих.

Цена деления шкалы – 5 Ч 10⁻⁴. Целые, десятые, сотые и тысячные доли оценивать на глаз.

Измерения проводятся несколько раз и вычисляется среднее значение. Если среднее значение отличается от табличного (таблица 1), рефрактометр следует подюстировать, (отвинтив заглушку юстировочным ключом подвинтить головку винта, совместив значение шкалы, соответствующее требуемому показателю преломления с отсчётным индексом).

После окончания измерений отстегнуть измерительную призму и удалить остатки воды фильтровальной бумагой.

Задание 2

Измерение показателя преломления. После установки исследуемого образца на измерительной призме навести окуляр на отчётливую видимость перекрестия. Поворотом зеркала, расположенного с левой стороны корпуса, добиться наилучшей освещенности шкалы (или положением осветителя) Вращением верхнего маховика границу светотени ввести в поле зрения окуляра.

Вращать верхний маховик до исчезновения окраски граничной линии. Наблюдая в окуляр, нижним маховиком навести границу светотени точно на перекрестие и по шкале показателей преломления снять отсчёт. Индексом для отсчёта служит неподвижный вертикальный штрих призмы. Результаты измерений занести в журнал. При проведении измерений следует помнить, что точность измерений зависит от температуры измеряемых растворов. Если

юстировка прибора проводилась при температуре 20⁰С, а при измерениях была другая температура, результаты измерений следует приводить к температуре 20⁰С. Для этих целей к прибору прикладывается таблица температурных поправок к показаниям рефрактометра по шкале массовой доли сахарозы. Если исследуемый продукт разбавлен водой, то массовую долю растворимых сухих веществ в продукте следует вычислять по формуле:

$$X = a \cdot [1 + 100 \cdot m_1 / (100 - E) \cdot m_2]$$

где: а – значение массовой доли растворимых сухих веществ в продукте, %; m1 – масса добавленной воды, г; m2 – масса навески продукта, г E – массовая доля нерастворимых в воде сухих веществ в продукте, % E = 5,5% - для томатной пасты с массовой долей растворимых сухих веществ 25-30%; E = 5,0% - для сушёного винограда; E = 1,8% - для джемов и повидла; E = 0 – для тёмноокрашенных прозрачных жидких продуктов.

Обработка результатов, записи в журнале

Температура окружающего воздуха, 20⁰С;

Температура дистиллированной воды, используемой для юстировки, 20⁰С;

Показания шкалы при юстировке прибора (среднее арифметическое)

Показания шкалы при измерениях (среднее арифметическое): -по шкале коэффициентов преломления -по шкале массовой доли сухих веществ (сахарозы) %

Заключение

Показатель преломления в исследуемом продукте составляет _____

Массовая доля сухих веществ в исследуемом продукте составляет _____ процентов.

Лабораторная работа №10 Определение кислотности кондитерских изделий титриметрическим методом

Цель работы: определить кислотность кондитерских изделий титриметрическим методом

Настоящий метод изложен в ГОСТ 5898-87 и достаточно широко применяется в пищевой промышленности. Он предназначен для определения кислотности кондитерских изделий, цвет и окраска которых не мешают наблюдению за изменением цвета индикатора, а также для фруктово-ягодного сырья.

Экспериментальная часть

Приборы, реактивы, оборудование

1. Колбы мерные по ГОСТ 1710-74 вместимостью 100, 250, 500 и 1000 мл;
2. Цилиндр мерный по ГОСТ 1770-74 вместимостью 100 и 250 мл;
3. Пипетки по ГОСТ 29228-91 на 25 и 50 мл;
4. Бюретки по ГОСТ 29228-91 на 25 и 50 мл;
5. Воронки стеклянные В-75-80;
6. Палочка стеклянная с резиновым наконечником;
7. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-97;
8. Термометр лабораторный ТЛ-2 по ГОСТ 215-73;
9. Секундомер;
10. Весы лабораторные, класс точности по ГОСТ 24104-2001: 1 специальный (например, типа Аcom JW-1);
11. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77;
12. Калия гидроокись по ГОСТ 24363-93;
13. Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87;
14. Индикатор кислотнo-щелoчной фенолфталеин;
15. Плитка электрическая или мешалка магнитная с подогревом;
16. Ступка и пестик фарфоровые;
17. Марля медицинская.

Приготовление растворов

Проведение практически любого технoхимического анализа предполагает в качестве подготовительной фазы приготовление различных растворов, используемых в ходе аналитического определения. Это один из наиболее трудных и, вместе с тем, ответственных этапов любого эксперимента. Трудность его заключается в необходимости точно рассчитать количества исходных соединений, кото-

рые требуются для приготовления растворов заданной концентрации.

Концентрация вещества в растворе – это его количество, содержащееся в единице объёма или веса растворителя, или раствора. Существуют различные способы выражения концентраций. В практике теххимического контроля пищевых производств наиболее широко используются молярные и процентные способы выражения концентраций. Молярная концентрация определяет число грамм-молекул (сокращённо обозначается моль) вещества, содержащееся в одном литре раствора, а грамм-молекула – это количество вещества в граммах, равное его молекулярной массе.

Обозначается молярная концентрация «М».

Например, 1М раствор NaOH – это одномолярный раствор гидроксида натрия (или едкого натрия). То есть 1 моль NaOH растворён в 1 литре воды. поскольку 1 моль NaOH составляет 40 г (молекулярная масса Na – 23, молекулярная масса O – 16, молекулярная масса H – 1; $23+16+1=40$), то 1 М раствор гидроксида натрия содержит 40 г NaOH в одном литре раствора.

0,1 М растворы гидроксида натрия или калия готовят следующим образом: сухую мерную колбу объёмом 1000 мл наливают 600-800 мл дистиллированной воды, затем вносят туда навеску гидроксида натрия в количестве 4 г (или гидроксида калия 5,6 г), растворяют её при перемешивании и доводят объём до 1000 мл. 0,1% спиртовый раствор фенолфталеина готовят следующим образом: в сухую мерную колбу на 100 мл вводят 70-80 мл 96% этилового спирта, затем туда вносят 0,1 г сухого индикатора, растворяют его при перемешивании и доводят объём до 100 мл.

Приёмы работы при титровании

Перед началом титрования заполняют бюретку раствором титранта через воронку таким образом, чтобы уровень титранта был на 2-3 см выше нулевого деления бюретки. Выпускают воздух из носика бюретки, для чего у бюретки с резиновым наконечником отгибают наконечник вверх и, отжав пальцем резину от «бусины», спускают раствор до полного удаления пузырьков воздуха из наконечника. У бюреток со стеклянным краном надевают на кран кусок резиновой трубки, отгибают его вверх и, открыв кран, выпускают из него воздух.

Ход определения

Задание 1

Для кондитерских изделий, хорошо растворяющихся в воде

Исследуемый продукт ориентировочной массой 10-20 г помещают в фарфоровую ступку и измельчают при помощи пестика. Затем на весах взвешивают образец массой 5г. После чего навеску измельчённого продукта массой 5 г помещают в коническую колбу, добавляют 50 мл дистиллированной воды, предварительно нагретой до 60-70С, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. В колбу доливают воду так, чтобы общий объём раствора составил примерно 100 мл, добавляют 2-3 капли раствора фенолфталеина и титруют 0,1 м раствором гидроксида натрия или калия до появления светло-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Допускается наличие в растворе незначительного осадка.

Кислотность (Н) в градусах вычисляют по формуле:

$$H = \frac{V \times 100}{m \times 10} \times K = \frac{V \times 10}{m} \times K$$

где: V- объём раствора гидроксида натрия или калия, израсходованный на титрование, мл; m – масса навески продукта, г; 100 – коэффициент пересчёта на 100 г продукта;

1/10 – коэффициент пересчёта концентрации раствора гидроксида натрия или калия из 0,1 М в стандартную 1 М; K – поправочный коэффициент, вводимый при использовании концентрации раствора гидроксида, несколько отличающейся от 0,1 М (равен реально использованной молярной концентрации к 0,1 М).

Обработка результатов, записи в журнале

V- объём раствора гидроксида натрия или калия, израсходованный на титрование, мл; m – масса навески продукта, г;

$$H = \frac{V \times 10}{m} \times K$$

K – поправочный коэффициент

Заключение

Кислотность исследуемого продукта составляет градусов.

Задание 2

Для кондитерских изделий, содержащих нерастворимые в воде частицы.

Исследуемый продукт ориентировочной массой 30-40 г помещают в фарфоровую ступку и измельчают при помощи пестика. Затем на весах взвешивают образец массой 25г. После чего навеску измельчённого продукта массой 25 г помещают в коническую колбу, добавляют 250 мл дистиллированной воды, предварительно нагретой до 60-70°C, перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Дистиллированную воду следует добавлять постепенно, порциями, каждый раз тщательно перемешивая раствор до исчезновения комков. Полученную смесь охлаждают до температуры 20-25°C и фильтруют через марлю в сухую колбу или стакан. Затем в коническую колбу вместимостью 100 мл отмеряют пипеткой 50 мл фильтрата, прибавляют 2-3 капли спиртового раствора фенолфталеина и титруют 0,1 М раствором гидроксида натрия или калия до появления светло-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

Расчёт кислотности (Н) проводят, используя формулу:

$$H = \frac{V \times V_1 \times 100}{V_2 \times m \times 10} \times K$$

где: V – объём использованного на титрование 0,1 М раствора гидроксида натрия или калия, мл; V₁ – объём дистиллированной воды, взятой для смешивания с навеской, мл;

100 – коэффициент пересчёта на 100 г навески;

1/10 коэффициент приведения используемой 0,1 М концентрации гидроксида натрия или калия к стандартной 1 М концентрации;

m – масса навески, г;

V₂ – объём фильтрата, взятого на титрование, мл;

K – поправочный коэффициент, вводимый, если для титрования использована концентрация раствора гидроксида, несколько отличающаяся от 0,1 М (равен отношению реально использованной молярной концентрации к 0,1 М); При использовании 0,1 М раствора K=1. В случае необходимости пересчитать кислотность на «сухое вещество» применяют формулу:

$$H_1 = \frac{H \times 100}{100 - W}$$

где: H₁ – кислотность (в пересчёте на сухое вещество);

H – кислотность (значение, полученное по вышеописанной

методике);

W – влажность изделия, %.

При определении кислотности результаты параллельных определений вычисляют до второго и округляют до первого десятичного знака. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. При этом расхождения в результатах параллельных опытов не должны превышать 0,2 градуса.

Обработка результатов.

V – объём использованного на титрование

0,1 М раствора гидроксида натрия или калия, мл;

V1 – объём дистиллированной воды, взятой для смешивания с навеской, мл;

m – масса навески, г;

V2 – объём фильтрата, взятого на титрование, мл;

$$H = \frac{V \times V_1 \times 100}{V_2 \times m \times 10} \times K$$

Заключение

Кислотность исследуемого продукта составляет _____ градусов или, что составляет в пересчёте на лимонную кислоту _____ процентов.

Лабораторная работа №11 Определение кислотности хлеба и хлебобулочных изделий титриметрическим методом

Цель работы: определить кислотность хлеба и хлебобулочных изделий титриметрическим методом

Настоящий метод изложен в ГОСТ 5670-96 и достаточно широко применяется в пищевой промышленности. Этот стандарт распространяется на хлеб, хлебобулочные изделия и хлебобулочные изделия пониженной влажности (сушки, баранки, соломка, хлебные палочки, сухари, хрустящие хлебцы) и устанавливает методы определения кислотности мякиша. Кислотность готовых изделий определяют титрованием фильтрата, полученного из крошки хлебных изделий, арбитражным или ускоренным методом.

Показатель кислотности выражают в градусах кислотности.

Под градусом кислотности понимается объём (в мл) 1 М раствора гидроксида натрия или калия, требующийся для того, чтобы нейтрализовать кислоту, содержащуюся в 100 г изделия.

Экспериментальная часть

Приборы, реактивы, оборудование

1. Колбы мерные по ГОСТ 1710-74 вместимостью 100, 250, 500 и 1000 мл;
2. Цилиндр мерный по ГОСТ 1770-74 вместимостью 100 и 250 мл;
3. Пипетки по ГОСТ 29228-91 на 25 и 50 мл;
4. Бюретки по ГОСТ 29228-91 на 25 и 50 мл;
5. Воронки стеклянные В-75-80 по ГОСТ 25336-93;
6. Палочка стеклянная с резиновым наконечником;
7. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-97;
8. Термометр лабораторный ТЛ-2 по ГОСТ 215-73;
9. Секундомер;
10. Весы лабораторные, класс точности по ГОСТ 24104-2001: 1 специальный (например, типа Асom JW-1);
11. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77;
12. Калия гидроокись по ГОСТ 24363-93;
13. Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87;
14. Индикатор кислотно-щелочной фенолфталеин;
15. Плитка электрическая или магнитная мешалка с подогревом;
16. Ступка и пестик фарфоровые (для изделий пониженной влажности);
17. Марля медицинская.

Приготовление растворов

0,1 М растворы гидроксида натрия или калия готовят следующим образом: сухую мерную колбу объёмом 1000 мл наливают 600-800 мл дистиллированной воды, затем вносят туда навеску гидроксида натрия в количестве 4 г (или гидроксида калия 5,6 г), растворяют её при перемешивании и доводят объём до 1000 мл.

0,1% спиртовой раствор фенолфталеина готовят следующим образом: в сухую мерную колбу на 100 мл вводят 70-80 мл 96% этилового спирта, затем туда вносят 0,1 г сухого индикатора, растворяют его при перемешивании и доводят объём до 100 мл.

Отбор проб и подготовка к анализу

Отбор проб для анализа производят по ГОСТ 5667.

Подготовка к анализу для весовых и штучных изделий массой более 0,5 кг включает следующее: образцы, состоящие из целого изделия, разрезают пополам по ширине и от одной половины отрезают кусок (ломоть) массой около 70 г, у которого срезают корки и подкорковый слой общей толщиной около 1 см; у образца из части изделия, срезают с одной стороны заветренную часть, делая сплошной срез толщиной около 0,5 см. затем отрезают кусок массой около 70 г, у которого срезают корки и подкорковый слой общей толщиной около 1 см.

Подготовка к анализу штучных изделий массой 0,5-0,2 кг осуществляется следующим образом: изделия разрезают пополам по ширине и от одной половины отрезают кусок массой около 70 г, у которого срезают корки и подкорковый слой толщиной около 1 см.

Подготовка к анализу штучных изделий массой менее 0,2 кг осуществляется следующим образом: с целых изделий срезают корки слоем около 1 см, из подготовленных изделий удаляют все включения (повидло, варенье, изюм и т.п.), затем их быстро измельчают и перемешивают.

В хлебобулочных изделиях пониженной влажности удаляют включения и отделку, кроме изделий с маком и орехом, и измельчают на механическом измельчителе до получения крошки, которую используют для анализа.

Определение кислотности производят поверочным (арбитражным) методом или ускоренным методом.

Ход определения

Задание 1

Определить кислотность для хлеба, булочных и сдобных изделий

Взвешивают 25 г свежемельченнной пробы исследуемого продукта и аккуратно перемещают в сухую колбу. Мерную колбу вместимостью 250 мл заполняют до метки дистиллированной водой комнатной температуры. Часть (ориентировочно 1/4 - 1/3)

воды отливают в колбу с навеской и при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником тщательно размешивают крошку с водой до получения однородной массы, затем постепенно приливают остальную воду. Колбу закрывают пробкой, встряхивают в течение 2-3 минут и оставляют при комнатной температуре на 10 минут. После этого повторно встряхивают и ещё на 8-10 минут оставляют в покое.

Отстоявшийся верхний слой осторожно сливают через марлю в сухую колбу. Пипеткой отбирают из стакана в две конические колбы вместимостью 100-150 мл по 50 мл полученного раствора, добавляют в каждую колбу по 2-3 капли спиртового раствора фенолфталеина и титруют из бюретки 0,1 М раствором гидроксида натрия или калия до появления устойчивого (не исчезающего в течение 1 минуты) светло-розового окрашивания. Если после истечения минуты окрашивание всё же исчезло и не восстанавливается после добавления в колбу ещё 2-3 капель фенолфталеина, то титрование следует продолжить. Количество (в мл) раствора гидроксида натрия или калия, пошедшее на титрование пробы записывают, обозначив показателем V .

Следует отметить, что существует вариант ускорения процедуры определения кислотности хлеба и булочных изделий, который осуществляется аналогичным образом, за исключением того, что для извлечения кислоты из крошки используют дистиллированную воду не комнатной температуры, а подогретую до 60⁰С. Кроме того встряхивание смеси после добавления в колбу с навеской всей воды ведут 3 минуты, а отстаивание всего 1 минуту. Расчёт кислотности (Н) проводят, используя формулу:

$$H = \frac{V \times V_1 \times 100}{V_2 \times m \times 10} \times K,$$

где: V – объём использованного на титрование 0,1 М раствора гидроксида натрия или калия, мл; V_1 – объём дистиллированной воды, взятой для смешивания с навеской, мл; 100 – коэффициент пересчёта на 100 г навески; 1/10 коэффициент приведения используемой 0,1 М концентрации гидроксида натрия или калия к стандартной 1 М концентрации; m – масса навески, г; V_2 – объём фильтрата, взятого на титрование, мл; K – поправочный коэффициент, вводимый, если для титрования использована концентрация раствора гидро-

ксида, несколько отличающаяся от 0,1 М (равен отношению реально использованной молярной концентрации к 0,1 М); При использовании 0,1 М раствора $K=1$. Для хлеба и булочных изделий: $V_1=250$ мл, $V_2=50$ мл, $m=25$,

$K=1$. в этом случае формула приобретает вид:

$$H=2V$$

Показатель H выражают в градусах кислотности. Под градусом кислотности понимается объём (в мл) 1 М раствора гидроксида натрия или калия, требующийся для того, чтобы нейтрализовать кислоты, содержащиеся в 100 г изделия.

Задание 2 *Для изделий с пониженной влажностью*

Взвешивают 10 г крошки и помещают навеску в коническую колбу вместимостью 200-250 мл. Отмеряют мерным цилиндром 100 мл дистиллированной воды при комнатной температуре и небольшими порциями (примерно по 20 мл) постепенно вводят её в колбу с навеской, после каждого добавления тщательно перемешивая и взбалтывая содержимое и стремясь каждый раз получить однородную массу. После этого смесь оставляют на 15 минут для отстаивания, а затем аккуратно сливают верхний слой через марлю в сухую колбу, Пипеткой вносят по 25 мл фильтрата в две конические колбы вместимостью по 100 мл, добавляют в каждую колбу по 5 капель спиртового раствора фенолфталеина и титруют из бюретки 0,1 М раствором гидроксида натрия или калия до появления устойчивого (не исчезающего в течение 1 минуты) светло-розового окрашивания. Если после истечения минуты окрашивание всё же исчезло и не восстанавливается последовательным добавлением в колбу ещё 2-3 капель фенолфталеина, то титрование следует продолжить. Количество (в мл) раствора гидроксида натрия или калия, пошедшее на титрование пробы записывают, обозначив показателем V .

Расчёт кислотности (H) проводят, используя формулу:

$$H = \frac{V \times V_1 \times 100}{V_2 \times m \times 10} \times K,$$

где:

V – объём использованного на титрование 0,1 М раствора гидроксида натрия или калия, мл;

V_1 – объём дистиллированной воды, взятой для смешивания с навеской, мл; 100 – коэффициент пересчёта на 100 г навески; 1/10 коэффициент приведения используемой 0,1 М концентрации гидроксида натрия или калия к стандартной 1 М концентрации; m – масса навески, г; V_2 – объём фильтрата, взятого на титрование, мл; K – поправочный коэффициент, вводимый, если для титрования использована концентрация раствора гидроксида, несколько отличающаяся от 0,1 М (равен отношению реально использованной молярной концентрации к 0,1 М); При использовании 0,1 М раствора $K=1$. Для изделий пониженной влажности: $V_1=100$ мл, $V_2=25$ мл, $m=10$, $K=1$. в этом случае формула приобретает вид: $H=4V$

Показатель H выражают в градусах кислотности. Под градусом кислотности понимается объём (в мл) 1 М раствора гидроксида натрия или калия, требующийся для того, чтобы нейтрализовать кислоты, содержащиеся в 100 г изделия.

Обработка результатов, записи в журнале V – объём использованного на титрование 0,1 М

раствора гидроксида натрия или калия, мл;

V_1 – объём дистиллированной воды, взятой для смешивания с навеской, мл;

m – масса навески, г;

V_2 – объём фильтрата, взятого на титрование, мл;

K – поправочный коэффициент

$$H = \frac{V \times V_1 \times 100}{V_2 \times m \times 10} \times K$$

Заключение

Кислотность исследуемого продукта составляет _____ градусов

Лабораторная работа №12 Определение содержания аскорбиновой кислоты Определение β -каротина.

Цель работы: изучить теоретические и освоить практически методы исследования витаминов С, β -каротина.

Определение содержания аскорбиновой кислоты

1 г сока переносят в мерную колбу на 100 см³, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухую колбу или стакан. Отбира-

ют в коническую колбу вместимостью 250 см³ 20 см³ фильтрата, приливают 1 см³ 2%-ного раствора соляной кислоты, 0,5 см³ 1%-ного раствора йодистого калия и 2 см³ 0,5%-го раствора крахмала. Смесь перемешивают и титруют из микробюретки 0,001 моль/дм³ раствором иодата калия до устойчивого синего окрашивания.

Параллельно ведут контрольное титрование. Для контрольного титрования вместо фильтрата берут 20 см³ дистиллированной воды.

1 см³ 0,001 моль/дм³ раствора йодата калия соответствует 0,088 мг аскорбиновой кислоты. Содержание аскорбиновой кислоты рассчитывают по формуле:

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

где C_1 – общий объем вытяжки, см³;

C_2 – аликвота вытяжки, взятая на титрование, см³;

C_3 – объем 0,001 моль/дм³ раствора иодата калия, пошедшего на титрование опытного образца, см³;

C_4 – объем 0,001 моль/дм³ раствора йодата калия, пошедшего на титрование контрольного образца, см³;

H – масса навески, г.

Упрощенный метод определения витамина С

Приборы и реактивы: весы лабораторные; микробюретка вместимостью 2-5 мл; колбы конические вместимостью 50 и 100 мл; пипетки вместимостью 1,2,5,10,15 мл; стаканы химические вместимостью 100,150 и 250 мл; воронка стеклянная; палочка стеклянная; вата гигроскопическая; цилиндры измерительные вместимостью 25 и 50 мл; натриевая соль 2,6-дихлорфенолиндофенола, 0,001 н раствор; кислота соляная плотностью 1,19 г/см³, х.ч., 2%-ный раствор; вода дистиллированная.

Проведение испытания

При определении содержания аскорбиновой кислоты необходимо учитывать следующее:

1. Производить не менее двух параллельных титрований из 2-3 навесок.
2. При титровании пользоваться микробюретками.
3. Расхождение между параллельными титрованиями не должно превышать 0,03 мл.

4. Объем титруемой жидкости, состоящей из экстракта и дистиллированной воды, должен быть равен 15 мл. Так, если экстракта взято 4 мл, то воды следует добавить 11 мл ($4 \text{ мл} + 11 \text{ мл} = 15 \text{ мл}$). Количество экстракта для титрования зависит от содержания в нем витамина С.
5. Для более точного улавливания перехода окраски титрование следует производить в конической колбе на поверхности стола белого цвета.
6. Количество пошедшего на титрование индикатора должно быть в пределах 1-2 мл. Если индикатора расходуется менее 1 мл или более 2 мл, то увеличивается погрешность анализа.
7. Титрование не должно продолжаться более 2 мин. При титровании образца с малым содержанием витамина С раствор приливают из микробюретки по каплям. При титровании образца с большим содержанием витамина С вначале прибавляют по несколько капель индикатора.
8. Продолжительность анализа исследуемого образца – не более 35 мин.

Ход анализа

Задание 1

Жидкие продукты, взятые для анализа по объему или массе, непосредственно перед титрованием для полной экстракции витамина С разводят 2%-ным раствором соляной кислоты в соотношении 1:1 и тщательно перемешивают. Затем отбирают пипеткой 1-10 мл экстракта, в зависимости от содержания витамина С, установленного пробным титрованием, вносят в 2-3 конические колбы вместимостью 50-100 мл, в которые заранее налито по 1 мл 2%-ного раствора соляной кислоты и добавляют такое количество дистиллированной воды, чтобы общий объем жидкости равнялся 15 мл, после чего титруют 0,001 н раствором 2,6-дихлорфенолиндофенола до появления розового окрашивания, не исчезающего 0,5-1 мин.

Если жидкие продукты титруют без разведения, то их переносят пипеткой в конические колбы, в которые предварительно налит 1 мл 2%-ного раствора соляной кислоты, в количестве 1-10 мл (в зависимости от содержания витамина С) и добавляют воду до общего объема 15 мл.

Задание 2

Определение β-каротина

Метод определения каротиноидов основан на фотометрическом измерении массовой концентрации каротиноидов в растворе этилового спирта.

1 см³ сока помещают в мерную колбу на 50 см³, доводят объём этиловым спиртом до метки, перемешивают и фильтруют. В фильтрате определяют оптическую плотность при длине волны 450 нм, в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве контроля используется этиловый спирт.

Содержание β-каротина (в мг/100 см³) рассчитывают по формуле:

$K = D \cdot 0,00208 \cdot 50 \cdot 100$, где D – оптическая плотность раствора; 0,00208 – количество β-каротина в мг раствора, соответствующее по окраске стандартного образца; 50 – разведение, см³.

Лабораторная работа №13 Определение массовой доли сахара хлебобулочных изделий титрометрическим методом

Цель работы: Определить массовую долю сахара в хлебобулочных изделиях титрометрическим методом

Настоящий метод изложен в ГОСТ 5672-68 и достаточно широко применяется в хлебопекарной промышленности. В стандарте предусмотрено три способа определения содержания сахара: перманганатный (арбитражный), ускоренный (йодометрический) и ускоренный (так называемый метод горячего титрования). Наиболее распространено определение массовой доли сахара ускоренным йодометрическим методом. Сущность метода состоит в определении количества окисной меди до и после восстановления щелочного раствора меди сахаром. Учёт окисной меди производят йодометрически.

Этот метод отличается простотой, высокой точностью определения и возможностью измерять массовую долю сахара в пределах от 0,30 до 88,2 мг в 30 мл раствора.

Приборы, реактивы, оборудование

1. Колбы мерные по ГОСТ 1710-74 вместимостью 100, 250;
2. Колба коническая по ГОСТ 1710-74 вместимостью 50 мл;
3. Пипетки по ГОСТ 29228-91 на 10 и 5 мл;
4. Бюретки по ГОСТ 29228-91 на 25 и 50 мл;
5. Воронка стеклянная В-75-80 по ГОСТ 25336-93;
6. Палочка стеклянная с резиновым наконечником;
7. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-97;
8. Термометр лабораторный ТЛ-2 по ГОСТ 215-73;
9. Секундомер или часы сигнальные;
10. Весы лабораторные, класс точности по ГОСТ 24104-2001: 1 специальный (например, типа Аcom JW-1);
11. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328 или калия гидроокись по ГОСТ 24363;
12. Калий углекислый или натрий углекислый по ГОСТ 83;
13. Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174;
14. Кислота соляная по ГОСТ 3118;
15. Индикаторный краситель метиловый красный;
16. Спирт этиловый по ГОСТ Р 51652;
17. Калий-натрий виннокислый по ГОСТ
18. Натрий серноватисто-кислый 5-водный по ГОСТ 270-68;
19. Крахмал - индикатор по ГОСТ 10163-76;
20. Фильтровальная бумага лабораторная по ГОСТ 12026-93;
21. Медь сернокислая по ГОСТ 4165.

Приготовление растворов

Раствор метилового красного (0,2%) приготавливается следующим образом: навешивается 0,20 г метилового красного и помещается в сухую мерную колбу вместимостью 100 мл; затем туда вводится 60 мл этилового спирта и тщательно перемешивается до полного растворения красителя. После растворения температура доводится до 200С и объём раствора доводится до метки дистиллированной водой.

Раствор сернокислой меди (раствор Фелинга I) приготавливается следующим образом: навеску предварительно перекристаллизованной сернокислой меди массой (6,939±0,001) г растворяют в

50-70 мл дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 мл. Затем объём раствора дистиллированной водой доводят до метки при температуре 200С, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

Щелочной раствор калия-натрия виннокислого (раствор Феллинга II) приготавливают следующим образом: навеску калия-натрия виннокислого массой $(34,600 \pm 0,001)$ г растворяют в 50 мл дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 мл при слабом нагревании на водяной бане (температура не более 500С). Отдельно готовят раствор гидроокиси натрия: навески массой $(10,320 \pm 0,001)$ г растворяют в 20 мл дистиллированной воды. Полученный раствор переливают в колбу, содержащую раствор калия-натрия виннокислого, и перемешивают, Объём раствора доводят дистиллированной водой до метки при температуре 200С, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

Задание 1

Приготовление образца хлеба для анализа

Масса образца, предназначенного для определения сахара должна быть не менее 300 г. В изделиях, у которых мякиш легко отделяется от корки, например хлеб, батон, булочные изделия (за исключением сдобных изделий), анализируют только мякиш. В остальных изделиях (баранки, сушки, сухари и пр.) анализируют весь образец (с коркой). Из изделий удаляют все включения (павидло, варенье, изюм и другую начинку) и поверхностную обсыпку (сахар, мак, кунжут). После удаления корки и включений изделия тщательно измельчают и перемешивают. Навеску продукта берут с таким расчётом, чтобы концентрация сахара в растворе была около 0,5%. Для удобства расчёта величину массы находят по рис. 9

Масса навески мякиша хлеба, необходимая для анализа

| Предполагаемая массовая доля сахара в пересчёте на сухое вещество | Масса мякиша хлеба, необходимая для проведения анализа в мерной колбе вместимостью, мл | |
|---|--|-----|
| | 200 | 250 |
| 2-5 | 25 | 30 |
| 6-10 | 12,5 | 15 |
| 11-15 | 8 | 10 |
| 16-20 | 6 | 7 |

Рис.9 Масса навески мякиша для анализа

Ход определения

Задание 2

Навеску продукта переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл. В эту же колбу приливают на 2/3 объёма воды и в течение 5 минут энергично взбалтывают. После этого в колбу приливают 10 мл 15% раствора сернокислого цинка и 10 мл 4% раствора гидроокиси натрия (или 5,6 % раствора гидроокиси калия), тщательно перемешивают, доводят дистиллированной водой до метки, снова тщательно перемешивают и оставляют на 15 минут. Отстоявшуюся жидкость фильтруют через складчатый фильтр в сухую колбу вместимостью 250 мл.

В полученном фильтрате содержатся как редуцирующие сахара (глюкоза, мальтоза, фруктоза и др.), так и сахароза, которая не обладает восстановительной способностью, так как после введения в тесто не успевает полностью гидролизироваться до редуцирующих сахаров. Ввиду того, что титрометрические методы определения массовой доли сахара в хлебобулочных изделиях основаны на редуцирующей способности сахаров, то определить её содержание можно только после проведения гидролиза (инверсии). Для гидролиза сахарозы 50 мл полученного фильтрата отбирают в мерную колбу вместимостью 100 мл и к нему добавляют 5 мл 20 % соляной кислоты. Колбу помещают в нагретую до 700С водяную баню и выдерживают 8 минут при этой температуре. Затем содержимое колбы быстро охлаждают до комнатной температуры (20±4)0С, вводят 3-4 капли раствора индикаторного красителя – метилового

красного нейтрализуют углекислым натрием или углекислым калием или 10% раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия до появления жёлто-розового окрашивания. Следует обратить внимание, что в щелочной среде моносахара, особенно фруктоза могут разрушаться, поэтому процесс нейтрализации необходимо проводить очень медленно и осторожно, чтобы избежать повышения значения рН до щелочной среды. После доведения до метки содержимое колбы хорошо перемешивают и берут раствор для дальнейшего анализа.

При кипячении точного количества Фелинговой жидкости (смесь растворов Фелинга I и II) с испытуемым раствором, содержащем редуцирующие вещества, последние восстанавливают двухвалентную медь до оксида одновалентной меди.

На непрореагировавшую с редуцирующими сахарами двухвалентную медь воздействуют раствором йодистого калия. При этом происходит восстановление двухвалентной меди до одновалентной.

Выделившийся в процессе реакции йод оттитровывают раствором серноватистокислового натрия.

Для определения количества двухвалентной меди, восстановленной сахаром, проводят контрольный опыт в котором вместо исследуемого раствора, содержащего сахар берут дистиллированную воду. По результатам контрольного опыта определяют количество натрия серноватистокислового, эквивалентное всей двухвалентной меди, участвующей в опыте. По разности объёмов раствора натрия серноватистокислового, пошедшего на титрование йода после взаимодействия с йодистого калия со всей двухвалентной медью (это количество показывает контрольный опыт) и той, которая осталась после взаимодействия с редуцирующими сахарами, можно сделать вывод о восстановленной сахаром двухвалентной меди.

В сухую коническую колбу вместимостью 50 мл вносят пипеткой 3 мл исследуемого раствора, затем добавляют 1 мл 6,939% раствора сернокислрой меди (II). Вследствие того, что точные показатели получаются в том случае, когда разность результатов титрования в контрольном и основном опытах находится в пределах 0,7-1,2 моль/ раствора серноватистокислового натрия, вытяжки с высокой массовой долей сахара берут в объёме 1 мл и добавляют 2 мл

дистиллированной воды. Затем к исследуемому раствору приливают 1 мл щелочного раствора калия-натрия виннокислого и кипятят на электроплитке точно 2 минуты с момента закипания. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры $(20 \pm 4)^\circ\text{C}$. Титрование избытка окисной меди проводят следующим образом: колбочку вводят 1 мл 30 % раствора йодистого калия, и 1 мл 25% серной кислоты и титруют выделившийся йод при постоянном перемешивании 0,1 моль/литр раствором серноватистоокислого натрия до появления светло-жёлтого окрашивания, затем добавляют 3-4 капли 1% раствора растворимого крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски. В тех же условиях осуществляют контрольное титрование, только вместо 3 мл исследуемого раствора берут 3 мл дистиллированной воды. Разность результатов титрования, полученных в контрольном опыте и при определении сахара в вытяжке, умноженная на поправку к титру серноватистоокислого натрия, показывает количество восстановленной меди, выраженное в мл 0,1 моль/л натрия серноватистоокислого. Для пересчёта количества 0,1 моль/л раствора серноватистоокислого натрия, соответствующее количеству восстановленной меди, на сахар обычно пользуются коэффициентами (К), установленными экспериментальным путём:

- глюкоза – 3,3;
- фруктоза – 3,7;
- мальтоза – 5,4;
- сахароза – 3,4.

Массовую доля сахара (X) в исследуемом образце в пересчёте на

сухое вещество вычисляют в процентах по формуле:

$$X = \frac{C \times K \times 100 \times 100}{m \times (100 - W)}$$

где: С – разность в количестве точно 0,1 моль/л раствора натрия серноватистоокислого, пошедшего на титрование в контрольном опыте и при титровании анализируемого образца;

К – коэффициент пересчёта на данный вид сахара;

m – масса навески анализируемого продукта, используемая для вытяжки;

W – массовая доля влаги в анализируемом продукте,

определённая по ГОСТ 21094

Обработка результатов, записи в журнале

Разность в количестве точно 0,1 моль/л раствора натрия серноватисто-кислого, пошедшего на титрование в контрольном опыте и при титровании анализируемого образца (С) - ;

Коэффициент пересчёта на данный вид сахара (К) - ; Масса навески анализируемого продукта, используемая для вытяжки (m) - ; Массовая доля влаги в анализируемом продукте (W) -

Массовая доля сахара в исследуемом образце составляет:

$$X = \frac{C \times K \times 100 \times 100}{m \times (100 - W)} =$$

Лабораторная работа №14 Определение массовой доли поваренной соли в хлебобулочных изделиях

Цель работы: определить массовую долю поваренной соли в хлебобулочных изделиях

Поваренную соль добавляют в пищевые продукты в качестве вкусовой добавки. В большинстве сортов хлеба количество поваренной соли находится в пределах 1,25-1,50%. В тесте, которое содержит малое количество соли брожение происходит более интенсивно. Поэтому к концу брожения теста в нём остаётся меньше несброженных сахаров. Физическо-механические свойства теста с малым количеством поваренной соли в результате интенсивного протеолиза значительно ухудшаются, вязкость снижается, тесто становится более жидким и появляется липкость. Такое тесто прилипает к рабочим органам тестоделительных и тестоокруглительных машин и создаёт трудности на этих операциях. Вследствие низких физико-механических свойств такое тесто характеризуется пониженной газо- и формоудерживающей способностью. В процессе расстойки и последующей выпечки тестовые заготовки расплываются и подовые хлебобулочные изделия получаются плоскими с малым отношением высоты к диаметру изделия. так как к моменту выпечки тесто содержит малое количество несброженных сахаров корка таких изделий имеет светлый оттенок.

Если тесто содержит большее количество поваренной соли то брожение протекает с меньшей интенсивностью. Физико-

механические свойства теста за период его брожения изменяются в меньшей степени. Тесто характеризуется упругостью и отсутствием липкости. Оно не налипает на рабочие органы тестоделительного и тестоокруглительного оборудования. В период расстойки изделия не расплываются. После выпечки подовые изделия имеют округлую форму с высоким отношением высоты к диаметру. В тесте в период выпечки содержится большее количество несброженных сахаров, необходимых для образования меланоидинов, которые при выпечке придают корке коричневую окраску. Определение содержания поваренной соли в хлебе, булочных изделиях и бабках проводится в соответствии с методикой, изложенной в ГОСТ 5698 аргентометрическим методом. Аргентометрия – титрометрический метод количественного анализа, основанный на применении титрованного раствора

азотнокислого серебра (AgNO_3). При выполнении определений исследуемый раствор титруют раствором азотнокислого серебра. Для определения точки эквивалентности в зависимости от pH среды в аргентометрии применяют ряд индикаторов. После того, как все ионы галогенов будут осаждены, лишняя капля 0,1M AgNO_3 , будет взаимодействовать с индикатором с образованием окрашенных осадков или окрашенных растворов в точке эквивалентности.

Протекающие реакции должны удовлетворять следующим условиям:

1. Осадок должен выпадать быстро и быть практически нерастворимым.
2. На результаты титрования не должны влиять побочные реакции.
3. Точка эквивалентности должна легко фиксироваться.

При определении количества поваренной соли в хлебе и хлебобулочных изделиях в соответствии с ГОСТ 5698 используется метод основанный на осаждении иона хлора в виде хлорида серебра в присутствии хромата калия или аммония в качестве индикатора - метод Мора.

Образующийся в результате второй реакции кирпично-красный осадок хромата серебра более растворим, чем белый осадок хлорида серебра, поэтому в начале титрования он быстро исчезает, растворяясь при взаимодействии с хлоридом натрия. Когда все ионы хлора окажутся связанными с ионами серебра, образуют

хлорид серебра, последняя реакция прекращается и неисчезающее кирпично-красное окрашивание показывает окончание титрования.

Приборы, реактивы, оборудование

1. Колбы мерные по ГОСТ 1710-74 вместимостью 100, 250, 500 мл;
2. Цилиндр мерный по ГОСТ 1770-74 вместимостью 100 и 250 мл;
3. Пипетки по ГОСТ 29228-91 на 2
4. Воронка стеклянная В-75-80;
5. Палочка стеклянная с резиновым наконечником;
6. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-97;
7. Термометр лабораторный ТЛ-2 по ГОСТ 215-73;
8. Секундомер;
9. Весы лабораторные, класс точности по ГОСТ 24104-2001: 1 специальный (например, типа Асom JW-1);
10. Калий хромовокислый по ГОСТ 4459-75 (или аммоний хромовокислый по ГОСТ 3474-76);
11. Спирт этиловый по ГОСТ 18300-87;
12. Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75;
13. Плитка электрическая;
14. Ступка и пестик фарфоровые (для сухарей и бараночных изделий);
15. Марля медицинская.

Приготовление растворов

Раствор хромата калия с массовой долей 10% приготавливают следующим образом. Навеску хромата калия 10 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и туда же вводят 60-70 мл дистиллированной воды. Навеску растворяют, температуру раствора устанавливают 20°C и объём раствора доводят до 100 мл. Для приготовления раствора азотнокислого серебра с концентрацией 0,1 моль/л навеску азотнокислого серебра 16,99 г помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и туда же вводят

60-70 мл дистиллированной воды. Навеску растворяют, температуру раствора устанавливают 20°C и доводят объём раствора до 100 мл. Раствор азотнокислого серебра разлагается при действии света, поэтому колбу с этим раствором рекомендуют защитить от света светонепроницаемой бумагой или фольгой.

В хлебобулочных изделиях, у которых мякиш легко отделяется от корки (батоны, булки и пр.), анализируется только мякиш, а в остальных случаях (баранки, сухари) – анализируется весь образец вместе с коркой. Навески мякиша массой 25 г помещают в сухую колбу вместимостью 500 мл с притёртой пробкой. Мерную колбу вместимостью 250 мл наполняют до метки дистиллированной водой. Для извлечения поваренной соли из мякиша в колбу содержащую исследуемый образец добавляют около j объёма дистиллированной воды из мерной колбы, содержимое быстро растирают деревянной

лопаточкой или стеклянной палочкой с резиновым наконечником до получения однородной массы без заметных комочков нерастёртого мякиша.

К полученной смеси приливают из мерной колбы оставшееся количество дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой. И смесь энергично встряхивают в течение 2 минут. После этого смесь оставляют стоять при комнатной температуре в течение 10 минут. После выстаивания смесь вновь энергично встряхивают в течение 2 минут и оставляют в покое в течение 8 минут. По истечении этого времени отстоявшийся жидкий слой осторожно сливают через частую марлю в сухой стакан. Из стакана пипеткой отбирают по 25 мл жидкости в две конические колбы вместимостью 100 мл, добавляют по 1 мл 10% раствора хромата калия и титруют раствором азотнокислого серебра (0,1 моль/л) до перехода окраски из жёлто-зелёной в красно-бурую. После окончания титрования рассчитывают средний объём азотнокислого серебра, пошедшего на титрование.

Массовая доля поваренной соли рассчитывается по формуле:

$$X = \frac{V \times 0,005845 \times V_1 \times 100 \times 100}{V_2 \times m \times (100 - W)}$$

где: X – массовая доля поваренной соли (хлорида натрия) в пересчёте на сухое вещество;

V – объём затраченного на титрование раствора азотнокислого серебра молярной концентрацией 0,1 моль/л, мл;

0,005845 – количество хлорида натрия соответствующее 1 мл раствора азотнокислого серебра, г;

V1 – объём воды, взятой для приготовления водной вытяжки, мл;

V2 – объём раствора, взятый для титрования, мл;

m – массовая образца хлеба, взятая для извлечения поваренной соли, г;

W – массовая доля влаги в исследуемом хлебобулочном изделии определённая в соответствии с ГОСТ 21094-75

Обработка результатов, записи в журнале

X – массовая доля поваренной соли (хлорида натрия) в пересчёте на сухое вещество;

V – Объём затраченного на титрование раствора азотнокислого серебра молярной концентрацией 0,1 моль/л, мл;

0,005845 – количество хлорида натрия соответствующее 1 мл раствора азотнокислого серебра, г;

V1 – объём воды, взятой для приготовления водной вытяжки, мл;

V2 – объём раствора, взятый для титрования, мл;

m – массовая образца хлеба, взятая для извлечения поваренной соли, г;

W – массовая доля влаги в исследуемом хлебобулочном изделии определённая в соответствии с ГОСТ 21094-75

Массовая доля поваренной соли составляет:

$$X = \frac{V \times 0,005845 \times V_1 \times 100 \times 100}{V_2 \times m \times (100 - W)} =$$

Лабораторная работа №15 Определение массовой доли белков методом формольного титрования

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

Аппаратура, реактивы и материалы. Пипетки простые вместимостью 20 и 50 см³ и градуированные вместимостью 1 и 5 см³; стаканы химические вместимостью 150-200 см³, бюретка вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,1 см³, снабжённая трубкой с на-

тронной известью для защиты раствора гидроксида натрия от углекислого газа, и бюретка вместимостью 50см^3 с ценой деления $0,1\text{см}^3$; резиновая груша; гидроксид натрия, ч.д.а. или х.ч. 0,1н 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 63г безводного сульфита натрия (Na_2SO_3) растворяют в мерной колбе вместимостью 500см^3 и объём доводят дистиллированной водой до метки.

Раствор сульфита натрия в количестве 50см^3 нейтрализуют 1н. раствором серной кислоты в присутствии фенолфталеина до слабо-розовой окраски и добавляют точно 3см^3 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^3), израсходованной на титрование образовавшегося гидроксида натрия, показывает количество формальдегида, содержащегося в 100см^3 формалина (г/100 см^3). Для определения количества белка допускается применять формалин с содержанием формальдегида не менее 36г на 100см^3 . При наличии мути или осадка раствор формалина перед употреблением фильтруют.

Формалин перед употреблением нейтрализуют: к 50см^3 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 0,1н. раствором гидроксида натрия. Нейтрализация формалина, в котором образовался осадок, производится после фильтрования.

Для приготовления эталона окраски в химический стакан вместимостью 150-200см³ отмеривают пипеткой 20мл молока и добавляют 0,5мл 2,5 %-ного раствора сульфата кобальта. Эталон пригоден 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 ³ | Массовая доля белков в моло- ке, % | Количество 0,1н. раствора NaOH, см ³ | Массовая доля белков в моло- ке, % |
|---|--|---|--|
| 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 см³ отмеривают с помощью пипетки 20 см³ молока и добавляют 0,25 см³ 2 %-ного раствора гидроксида натрия до появления слабо-розового окрашивания, соответствующего окраски этанола. Затем в стакан вносят 4 см³ 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 Na₂CO₃ в 0,1н NaOH; 2) раствор 0,5 % CuSO₄ x 5H₂O 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 (Na₂WO₄ x 2H₂O) и 25г молибдата натрия Na₂MoO₄ x 2H₂O растворяют в 700см³ воды. К смеси добавляют 50см³ 85 %-го раствора фосфорной и 100см³ 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 см³ воды и 5 капель бромной воды. Смесь кипятят в течении 15 мин в вытяжном шкафу для удаления избытка брома, после охлаждения доводят водой до 1дм³. Затем фильтруют и хранят в тёмной склянке с притёртой пробкой. Раствор должен быть ярко-жёлтого цвета. Обычно перед употреблени-

ем реактив Фолина разбавляют в 2 раза. Раствор можно хранить длительное время.

Задание 2

Ход работы

К $0,4\text{см}^3$ раствора белка добавляют 2см^3 опытного раствора. Смесь перемешивают и через 10 мин приливают к ней $0,2\text{см}^3$ рабочего 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 γ – глобулина, кристаллического альбумина и др.) растворяют в 100см^3 $0,1\text{н}$ NaOH (1см^3 содержит 1 мг белка). В 9 мерных колб на 10см^3 приливают раствор белка в возрастающих количествах: $0,5\text{см}^3$, а затем от 1 до 8см^3 . Раствор в колбах доводят водой до метки, перемешивают и из каждой колбы берут по $0,4\text{см}^3$ 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°C .

Задание 3

Определение белка колориметрическим методом

Аппаратура, реактивы и материалы.

В стеклянную пробирку помещают пипеткой 1см^3 раствора молока, приливают 20см^3 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 1см^3 надосадочной жидкости, помещают в мерную колбу вместимостью 50см^3 , 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.