

Міністерство освіти і науки України
ОДЕСЬКА НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ

Кафедра технології ресторанного і
оздоровчого харчування

М Е Т О Д И Ч Н І В К А З І В К И

до виконання лабораторних робіт з курсу

«МЕТОДИ КОНТРОЛЮ ЯКОСТІ ПРОДУКЦІЇ В ГАЛУЗІ»

для студентів, які навчаються за ОКР «бакалавр» напряму підготовки

6.051701 «Харчові технології та інженерія» професійного спрямування

«Технології харчування» денної та заочної форм навчання

Затверджено
Радою зі спеціальності
181 «Харчові технології»
галузь знань 18 «Виробництво та
технології»
Протокол № від 2019 р.

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з курсу «Методи контролю якості продукції в галузі» для студентів, які навчаються за ОКР «бакалавр» напряму підготовки 6.051701 «Харчові технології та інженерія» професійного спрямування «Технології харчування» денної та заочної форм навчання / Укладачі: І.М. Калугіна, С.О. Поплавська – Одеса: ОНАХТ, 2018. – 55 с.

Укладачі: І.М. Калугіна, канд. техн. наук, доцент
 А.Д. Салавеліс, канд. техн. наук, доцент
 С.О. Поплавська, зав. лаб.

Відповідальна за випуск зав. кафедрою ТР і ОХ
Л.М. Тележенко, д-р техн. наук, професор

Лабораторна робота №1

ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПІД ЧАС ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Мета: вивчити правила техніки безпеки при проведенні лабораторних робіт, навчитися працювати з лабораторними приладами, що використовуються для аналізу, налагоджувати їх.

Прилади і матеріали: продовольча сировина, лабораторний посуд, технічний інвентар, хімічні реактиви.

1. Основні положення

Правила техніки безпеки під час виконання лабораторних робіт:

1. Допуск до роботи в лабораторії студенти отримують тільки після вивчення правил техніки безпеки і пожежної безпеки та інструктажу, який проводить викладач.

2. Перед початком кожної роботи студент повинен уважно прочитати відповідну методику і під час виконання роботи не відхилятися від техніки виконання без дозволу викладача. Під час виконання аналізів потрібно бути уважним, обережним, всі операції проводити акуратно, не поспішаючи, в спецодязі — білому халаті.

3. Під час роботи з хімічними речовинами не допускати їх попадання на шкіру, не доторкатись руками до обличчя і очей, не приймати їжу.

4. Категорично забороняється куштувати хімічні речовини. Рекомендується нюхати їх дуже обережно, не нагинаючись над посудом, а спрямовуючи до себе пари чи газ помахом руки.

5. Рекомендується працювати стоячи. Сидячи дозволяється виконувати роботи, не пов'язані з небезпекою загоряння, вибуху і розбризкування рідини. Категорично забороняється одному працювати в лабораторії.

6. Роботи, пов'язані з утворенням летких речовин, з випарюванням і кип'ятінням розчинів, використанням діетилового і петролейного ефіру, льодяної оцтової кислоти та інших розчинників, необхідно виконувати тільки під витяжкою.

7. Під час роботи під витяжкою з метою ефективної вентиляції потрібно підняти двері шафи на 1/3-1/4 висоти. Після закінчення роботи двері треба щільно зачинити.

8. Концентровані чи розведені кислоти і гідроксиди лужних металів слід відбирати спеціальною піпеткою або гумовою грушею. Під час розведення концентрованої сірчаної кислоти, що супроводжується виділенням тепла,

потрібно використовувати тільки тонкостінний хімічний посуд із скла або фарфору.

9. Переносячи тиглі, гарячі колби і склянки, необхідно покласти під дно азбестову прокладку. Тиглі потрібно підтримувати щипцями.

10. Під час роботи з легкозаймистими речовинами (діетиловий і петролейний ефір) не повинно бути поруч вогню і ввімкнених електронагрівальних приладів. Нагрівання таких речовин на відкритому вогні і плитках категорично забороняється; їх дозволяється нагрівати на водяній або піщаній бані в колбі з водяним холодильником.

11. Під час відгонки рідин необхідно безперервно стежити за станом холодильника, регулюючи подачу холодної води.

12. Відпрацьовані рідини (кислі води, гідроксиди лужних металів, кислоти та ін.) дозволяється зливати в каналізацію тільки після нейтралізації. Попередньо їх треба злити в скляний посуд з відповідною етикеткою. Категорично забороняється зливати в каналізацію відпрацьовані органічні розчинники, включаючи розчинники, які змішуються з водою. Ці розчинники потрібно злити в спеціальний посуд.

13. Всі електричні прилади студенти можуть вмикати і вимикати лише з дозволу викладача або лаборанта. Категорично забороняється залишати діючі прилади без нагляду.

2.Порядок виконання роботи

2.1.Правила роботи зі скляним посудом

Лабораторний посуд (прилади, склянки, колби і т.ін.) потребує обережного ставлення. Під час перемішування скляною паличкою потрібно запобігати ударам по стінках посуду. Не можна нагрівати хімічний посуд на вогні без азбестової сітки. Товстостінний посуд не витримує нагрівання, тому в нього не можна наливати гарячу рідину, попередньо не ополоснувши нею стінки і дно посудини.

2.2.Правила роботи з головними реактивами

Ті, хто працює в лабораторії, повинні знати основні властивості реактивів, особливо ступінь їх шкідливості і здатність до утворення вибухо- і вогненебезпечних сумішей з іншими реактивами.

На всіх склянках з реактивами обов'язково повинні бути етикетки. Якщо на склянці з реактивом немає підпису, то його не можна використовувати.

З ацетоном, етиловим ефіром, петролейним ефіром та іншими вогненебезпечними речовинами потрібно працювати осторонь від вогню, сильно нагрітих предметів, увімкнених електронагрівальних приладів, витяжної шафи. Легкозаймісті речовини не можна нагрівати на відкритих електроплитках або пальниках. Розливу вогненебезпечної рідини засипають піском або накривають листом азбесту.

З легкозаймистими речовинами, що виділяють леткі, отруйні, кислі пари, а також неприємні запахи, потрібно працювати тільки у витяжній шафі. Під час проведення роботи у витяжній шафі голова і корпус тіла повинні залишатися поза шафою, спостерігати за роботою слід через скло спущеної

стулки.

2.3.Правила поводження з концентрованими речовинами

Розлиті кислоти та луги необхідно негайно нейтралізувати, а потім добре змити водою. Для нейтралізації лугів застосовують розчини борної або 8-відсоткової оцтової кислоти, для нейтралізації кислот — 5-відсотковий розчин питної соди. Хромову суміш, яку застосовують для миття посуду, та інші міцні розчини не можна всмоктувати піпеткою та виливати в раковину.

Запобіжні заходи під час роботи з сірчаною кислотою. При попаданні на тіло, руки, обличчя сірчана кислота дає сильні опіки, при попаданні на одяг спалює його до дірок, тому з сірчаною кислотою слід працювати обережно, дотримуючись таких правил:

під час відбирання проб сірчаної кислоти, перемішування, розведення, визначення жиру одягати окуляри;

не всмоктувати сірчану кислоту в піпетку ротом;

закриті пробками жироміри вставляти в патрони і під час збовтування обгортати їх рушником;

під часвилучення пробок з жиромірів не тримати жиромір отвором до себе або в бік інших людей;

біля робочого місця необхідно мати 1-2 л приготовленого 0,5-відсоткового розчину питної соди;

якщо на руки або обличчя попадуть бризки сірчаної кислоти, треба відразу змити їх чистою водою, після чого промити слабким розчином питної соди, а потім знову чистою водою.

2.4.Перша допомога у разі нещасного випадку

Нещасні випадки в лабораторії можуть бути спричинені термічними або хімічними опіками, пораненнями та отруєннями.

Для надання першої допомоги в лабораторії повинна бути аптечка. При термічних опіках (вогнь, пара, гарячі предмети) на обпечене місце слід покласти вату, змочену 96-відсотковим етиловим спиртом або 5-відсотковим розчином марганцевокислого калію. У разі глибоких опіків з руйнуванням тканини рану накривають стерильною пов'язкою та негайно викликають лікаря.

При хімічних опіках кислотами обпечене місце ретельно промивають водою, прикладають примочки з 2-3-відсоткового розчину питної соди, при опіку другого ступеня — пов'язку зі стрептоцидовою або синтоміциновою емульсіями.

При хімічних опіках лугами та концентрованим розчином аміаку обпечене місце ретельно промивають протягом кількох хвилин водою та накладають пов'язку з 5-відсоткового розчину оцтової кислоти, соляної, лимонної та інших слабких кислот. При опіку 3-відсотковим розчином H_2O_2 рану промивають водою. При опіку формаліном обпечене місце ретельно промивають 5-відсотковим розчином нашатирного спирту (аміаку) або водою.

При попаданні кислоти або лугу в око необхідно негайно промити його великою кількістю води протягом 10-30 хв, а потім у разі опіку кислотою — 2-3-відсотковим розчином бікарбонату натрію, лугом — 2-відсотковим розчином

борної кислоти, при попаданні аміаку — 0,5-1-відсотковим розчином галунів.

При пораненнях склом з рани виймають скалки, змащують рану йодом та забинтовують.

У всіх випадках отруєння хімікатами необхідно негайно викликати лікаря або відправити потерпілого до медпункту.

3. Питання для самоперевірки

1. Які запобіжні заходи під час роботи з сірчаною кислотою?
2. Перша допомога у разі нещасного випадку.
3. Які правила роботи зі скляним посудом?
4. Які правила поводження з концентрованими речовинами?
5. Які правила роботи зі скляним посудом?

5. Література

1. Методи контролю харчових виробництв: Лаборатор. практикум / Н. І. Штангеева, Л.І. Чернявська, Л.П. Рева та ін. — К.: УДУХТ, 2000. — 240 с.

Лабораторна робота №2 ЗАГАЛЬНІ ПРАВИЛА ГОТУВАННЯ І ЗБЕРІГАННЯ РЕАКТИВІВ І РОЗЧИНІВ

Мета роботи: ознайомитися з основними хімічними реактивами, які використовуються в заводських лабораторіях, правилами поведінки з реактивами, готування і зберігання розчинів, правилами миття лабораторного посуду, правилами техніки безпеки при роботі в лабораторії.

У результаті виконання роботи студент повинен:

знати правила роботи з реактивами, готування і зберігання розчинів, миття лабораторного посуду, правила техніки безпеки при роботі в лабораторії;

вміти приготувати розчини різної концентрації і перевірити їхню концентрацію.

1. Основні положення

1.1 Хімічні реактиви, які використовують для аналізу продуктів

Реактивами називають хімічні речовини, що мають високий ступінь чистоти, які використовуються для проведення хімічних реакцій в аналітичних, науково-дослідних і інших лабораторіях.

Реактиви можуть бути твердими, рідкими, іноді газоподібними.

Результати аналізу в значній мірі залежать від ступеня чистоти реактиву, що використовується.

Реактиви кваліфікують за вмістом допустимих у них домішок на:

- чистий (ч), вміст основної речовини до 98 %;
- чистий для аналізу (ч.д.а) – вміст основної речовини до 99 %;
- хімічно чистий (х.ч.) – вміст окремих домішок $1 \cdot 10^{-3} \dots 10 \cdot 10^{-5}$ % і нелеткого залишку до 0,1 %.

Найчистішими реактивами є спектрально чисті (сп.ч.), еталонної чистоти (в.е.ч.) і особливо чисті (ос.ч.). Крім кваліфікації, для ряду хімічних реактивів зазначені області застосування: наприклад, “індикатор”, “для хроматографії”, “для спектрального аналізу” та ін.

Реактиви, що не піддаються кваліфікації і мають забруднення, застосовуються іноді в хіміко-аналітичній практиці, якщо відсутні більш чисті реактиви. У таких випадках технічний реактив попередньо піддається спеціальному очищенню.

Реактиви надходять в лабораторію у більшості випадків у скляних або поліетиленових банках або пляшках з етикетками, на яких зазначають: назву реактиву, його кваліфікацію (ч.д.а. або х.ч.), вагу реактиву, номер ДСТУ, номер партії або серії, дату випуску, номенклатурний номер, завод-виробник. Іноді вказують хімічну формулу речовини і таблицю припустимих домішок за ДСТУ. Ні в якому разі не можна працювати з реактивами невідомого або сумнівного складу. Якщо не вдається встановити склад реактиву, його потрібно знищити. Берегти реактиви слід завжди закритими нагвинтними кришками або пробками, а деякі під запарафінованими корковими пробками.

1.2. Розчини і концентрації

Розчином називають однорідну (гомогенну) суміш, яка складається із розчиненої речовини, розчинника і продуктів їхньої взаємодії. Розчини можуть бути водними і неводними. До неводних розчинників відносять: спирти, ефіри, ацетон, бензол та інші органічні рідини.

Концентрацією розчинів називають масу розчиненої речовини (вагову або об'ємну), яка міститься у визначеному об'ємі розчину.

3.1. Приготування розчинів молярної концентрації

3.1.1. Приготування розчинів молярної концентрації речовини

Молярна концентрація розчину – це відношення кількості (у молях) речовини до об'єму розчину (у л або дм^3). Розчин, що містить 1 моль речовини в 1 л, називається молярним; 0,1 моль речовини в 1 л – децимолярним; 0,01 моль-сантимолярним і т. д.

Для приготування 1М розчину підраховують молярну масу даної речовини, як суму атомних мас елементів, що входять до складу його молекули. Зважують на аналітичних вагах точну наважку, рівну в грамах його молекулярній масі. Зважування речовини роблять у чистому і сухому бюксі або на склі і невеликими порціями пересипають її через лійку у чисту мірну колбу місткістю 1 л. Потім декілька разів ретельно полощуть бюкс із промивалки водою, направляючи її в лійку, після чого ретельно обполіскують лійку і забирають її. Збовтують розчин до повного розчинення речовини, що знаходиться в колбі, (об'єм води не повинен перевищувати половини колби) і доводять об'єм розчину водою до мітки. Якщо розчинення ведуть при нагріванні, то розчин перед доведенням до мітки охолоджують до $20\text{ }^\circ\text{C}$, тому що об'єм колби відповідає позначеній мітці тільки при температурі $20\text{ }^\circ\text{C}$.

При доведенні об'єму розчину до мітки останні порції води добавляють по краплях, найкраще з піпетки, торкаючись її носиком до стінки горла колби, і спостерігають за тим, щоб нижній край меніска торкався лінії мітки, але не перевищував її. Колба при цьому повинна стояти на горизонтальній поверхні стола. Око спостерігача повинне знаходитися на рівні мітки. Спостереження потрібно вести на фоні білого екрана (листа паперу). Після наповнення колби

водою до мітки розчин добре перемішують.

Таким же способом готують розчини інших концентрацій, беручи для розчинення відповідні наважки речовини.

Приклад: приготувати 0,5 л 0,1 М розчину двобромвокислого калію $K_2Cr_2O_7$.

Підрахуємо молярну масу

$$\begin{array}{rcl} 2 A(K) & = & 39,10 \times 2 = 78,2 \text{ г/моль} \\ 2 A(Cr) & = & 52,01 \times 2 = 104,2 \text{ г/моль} \\ \underline{7 A(O)} & = & \underline{16,00 \times 7 = 112 \text{ г/моль}} \\ M(K_2Cr_2O_7) & & = 294,92 \text{ г/моль} \end{array}$$

Для приготування 1 л 0,1 М розчину потрібно взяти 0,1 грам-молекули, тобто 29,422 г $K_2Cr_2O_7$ – для приготування 0,5 л розчину 14,711 г $K_2Cr_2O_7$. Наважки 14,711 г $K_2Cr_2O_7$ переносять у мірну колбу на 500 мл, після розчинення солі вміст колби доводять водою до мітки і добре перемішують.

3.1.2. Приготування розчинів молярної концентрації еквівалента речовини

Молярна концентрація еквівалента (молярна еквівалентна концентрація) $c_{ек}$ (застаріле – нормальність) дорівнює відношенню кількості еквівалентів ($n_{ек}$) речовини в 1 л розчину.

$$c_{ек} = \frac{n_{ек}}{V}, \text{ моль/л.}$$

Кількість еквівалентів розраховують як відношення маси речовини до молярної маси його еквівалента в даній реакції

$$n_{ек} = \frac{m(B)}{M(B)}, \text{ моль.}$$

Масу наважки речовини, необхідну для приготування розчину, розраховують за формулою

$$m(B) = \frac{c_{ек} \cdot M(B) \cdot V_p}{1000}.$$

Еквівалент – це деяка реальна або умовна частка, що може приєднувати, вивільнювати або бути тим чи іншим способом еквівалентною одному іону водню в кислотно-основних реакціях або одному електрону в окисно-відновних реакціях.

При використанні терміну “еквівалент” завжди необхідно вказувати, до якої конкретної реакції він відноситься.

Масу речовини, чисельно рівну її еквіваленту в даній реакції, називають молярною масою еквіваленту $M(P)$ або $M(P)_{і.ж.}$.

Наприклад:

1. У реакції $H_2SO_4 + 2KOH = K_2SO_4 + 2H_2O$

$$M(H_2SO_4)_{ек} = \frac{M(H_2SO_4)}{2} = \frac{2 \cdot 1 + 32 + 4 \cdot 16}{2} = 49 \text{ г/моль};$$

$$M(KOH)_{ек} = \frac{M(KOH)}{1} = \frac{39 + 16 + 1}{1} = 56 \text{ г/моль};$$

оскільки 1 моль H_2SO_4 / визволяє 2 моля H^+ , а 1 молі KOH приєднує 1 моль H^+ .

2. У реакції $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{KOH} = \text{KH}_2\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{O}$

$$M(\text{H}_3\text{PO}_4)_{\text{ек}} = \frac{M(\text{H}_3\text{PO}_4)}{1} = \frac{1 \cdot 3 + 31 + 16 \cdot 4}{1} = 98 \text{ г/моль};$$

а в реакції $\text{H}_3\text{PO}_4 + 2\text{KOH} = \text{K}_2\text{HPO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$

$$M(\text{H}_3\text{PO}_4)_{\text{ек}} = \frac{M(\text{H}_3\text{PO}_4)}{2} = \frac{98}{2} = 49 \text{ г/моль}.$$

3. У напівреакції $\text{MnO}_4^- + 8\text{H}^+ + 5\text{e}^- \leftrightarrow \text{Mn}^{2+} + 4\text{H}_2\text{O}$

$$M(\text{MnO}_4^-)_{\text{ек}} = \frac{M(\text{MnO}_4)}{5} = \frac{55 + 64}{5} = 23,8 \text{ г/моль}.$$

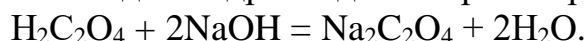
4. У напівреакції $2\text{S}_2\text{O}_3^{2-} - 2\text{e}^- \leftrightarrow \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$

$$M(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})_{\text{ек}} = \frac{2M(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})}{2} = 2 \cdot 32 + 3 \cdot 16 = 112 \text{ г/моль}.$$

Приклад:

Приготувати розчин щавлевої кислоти об'ємом 0,5 л молярна концентрація еквівалента якого дорівнює 0,1 моль/л.

Щавлева кислота взаємодіє з гідроксидом натрію за рівнянням



Отже, еквівалентна маса щавлевої кислоти дорівнює

$$M_{\text{ед}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{M(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}{2} = \frac{126,06}{2} = 63,03 \text{ г/моль}.$$

Масу щавлевої кислоти для приготування розчину заданого об'єму і концентрації розраховують за формулою

$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{C_{\text{ед}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) \cdot M_{\text{ед}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V_{\text{р-ра}}}{2},$$

де $C_{\text{ед}}(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ – молярна концентрація еквівалента щавлевої кислоти, моль/л;

$V_{\text{р-ну}}$ – об'єм розчину щавлевої кислоти, см^3 .

Підставляючи значення завдання, отримаємо

$$m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{0,1 \cdot 63,03 \cdot 500}{2} = 3,1515 \text{ м}.$$

3.1.3. Приготування розчинів із фіксаналів

Фіксанал являє собою точну кількість реактиву, запаяного в скляну ампулу. Фіксанал продається в коробках по 10 ампул. На кожній ампулі є позначення формули речовини, що знаходиться, і кількості 0,1 або 0,01 моль.

Кількісне перенесення і розчинення вмісту ампули в мірній колбі на 1 дм^3 дає точно 0,1 або 0,01 н розчин.

Для приготування розчину з фіксаналу спочатку теплою водою обмивають ампулу зовні від штемпеля (або етикетки) і полощуть дистильованою водою. Потім у звичайну хімічну лійку поміщають коротким гострим кінцем нагору бойок із хрестоподібним потовщенням, який звичайно додають до кожної коробки фіксаналів. Лійку з бойком вставляють у горло мірної колби місткістю

1 л. Потім ампулу з фіксаналом плавно опускають так, щоб тонке дно її (поглиблення) розбилося при ударі об гострий кінець бойка. Після цього, не перевертаючи ампули, пробивають другим бойком верхнє поглиблення. Вміст ампули при цьому переливається або пересипається в мірну колбу. Ампулу промивають, не змінюючи її положення, із промивалки водою не менше 6 разів. Після промивання ампули і лійки їх забирають. Перенесену в колбу речовину збовтують, розчиняють у воді і доводять об'єм розчину до мітки. Колбу закривають пробкою і розчин добре перемішують.

Фіксанали лугів можуть зберігатися не більше 6 місяців, фіксанали солей і кислот – необмежено довгий термін.

При використанні фіксаналу 0,1 н йоду необхідно перед розкриттям ампули засипати в мірну колбу 30...40 г йодиду калію. Якщо ж вміст ампули складає 0,01 моль йоду, добавка йодиду калію не потрібна.

Використання фіксаналу дає можливість швидко і точно приготувати 0,1 або 0,01 н розчини.

3.2. Приготування розчинів масових концентрацій розчиненої речовини

3.2.1. Масова частка (застаріле – процентна концентрація) розчиненої речовини (ω_p) дорівнює відношенню маси розчиненої речовини до маси розчину (m_p)

$$\omega_p = \frac{m_g}{m_p}.$$

Якщо відома густина ρ і об'єм розчину V , то

$$\omega_p = \frac{m_g}{\rho \cdot V_p},$$

де ω_p – величина безрозмірна.

Приклад

Приготувати 60 г розчину азотнокислого амонію NH_4NO_3 із масовою часткою розчиненої речовини $\omega_{\text{NH}_4\text{NO}_3} = 0,2$.

Запис $\omega = 0,2$ позначає 20-відсотковий розчин NH_4NO_3 .

У 100 г розчину повинно міститися 20 г NH_4NO_3 , а в 60 г повинно бути

$$100 : 20 = 60 : X; \quad X = \frac{20 \cdot 60}{100} = 12 \text{ г.}$$

Отже, необхідно 12 г NH_4NO_3 . Для визначення необхідної маси води із загальної маси розчину віднімають масу NH_4NO_3 $60 - 12 = 48$. Води необхідно 48 г. Для визначення об'єму води необхідно розділити масу води на густину при температурі дослідів

$$V_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{m(\text{H}_2\text{O})}{\rho_{\text{H}_2\text{O}}}.$$

При приготуванні розчинів із сухих речовин їх зважують на вагах. Воду відміряють мірним циліндром або мензуркою.

Багато хімічних речовин містять кристалізаційну воду і тому називаються кристалогідратами. Наприклад, $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ і ін. При

приготуванні розчинів таких речовин необхідно враховувати наявність в них кристалізаційної води при розрахунку маси речовини. Припустимо, що необхідно приготувати 1 кг розчину сірчаної кислоти міді масовою часткою $\omega_{\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = 0,1$ (10 %) із кристалогідрату $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ у розрахунку на безводну сіль.

Для приготування 1 кг розчину потрібно 100 г безводної солі. Молекулярна маса безводної CuSO_4 дорівнює 159,6 (округлено 160), молекулярна маса кристалогідрату $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ дорівнює 249,7 (округлено 250). Отже, 160 г безводної сірчаної кислоти міді міститься в 250 г кристалогідрату, а 100 г буде міститися в 156 г кристалогідрату.

$$100 : 20 = 60 : X; \quad X = \frac{20 \cdot 60}{100} = 156 \text{ г.}$$

Отже, для приготування розчину необхідно взяти 156 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, а води $1000 - 156 = 844$ г.

При приготуванні розчинів масової частки речовини менше 0,01 відповідну наважку розчиняють у 100 см^3 води.

3.2.2. Масова концентрація – відношення маси речовини до об'єму розчину

$$\rho = \frac{m}{V} \quad \text{або} \quad T_p = \frac{m(B)}{V_{p-ну}},$$

де T_p – (титр розчину) варіант масової концентрації.

Одиниці вимірювання г/мл, мг/мл.

Приклад

1. Приготувати 100 см^3 розчину NaOH масової концентрації 4 г/л

$$m(\text{NaOH}) = X(\text{NaOH}) \cdot V_{p-ну} = 4 \cdot \frac{100}{1000} = 0,4 \text{ г.}$$

2. Приготувати 500 мл розчину NaCl із титром $T(\text{NaCl}) = 0,00006$ г/мл;

$$m(\text{NaOH}) = T(\text{NaOH}) \cdot V_{p-ну} = 0,00006 \cdot 500 = 0,3 \text{ г.}$$

3.3. Приготування розчинів об'ємної концентрації розчиненої речовини (об'ємні відсотки)

Об'ємна частка розчиненої речовини дорівнює відношенню об'єму розчиненої речовини (V_p) до об'єму розчину ($V_{p-ну}$)

Запис $\varphi_{\text{HCl}} = 0,15$ читається – об'ємна частка HCl дорівнює 15 %.

Приклад: приготувати 1 л розчину сірчаної кислоти об'ємною концентрацією 0,1. Для цього 100 мл сірчаної кислоти змішують із 900 мл води.

2. Порядок виконання роботи

Студент готує розчини різних концентрацій відповідно до індивідуального завдання викладача.

3. Питання для самоперевірки

1. Що називають реактивами?
2. Що таке еквівалент?
3. Приготування розчинів молярної концентрації.

4. Приготування розчинів із фіксаналів.

4. Література

1. Черевко О.І. Методи контролю якості харчової продукції. Посібник для студ. вищих навч. закл. технол. спец./О.І. Черевко, Л.М. Крайнюк, Л.О. Кислова та ін./ — Харків: ХДУХТ, 2005. — 230 с.

Лабораторна робота №3 ВІДБІР ПРОБ І ПІДГОТОВКА ЇХ ДО АНАЛІЗІВ

Мета роботи: ознайомитися з правилами відбору проб і підготовкою їх до аналізів.

У результаті виконання роботи студент повинен:

знати: правила відбору проб різних видів сировини, напівфабрикатів і готової продукції і підготовки їх до аналізів;

вміти: провести відбір проб різних видів сировини і харчових продуктів і підготувати їх до аналізу.

1. Основні положення

1.1. Відбір проб і загальні визначення

Однією з найважливіших задач в оцінці якості харчових продуктів є правильний відбір проби.

Склад підготовленої проби повинен відповідати якості усієї партії продукції або сировини в цілому. Для складання об'єднаної проби необхідно брати з однорідної партії таку кількість одиниць упакування (точкових проб), що відображало б якість усієї партії.

Правила відбору проб і підготування їх до аналізу викладені у відповідних стандартах.

В узагальненому вигляді відбір проб для різних видів сировини і готової продукції можна показати схемою:



Щоб правильно зрозуміти, що являє собою проба продукції, підготовлена до проведення досліджень, необхідно розшифрувати термін “партія сировини або продукції”, “точкова проба”, “вибірка”, “об'єм вибірки”, “об'єднана проба”, “проба”, “наважка” та ін.

“Партія” (однорідна партія) – це певна кількість харчових продуктів одного виду і сорту, у тарі одного типу і розміру, однієї дати і зміни вироблення, виготовлена одним підприємством, призначена до одночасної видачі, приймання, огляду і якісної оцінки.

Партія сировини – це будь-яка кількість сировини (зерна, насіння, молока, плодів, овочів, ягід, м'яса) від одного господарства, одного сорту, однорідна за якістю, в однорідній тарі, призначена до одночасного приймання, відвантаження або одночасного зберігання, оформлена одним документом про якість.

“Точкова проба” – це проба, взята одноразово з визначеної частини нештучної продукції в пакувальній одиниці (мішки, автомобілі, фляги, відсіки цистерн, ящики).

Загальна маса точкових проб для кожної галузі визначається стандартом.

“Вибірка” – сукупність одиниць продукції, відібраної для контролю партії.

“Об'єм вибірки” – кількість одиниць транспортної або споживчої тари з продукцією, що складає вибірку.

“Об'єднана проба” – це сукупність точкових проб (вбірки).

“Проба” (“середня проба”) – частина об'єднаної проби, виділена для визначення якості партії. Для невеликих партій об'єднана проба одночасно є і середньою пробою.

“Наважка” – це частина проби (середньої проби), призначена для визначення окремих показників якості сировини або готового продукту.

“Одиниця продукції” – визначений у встановленому порядку вміст нештучної або штучної продукції (маса нетто продукції в бочці, ящику, банці, пляшці, стакані, брикеті й ін.).

Відбір проб продукції різної консистенції здійснюється різним предметами. Всі харчові продукти можуть бути об'єднані в 6 груп:

- рідкі однорідні матеріали;
- рідкі неоднорідні матеріали;
- матеріали твердої мажучої консистенції, фасовані у велику тару;
- сипучі матеріали;
- плоди, овочі, дрібна риба, консервовані продукти;
- м'ясо в тушах і напівтушах, велика риба, птиця.

Проби рідин відбирають спеціальними трубками – пробовідбірниками, сифонами, спеціальними кружками з подовженими ручками і т. п.

Проби сипучих і дрібнозернистих продуктів відбирають спеціальними щупами різних конструкцій (мішковим, вагонним, конусним, циліндричним).

Проби твердих і продуктів, що мажуться, фасованих у ящики або бочки, відбирають масляним щупом.

Зразки м'яса забійних тварин (яловичина, свинина, баранина та ін.) для дослідження свіжості відбирають від кожної дослідної м'ясної туші і її частини цілим шматком масою не менше 200 г із наступних місць: біля зарізу, напроти 12 четвертого і п'ятого шийних хребців, в ділянці лопатки, стегна і товстих частин м'язів.

1.2. Підготовка проб до аналізу

Підготування проб для фізико-хімічного дослідження полягає в одержанні однорідної маси продукту шляхом його здрібнювання, розтирання, перемішування (у залежності від його виду).

Проби рідких і пюреподібних продуктів однорідної консистенції тільки перемішуються.

При наявності в продуктах сторонніх домішок, спецій, гілочок чашолистків, ізюму, цукатів, горіхів і т. п. їх видаляють за допомогою пінцета до розтирання або подрібнення.

У продуктах із кісточкових плодів видаляють кісточки; у консервах із домашньої птиці і дичини – кістки.

Продукти, які містять тваринні жири, нагрівають на водяній бані в термостаті або сушильній шафі до розплавлювання жиру.

Заморожені продукти попередньо розморожують у закритому посуді; рідку фазу, що утвориться при розморожуванні, додають до подрібненого продукту.

Пробу продукту в залежності від консистенції подрібнюють за допомогою м'ясорубки, дробарки, гомогенізатора, міксера або в ступці до одержання гомогенної маси. Якщо від продукту була відділена рідина для визначення співвідношення частин, та після подрібнювання твердої частини обидві фази з'єднують і перемішують.

Підготовлену пробу поміщають у скляний посуд. Для визначення вітамінів наважку беруть відразу після приготування проби, а для інших фізико-хімічних аналізів – у міру потреби. При цьому пробу зберігають при температурі від 0 до 5 °С.

При підготуванні проб продуктів необхідно враховувати ряд вимог:

- для визначення масової частки важких металів подрібнення проводять в апаратах із матеріалу, які не можуть забруднити пробу металами;
- для визначення масової частки вітаміну С в продукті не допускається його зайва аерація, нагрівання і зіткнення з металевими поверхнями;
- для визначення механічних домішок методом флотації пробу продукту не розтирають, а тільки подрібнюють і перемішують.

2. Порядок виконання роботи

Кожний студент одержує індивідуальне завдання на відбір проб сировини і готової продукції.

Приклади відбору проб зерна, борошна, молока, ковбасних виробів, вина і т. д.

1. Під партією розуміють будь-яку кількість зерна, однорідного за якістю, призначеного до одночасного приймання, відвантаження або одночасного зберігання, оформленого одним документом про якість.

2. Для перевірки відповідності якості зерна вимогам НТД аналізують середню пробу масою $(2,0 \pm 0,1)$ кг, виділену з об'єднаної, отриманої як сукупність точкових проб.

3. Відбір точкових проб

3.1. Точкові проби з автомобілів відбирають механічним пробовідбірником або вручну щупом.

З автомобілів із довжиною кузова до 3,5 м точкові проби відбирають у чотирьох точках за схемою А, із довжиною кузова від 3,5 до 4,5 м – у шести точках за схемою Б, із довжиною кузова від 4,5 і більше – у восьми точках за схемою В на відстані від 0,5 до 1 м від переднього і заднього бортів і на відстані біля 0,5 м від бокових бортів.

Схема А	Схема Б	Схема В
× ×	× × ×	× × × ×
× ×	× × ×	× × × ×

3.2. Механічним пробовідбірником точкові проби відбирають по всій глибині насипу зерна. Ручним щупом точкові проби відбирають із верхнього і нижнього шарів, торкаючись щупом дна.

3.3. Загальна маса точкових проб при відборі за схемою А повинна бути не менше 1 кг, за схемою Б – не менше 1,5 кг і за схемою В – не менше 2 кг.

Якщо загальна маса виявилася менше зазначеної, відбирають додатково точкові проби в тих же точках у середньому шарі насипу.

4. Складання об'єднаної проби

4.1. Об'єднану пробу одержують як сукупність зазначеної, відбирають додаткові точкові проби в тих же точках у середньому шарі насипу.

4.2. При використанні механічного пробовідбірника для відбору проб з автомобілів точкові проби змішуються в процесі відбору проб і утворюють об'єднану пробу.

5. Виділення середньої проби

5.1. Маса середньої проби повинна бути $2,0 \pm 0,1$ кг. Якщо маса об'єднаної або середньодобової проби не перевищує $2,0 \pm 0,1$ кг, то вона є одночасно і середньою пробою. Якщо маса об'єднаної проби перевищує $2,0 \pm 0,1$ кг, то виділення середньої проби з об'єднаної проводять на подільнику або вручну.

При ручному способі об'єднану пробу висипають на стіл із гладкою поверхнею, розподіляють зерно у вигляді квадрата і змішують її за допомогою двох коротких дерев'яних планок із скошеним ребром. Змішування проводять так, щоб зерно, захоплене з протилежних сторін квадрата на планки в правій і лівій руках зсипалося на середину одночасно, створюючи після декількох перемішувань валик. Потім зерно захоплюють із кінців валика й одночасно з обох планок зсипають на середину. Таке перемішування проводять три рази. Після цього об'єднану пробу знову розподіляють рівним шаром у вигляді квадрата і планкою поділяють по діагоналі на чотирьох трикутника. З двох протилежних трикутників зерно видаляють, а в двох, що залишилися, збирають разом, перемішують зазначеним способом і знову ділять на чотири трикутники,

із котрих два йдуть для наступного розподілу доти, поки в двох трикутниках не буде $2,0 \pm 0,1$ кг зерна, що і складе середню пробу.

6. Підготування середньої проби і виділення наважок для аналізів

6.1. З середньої проби виділяють наважку для визначення вологості, потім середню пробу зважують до десятих часток грама й очищають від великих сторонніх домішок.

6.2. З очищеної середньої проби виділяють наважку для проведення аналізів за допомогою подільника або ручного способу відповідно до п. 5.2 доти, поки маса зерна в двох протилежних трикутниках, що залишилися, не буде перевищувати масу, установлену для проведення аналізу.

Приклад відбору проб пастеризованого молока для визначення фізико-хімічних і органолептичних показників.

1. Партією для пастеризованого молока вважають продукцію, вироблену з однієї ємкості, одного найменування в однорідній тарі з однаковими фізико-хімічними й органолептичними показниками, зроблену на одному заводі-виробникові, на одному технологічному устаткуванні, однієї дати виготовлення й оформлену одним супровідним документом.

2. Об'єм вибірки від партії молока в споживчій тарі:

Кількість одиниць транспортної тари з продукцією	Кількість одиниць
до 100	2
від 101 до 200	3
від 201 до 500	4
від 501 і більш	5

3. З кожної одиниці транспортної тари з продукцією, включеною у вибірку, відбирають по одиниці споживчої тари з продукцією.

4. При складанні об'єднаної проби молока в пляшках і пакетах, включених у вибірку, продукт перемішують шляхом п'ятикратного перевертання пляшки або пакета, а при відстої жиру в молоці в пляшках або пакетах його нагрівають до температури (32 ± 2 °C). Потім продукт із пляшок і пакетів зливають в один посуд, складаючи об'єднану пробу. Об'єм об'єднаної проби молока в споживчій тарі дорівнює об'єму молока, включеного у вибірку.

5. З об'єднаної проби після перемішування виділяють пробу для аналізу об'ємом біля $0,5 \text{ дм}^3$.

6. Посуд, який використовується при відборі проб, повинен бути сухим, чистим, без запаху, мати відповідну місткість і форму, зручну для проведення аналізів. Посуд закривають корковими, пластмасовими або обгорненими фольгою гумовими пробками або кришками.

7. Проби, що направляються в лабораторію заводу, постачають етикеткою із зазначенням найменування продукції, підприємства-виробника, номера партії і дати вироблення.

8. Проба молока повинна доставлятися в лабораторію відразу після відбору. До початку аналізу проби беруть при температурі ($2 \dots 8$ °C).

Пробу молока, призначену для визначення фізико-хімічних і органолептичних показників, після перемішування доводять до температури (20 ± 2) °C. Якщо пробу молока досліджують незабаром після відбору, то її

перемішують перевертанням пляшки або переливанням вмісту в інший посуд і назад не менше двох разів. Не допускають сильного струшування, щоб не утворилася піна.

При наявності відстояного шару жиру (вершків) пробу молока нагрівають у водяній бані до (30...40) °С, перемішують і охолоджують до температури (20±2) °С. Не допускається перемішувати пробу, вдуваючи повітря піпеткою або помішуючи нею молоко.

Приклад відбору проб ковбасних виробів для визначення фізико-хімічних і органолептичних показників

1. Однорідною партією вважають ковбасні вироби одного виду, сорту і найменування, вироблені протягом однієї зміни, піддані однаковому режиму технологічної (у тому числі термічної) обробки.

2. Зовнішньому огляду піддають не менше 10 % всього вмісту кожної однорідної партії.

3. Для органолептичної оцінки з різних місць у партії відбирають зразки продукції не більше 1 % оглянутого продукту, але не менше двох одиниць продукції.

4. Для лабораторних досліджень відбирають одиницю вибірки кількістю не більше 1 % оглянутого продукту, але не менше 2-х зразків із виробів в оболонці і не менше 3-х зразків від виробів без оболонки (м'ясний хліб, холодець і т. д.). Кількість одиниць вибірки може бути збільшене до 5, якщо при зовнішньому огляді продукт викликає сумнів щодо доброякісності.

5. Від зразків ковбасних виробів, які потрапили у вибірку, відбирають точкові проби, відрізавши в поперечному напрямку на відстані не менше 5 см від краю шматок масою 200...250 г. Від сальтисонів і виробів у мішурах проби відрізають у вигляді сегментів.

6. Із точкових зразків складають об'єднану пробу:

– для виробів в оболонці – не менше, ніж із 2-х проб масою 200...250 г кожна;

– для виробів без оболонки – не менше, ніж із 3-х проб, масою 200...250 г кожна.

7. Об'єднану пробу пакують у пергаментний папір. Додають акт відбору проб із зазначенням:

– найменування організації, у систему якої входить підприємство;

– найменування підприємства, що виробило продукт;

– найменування виду, сорту і дати вироблення продукту;

– номери ТУ, за якими вироблений продукт;

– розміру партії, від якої відібрані проби;

– результатів зовнішнього огляду партії.

Мета направлення продукту на дослідження:

– місця і дати відбору проби;

– посади і прізвища осіб, що приймали участь в огляді партії продукції і відборі проб.

Приклад відбору проб борошна для визначення фізико-хімічних

показників

1. Партією борошна називають будь-яку продукцію одного виду і сорту, однорідну за якістю, призначену до одночасного приймання, відвантаження або зберігання, в упаковці одного виду або без неї.

2. Для перевірки відповідності якості продукту, упакованого в тару, вимогам НТД відбирають вибірку. Об'єм вибірки від партії муки, упакованої у мішки, зазначений у таблиці.

Об'єм партії (кількість мішків у партії)	Об'єм вибірки (кількість мішків, із яких відбирають точкові проби)
До 5	Кожний мішок
Від 6 до 100	Не менше 5
Понад 100	Не менше 5 % від кількості мішків у партії

3. Із зашитих мішків вибірки відбирають мішечним щупом з одного кута точкові проби. Перед уведенням щупа в мішок місце, у яке буде вводиться щуп, необхідно очистити щіткою.

Щуп вводять у напрямку до середньої частини мішка жолобком униз, потім повертають його на 180° і виймають. Отвір, що утворився, засипають хрестоподібними рухами вістря щупа, зрушуючи низ мішка. Маса однієї точкової проби повинна бути 200...300 г. Маса усіх відібраних точкових проб повинна бути не менше 2,0 кг.

4. Для складання об'єднаної проби всі точкові проби зсипають у чисту, міцну, не заражену шкідниками хлібних запасів тару (пляшки, банки з поліетиленовими кришками або притертими пробками, металеві коробки, що закриваються, поліетиленові пакети).

У тару з об'єднаною пробкою вкладають етикетку із зазначенням:

- найменування виду і сорту продукту;
- найменування підприємства;
- дати вибою і номери зміни;
- номери складу, вагона або назви судна;
- маси партії;
- дата відбору проби;
- маса проби;
- підпис особи, яка відбрала пробу.

5. З об'єднаної проби виділяють середню. Маса середньої проби повинна бути не менше 2,0 кг. Якщо маса об'єднаної проби не перевищує 2,0 кг, то вона одночасно є і середньою пробкою.

Якщо маса об'єднаної проби перевищує 2,0 кг, то виділення середньої проби з об'єднаної проводять ручним способом. Для цього об'єднану пробу висипають на стіл із гладкою поверхнею, розподіляють продукт у вигляді квадрата і перемішують його за допомогою двох коротких дерев'яних планок із скошеним ребром. Перемішування проводять так, щоб продукт, захоплений із протилежних сторін квадрата на планки в правій і лівій руці, зсипався на середину одночасно, створюючи після декількох перемішувань валик, потім його захоплюють із кінців і одночасно з обох планок зсипають на середину. Таке перемішування проводять три рази. Після триразового перемішування

об'єднану пробу знову розподіляють рівним шаром у вигляді квадрата і за допомогою планки поділяють по діагоналі на чотири трикутники. З двох протилежних трикутників продукт видаляють, а з двох, що залишилися, збирають разом, перемішують зазначеним способом і знову поділяють на чотири трикутники, із яких два йдуть для наступного розподілу доти, поки в двох трикутниках не буде отримано приблизно 2,0 кг продукту, що і складе середню пробу.

6. Середню пробу продукту переглядають, зважують, реєструють і позначають порядковим номером, який проставляють у картці для аналізу і у всіх документах, що відносяться до даної проби.

7. Середню пробу продукту знову розрівнюють і поділяють по діагоналі на чотири трикутники. Продукт із кожних двох протилежних трикутників збирають у дві банки з притертими пробками і постачають їхніми етикетками з позначеннями, зазначеними в п. 4.

Одну з банок передають на аналіз, а другу опечатують або пломбують і бережуть на випадок виникнення розбіжностей між постачальником і одержувачем в оцінці якості продукту. Час зберігання проб обговорений ДСТ.

8. Частину середньої проби, за якою проводять аналізи, перемішують тричі, як зазначено в п. 5, розрівнюють у вигляді квадрата і з різних місць квадрата совочком відбирають наважки.

Приклад відбору проб вина, виноматеріалів, коньяків і коньячних спиртів для визначення фізико-хімічних і органолептичних показників

1. Партією вважають будь-яку масу продукції одного найменування, одного купажу, тиражу, однорідного за своїми якісними показниками, оформленого одним документом, що засвідчує якість.

При транспортуванні в цистернах партією вважають кожну цистерну.

2. Від продукції, що знаходиться в залізничних або автомобільних цистернах, відбирають точкові проби пробовідбірниками, які ополіскують продукцією, що підлягає перевірці, рівними порціями з верхнього, нижнього і середнього шарів.

Від продукції, що знаходиться в цистернах із відсіками, точкові проби відбирають пробовідбірником рівними порціями з кожного відсіку цистерни з верхнього, середнього і нижнього шарів.

Від продукції, що знаходиться в бочках, точкові проби відбирають від кожної бочки по 0,5...1,0 мл на кожний літр від верхнього, нижнього і середнього шарів бочки. Відбір роблять пробовідбірником або сифоном.

3. Точкові проби з'єднують разом, перемішують і складають об'єднану пробу. Об'єм об'єднаної проби, відібраної з цистерн або з бочок, повинен бути не менше 6 дм³.

Об'єднану пробу, взятую з бочок або цистерн, розливають у 6 пляшок місткістю по 0,7...0,8 л або 9 пляшок місткістю по 0,5 л. Пляшки з об'єднаними пробами закупорюють пробками, потім горло пляшки осмолюють, ставлять печатку або пломбують.

Кожну пляшку з об'єднаною пробою постачають етикеткою із зазначенням

наступних реквізитів:

- найменування продукції;
- найменування підприємства-постачальника і підприємства-одержувача;
- дата відбору проби;
- найменування і номер документа про якість;
- номер вагона, залізничної цистерни, автоцистерни;
- маса продукції, від якої відібрана проба;
- посади і підпису осіб, які відбирали пробу.

Об'єднану пробу в двох пляшках місткістю по 0,7...0,8 л або в трьох пляшках місткістю по 0,5 л піддають аналізу; таку ж кількість пляшок залишають на зберігання протягом 3-х місяців для повторного аналізу; таку ж кількість пляшок направляють одержувачу (постачальнику).

4. Для оцінки зовнішнього вигляду продукції, розлитої в пляшки, проводять вибірку. Об'єм вибірки визначають за таблицею відповідно до вимог ДСТУ.

Об'єм партії, пляшки	Об'єм вибірки, пляшок	Приймальне число A_c пляшки
До 150	8	0
Від 151 до 500	20	1
Від 502 до 1200	32	2
Від 1201 до 3200	50	3
Від 3201 до 10000	80	5
Від 10001 до 35000	125	7
Понад 35000	200	10

Партію приймають, якщо кількість дефектних пляшок із продукцією у вибірці менша або дорівнює приймальному числу A_c .

Для визначення фізико-хімічних і органолептичних показників продукції, розлитої в пляшки, від вибірки відбирають чотири пляшки місткістю 0,7...0,8 л або шість пляшок місткістю 0,5 л із непорушеною закупоркою.

Пляшки осмолюють, ставлять печатку або пломбують, постачають етикеткою із зазначенням реквізитів по п. 3.

Вміст двох пляшок місткістю по 0,7...0,8 л або трьох пляшок місткістю по 0,5 л об'єднують і перемішують. Об'єднану пробу піддають аналізу. Пляшки, що залишилися, беруть протягом трьох місяців на випадок повторного аналізу.

Пляшки з об'єднаними пробами повинні зберігатися в темному приміщенні при певних температурах, обговорених стандартом у залежності від типу вина або виноматеріалу.

3. Питання для самоперевірки

1. Що таке “середня проба”?
2. Що таке партія сировини?
3. Підготовка проб до аналізу.
4. Виділення середньої проби.

5. Література

1. Шубин А.А. Методи контролю пищевых продуктов: Учебн. Пособ. / А.А.

шубин, Т.В. Нужная, Т.В. Крайнюк./ — Донецк: ДонГУЭТ, 2005. — 172 с.

Лабораторна робота № 4 **ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ВОЛОГИ**

Мета: вивчити методи визначення масової частки вологи.

Прилади і матеріали: продовольча сировина; технічний інвентар; сушильна шафа; прилад ВЧМ або ВНДХП-ВЧ (конструкції К.Н. Чижової).

1. Основні положення

Вологість сировини, напівпродуктів і різних видів готової продукції (білий цукор, цукор-рафінад, солод, зерно, ферментні препарати, хлібопекарські виробы тощо) має велике значення і є однією з найважливіших властивостей, яка визначає їх якість, впливає на умови зберігання, на вихід цільового продукту. Від кількості вологи також значною мірою залежить харчова та енергетична цінність продуктів. Наприклад, збільшення вологості борошна на 1% знижує вихід хліба на 1,5-2%.

Вологість зерна визначає умови і термін його зберігання. Надлишкова вологість сприяє самозігріванню зерна, стимулює розвиток мікроорганізмів, прискорює біохімічні і хімічні процеси.

Воду, що входить до складу матеріалів рослинного походження, залежно від енергії, потрібної для видалення вологи, умовно поділяють на вільну і зв'язану.

Для визначення вологості в продуктах харчових виробництв широко застосовуються як прямі, так і непрямі методи. Прямі методи визначення вологості за принципом дії можна поділити на такі групи:

1. *Термографічні методи* — висушування матеріалу до сталої маси; прискорене висушування; методи висушування вологих матеріалів з попереднім підсушуванням; експрес-методи висушування з використанням інфрачервоного випромінювання.

2. *Дистиляційні методи* ґрунтуються на сумісній перегонці із досліджуваного продукту води і органічного розчинника, що не змішується з водою.

3. *Хімічні методи* ґрунтуються на хімічній взаємодії води з деякими реактивами (металевий натрій, реактив Фішера). Масову частку вологи в досліджуваній пробі визначають за еквівалентною кількістю речовини, що утворилася в результаті реакції.

До непрямих методів визначення вологості продуктів харчової промисловості належать електрометричні методи, в яких вимірюють електропровідність і діелектричну проникність.

Кондуктометричний метод базується на залежності електричного опору матеріалу від ступеня його вологості: чим вища вологість, тим менший питомий опір матеріалу і тим вища його електропровідність.

Метод діелектричної проникності, або ємнісний метод ґрунтується на значній різниці величини діелектричної проникності (ДП) води ($\epsilon=81$) і сухих речовин (для сухого зерна, наприклад, ϵ коливається в межах 3-5). Отже, зі збільшенням вологості матеріалу збільшується його ДП.

Серед непрямих методів визначення масової частки вологи визнані методи з застосуванням ядерного магнітного резонансу (ЯМР) та методи, що ґрунтуються на використанні надвисоких частот (НВЧ). ЯМР базується на поглинанні сильним сталим магнітним полем енергії більш слабого змінного радіочастотного поля, зумовленого магнетизмом ядер досліджуваної речовини. При цьому масова частка водню в зразку визначається за інтенсивністю і конфігурацією кривої вихідного сигналу. Метод НВЧ базується на поглинанні енергії водою, що міститься в зразку, розміщеному в просторі між стінкою, збуджуваною генератором НВЧ-випромінювань, та приймачем.

Термографічні методи ґрунтуються на випаровуванні води із наважки, висушуванні матеріалу до сталої маси (при 105 °С) та прискореному висушуванні (при 130 °С) в сушильних шафах (рис. 4.1). При визначенні вологості у в'язких продуктах, що містять значну кількість речовин колоїдної дисперсності, використовують розпушувачі з метою збільшення поверхні висушування. Як розпушувач використовують кварцовий пісок із розрахунку 25 мг на 1 г сухої речовини наважки. Хороші результати дає метод висушування з паперовими роликами.

Масову частку вологи в продукті, %, розраховують за формулою

$$W = \frac{100(m_2 - m_3)}{m_2 - m_1}, \quad (4.1.)$$

де W - масова частка вологи в продукті, %; m_1 — маса порожньої бюкси, г; m_2 — маса бюкси з продуктом до висушування, г; m_3 — маса бюкси з продуктом після висушування, г.

Експрес-методи висушування базуються на використанні інфрачервоного випромінювання. Для швидкого видалення вологи застосовують спосіб висушування в інфрачервоних променях, які сприймаються не лише поверхнею матеріалу, який висушують, але й проходять у глибину його до 2-3 мм, що сприяє інтенсивному прогріванню. Джерелом інфрачервоних променів можуть бути нагріті електричним струмом металеві поверхні, що випромінюють хвилі в діапазоні 0,76...343 нм. На цьому принципі працюють прилади ВЧМ (рис. 4.2), ВНДІХП (конструкція К.Н. Чижової).

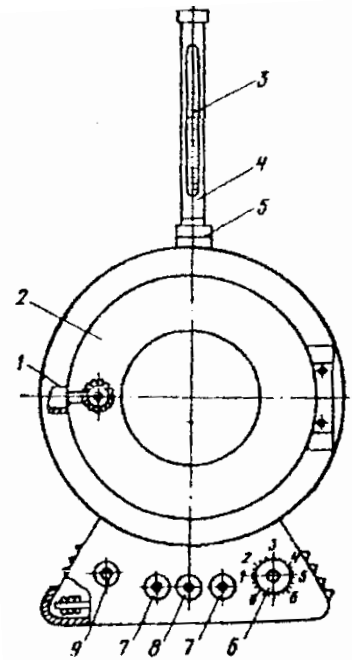


Рис. 4.1 Сушильна шафа 2В-151: 1 — підставка; 2 — двері; 3 — контрольний термометр; 4 — оправа; 5 — кільце; 6 — ручка; 7 — запобіжник; 8 — тумблер; 9 —

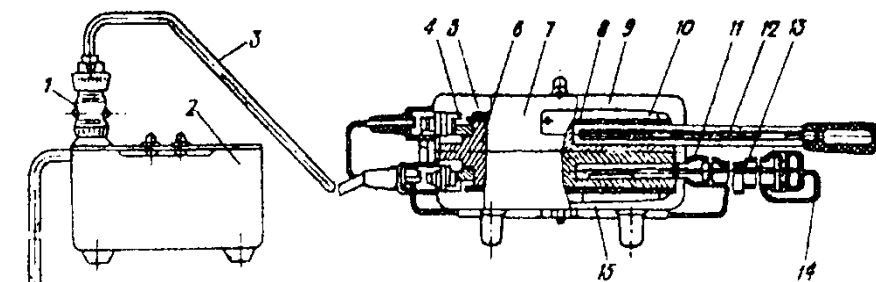


Рис 4.2 Прилад ВЧМ для визначення масової частки вологи в жомі: 1 — розняття; 2 — блок керування; 3 — кабель; 4 — електронагрівний елемент; 5 — азбестова прокладка; 6 — металева плита; 7 — блок висушування зразків; 8 — притискний диск; 9, 15—кришки; 10, 11 — оправа; 12 — термометр; 13—електроконтактний термометр; 14 — блок

2.Порядок виконання роботи

2.1Визначення ВОЛОГОСТІ хліба методом висушування в сушильній шафі

Для визначення вологості хліба в шафах СЕНІ використовують бюкси одного розміру (45x20 мм) і висушують зразок при температурі 130 °С протягом 45 хв з моменту завантаження, при цьому тривалість падіння і підвищення температури після завантаження шафи повинна бути не більша 20 хв. Для більш рівномірного просушування наважок у процесі висушування допускається дво-, трикратний поворот диска з бюксами.

Прилади, лабораторний посуд.

Бюкси одного розміру (45x20 мм), сушильна шафа СЕНІ, технічні та аналітичні ваги, щипці, ексікатор.

Хід визначення.

У дві попередньо висушені і зважені бюкси беруть наважки зразка хліба масою по 5 г. Зважують з точністю $\pm 0,01$ г. Бюкси з наважками розміщують у сушильну шафу з температурою 140-145 °С, кришки бюксів повинні бути відкриті і підкладені під дно бюкси. Температура при цьому швидко падає (нижче 130 °С). Протягом 10-15хв її доводять до 130 °С і при цій температурі зразки продовжують висушувати протягом 40 хвилин. Далі бюкси виймають із сушильної шафи щипцями, закривають кришками, охолоджують в ексікаторі 20-30хв і зважують.

Масову частку вологи в хлібі, %, визначають за формулою (2.1.).

2.2. Визначення масової частки вологи в дріжджах

Прилади, лабораторний посуд.

Ніж, технічні та аналітичні ваги, бюкси з кришками, сушильна шафа, ексікатор.

Хід визначення.

Частину середньої проби (не менше 10 г) дріжджів подрібнюють ножем або протирають через сітку з отворами 2-3 мм. Дві наважки зважують по 1,5 г з точністю до 0,0002 г. у попередньо висушених до сталої маси металевих або скляних бюксах з кришками, висушують у сушильній шафі при температурі 105 °С до сталої маси. Перше зважування здійснюють через 4 год після початку

висушування, наступні — через 1 годину. Перед кожним зважуванням бюкси закривають кришками і охолоджують в ексикаторі не менше 20 хв і не більше 2 годин. Сталою вважається маса, якщо різниця між двома зважуваннями не перевищує 0,001 г.

Масову частку вологи в дріжджах, %, визначають за формулою, наведеною на (4.1.).

За кінцевий результат аналізу беруть середнє арифметичне двох паралельних визначень. Різниця між ними не повинна перевищувати 0,5 %, а в різних лабораторіях — 1 %.

2.3. Визначення масової частки вологи в цукрі-піску за допомогою приладу ВЧМ (К.Н. Чижової)

Прилади, лабораторний посуд

Фільтрувальний папір, ексикатор, аналітичні, технічні ваги, прилад ВЧМ або ВНДІХП-ВЧ (конструкції К.Н. Чижової).

Хід визначення.

Для проведення аналізу попередньо готують пакети з фільтрувального паперу. Для цього квадратний аркуш розміром 145x145 мм згинають по діагоналі і в отриманому трикутнику вздовж катетів загинають сторони на 10 мм. Порожні пакети висушують у приладі ВЧМ при 150 °С протягом 3 хв і зберігають в ексикаторі. Визначення рекомендується проводити в паралельних пробах. Наважку цукру-піску біля 3 г розміщують у висушений пакет і зважують на аналітичних вагах з точністю до 0,0001 г.

Висушування проводять 10 хв при температурі 140-145 °С. Після висушування пакети охолоджують в ексикаторі і зважують. Масову частку вологи, %, в цукрі-піску розраховують за формулою (4.1.).

3. Питання для самоперевірки

1. Що таке вологість і з якою метою її визначають?
2. Які основні методи визначення вологості використовують для аналізів сировини, напівпродуктів та продуктів у харчовій промисловості?
3. На чому ґрунтується принцип визначення вологості термографічними методами?
4. Особливості та порядок визначення вологості експрес-методом з використанням інфрачервоного випромінювання.

4. Література

1. Методи контролю харчових виробництв: Лаборатор. практикум / Н. І. Штангеева, Л.І. Чернявська, Л.П. Рева та ін. — К.: УДУХТ, 2000. — 240 с.

Лабораторна робота № 5

ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ СУХИХ РЕЧОВИН

Мета: вивчити методи визначення масової сухих речовин.

Прилади і матеріали: продовольча сировина; рефрактометр лабораторний РПЛ-3; ареометр; бюкси.

1. Основні положення

Загальна оцінка якості продуктів харчових виробництв вимагає точного

визначення масової частки сухих речовин. Сума масових часток вологи та сухих речовин (СР) становить 100 %. Розрізняють дійсні та видимі сухі речовини.

Масову частку дійсних сухих речовин визначають прямими методами, тобто висушуванням аналізованої наважки продуктів до сталої маси. Це методи висушування:

з паперовими роликами за способом І. Б. Мінца, що використовується для визначення масової частки вологи в сиропах, відтоках і мелясі цукрового виробництва;

з замороженому стані під вакуумом (ліофільне висушування);

з використанням приладу К. Н. Чижової для сирого, віджатого і висушеного жому;

з використанням приладу ВНДІХП (конструкція К.Н. Чижової) для борошна, тіста, напівфабрикатів, рідких дріжджів.

Масову частку видимих сухих речовин визначають непрямими методами (за густиною або коефіцієнтом рефракції, променезаломлення).

Густину розчину визначають пікнометричним, дексиметричним, ареометричним методами.

Видимі сухі речовини у чистих і нечистих цукрових розчинах можна визначити за показниками заломлення рефрактометрами різних типів.

2. Порядок виконання роботи

2.1. Визначення масової частки сухих речовин у соках та сиропах

Метод ґрунтується на визначенні показника заломлення прецизійним або лабораторним рефрактометрами у прозорих рідких продуктах.

Прецизійний рефрактометр дає змогу точніше визначити масову частку сухих речовин рідких продуктів, що дуже важливо для подальшого визначення чистоти продуктів. Шкала прецизійного рефрактометра градуйована від 0 до 102 градусів, що відповідає масовій частці сухих речовин 0-30 %.

Прилади, лабораторний посуд

Рефрактометр лабораторний РПЛ-3, серветка з фільтрувальної тканини, прес, склянка, скляна паличка.

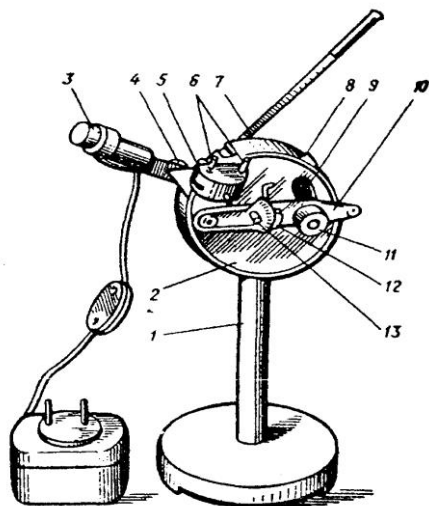


Рис. 5.1 Рефрактометр типу РПЛ-3: 1 — колонка; 2 — корпус; 3 — просвітлювач; 4 — нижня камера з призмами; 5 — верхня камера з призмами; 6 — штуцер; 7 — термометр; 8 — пробка; 9 — шкала; 10 — рукоятка; 11 — окуляр; 12 — шкала; 13 — гвинт

Хід визначення

Краплю досліджуваного прозорого соку або сиропу скляною паличкою розміщують між вимірювальною і просвітлювальною призми рефрактометра. Повертаючи кільце компенсатора, ліквідують дисперсію світла призмою Амічі, установлюють лімб на нуль і спостерігають межу поділу світла і тіні на шкалі. Якщо межа світлотіні міститься між двома поділками шкали, то, обертаючи барабанчик лімба, доводять межу поділу до найближчої нижньої поділки. Після цього відраховують число поділок шкали від 0 до поділки, по якій проходить межа світлотіні. Отримане по шкалі значення записують як цілі одиниці і додають число поділок на відрахунковому лімбі проти риски як десяті частки. За табл. 1 знаходять масову частку сухих речовин. Якщо температура під час вимірювання відрізнялась від 20 °С, слід внести поправку до показань прецизійного рефрактометра, користуючись дод.

1.2.2. Визначення масової частки сухих речовин у молоці ареометричним методом

Масову частку сухих речовин у мелясі визначають ареометричним методом, тобто визначають густину меляси за допомогою ареометра. Дія ареометра ґрунтується на гідростатичному законі Архімеда, згідно з яким тіло, що занурене в рідину, виштовхується силою, яка дорівнює масі води, що була витіснена. При одній і тій самій масі ареометра глибина його занурення і витіснений ним об'єм залежить від густини досліджуваного розчину. Чим більша густина рідини, тим менше занурюється в неї ареометр і навпаки. Для зручності роботи визначають не абсолютну, а відносну густину розчину. З цією метою густину аналізованого розчину відносять до густини стандартної речовини. Для рідких продуктів як стандартну речовину використовують воду з температурою 20 °С. Ареометри загального призначення використовують для вимірювання густини рідини при 20 °С з точністю до $\pm 1 \cdot 10^3$. Такі ареометри мають назву денсиметрів.

Прилади, лабораторний посуд.

Технічні ваги, ареометр, фарфорова склянка, мірна колба місткістю 250 мл, циліндр.

Хід визначення.

Молоко, температурою 20 °С наливають у мірний циліндр місткістю 250 мл. Циліндр ставлять у строго вертикальному положенні на спеціальний стіл з трьома гвинтами. В циліндр з молоком занурюють ареометр, який не повинен торкатися стінок циліндра. Шийка ареометра повинна бути сухою. При температурі розчину 20 °С показання ареометра вказує на концентрацію сухих речовин у розчині меляси. Якщо температура розчину менша 20 °С, вводять поправку на температуру (дод. 2). Знаючи масову частку сухих речовин у розчині, за дод. 3 знаходять масову частку сухих речовин у молоці.

2.3. Визначення масової частки сухих речовин у патоці та меді методом висушування до сталої маси

Під час висушування патоки та меду користуються розрихлювачами — паперовими роликками (рис. 3.2.) або кварцовим піском. Це необхідно для

збільшення поверхні висушування, запобігання утворенню плівки на поверхні розчину меляси та прискорення процесу висушування.

Прилади, лабораторний посуд.

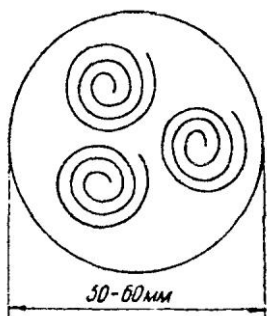


Рис.5.2 Паперові ролики в бюксі для висушування

Бюкси з паперовими роликами (смужки завширшки 10-12мм і завдовжки (500-600мм), технічні та аналітичні ваги, сушильна шафа СЕШ-3 або 2В-151.

Хід визначення.

З фільтрувального паперу вирізають смужки завширшки 10-12 мм і завдовжки 500-600 мм і згортають їх у ролики. Попередньо зважують порожню висушену бюксу і вміщують у неї по три ролики. Спочатку зважують на технічних, а потім на аналітичних терезах. Висушені ролики виймають, а в бюксі зважують 2-3г патоки. У бюксу з патокою або медом додають 3-5мл дистильованої води і розмішують мелясу. Потім у розчин вміщують ролики і ставлять у сушильну шафу на 2-3год при температурі $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Мелясу висушують до сталої маси.

Масову частку сухих речовин, %, методом висушування визначають за формулою:

$$CP = \frac{B_2}{B_1} 100, \quad (5.1.)$$

де B_1, B_2 — маса меляси в бюксі відповідно до і після висушування, г.

Маса меляси — це різниця між масою бюкси з роликами і мелясою і масою бюкси з роликами.

3. Питання для самоперевірки

1. Що таке дійсні і видимі сухі речовини?
2. Які існують методи визначення масової частки сухих речовин?
3. Чому потрібно розчиняти густі продукти перед визначенням сухих речовин?
4. Від чого залежить похибка у визначенні сухих речовин?
5. Чому потрібно визначати поправку до показань рефрактометра при відхиленні температури від $20 ^\circ\text{C}$?

4. Література

1. Чижова К.Н. Технохимический контроль хлебопекарного производства / К.Н. Чижова, Т.И. Шкваркина, Н.В. Зеленина.— М.: Пищ. Пром.-ть, 1975. — 222 с.

Лабораторна робота №6 ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ВУГЛЕВОДІВ

Мета: вивчити рефрактометричні та поляриметричні методи визначення масової частки вуглеводів в сировині і продуктах харчування.

Прилади і матеріали: продовольча сировина; оптичний рефрактометр WZ-113, цукрометр СУ-3 технічні ваги; поляриметричні кювети завдовжки 200 мм.

1. Основні положення

У рослинній сировині вуглеводи становлять 70-80 % масової частки сухих речовин. Основна маса вуглеводів — крохмаль і цукри, які і визначають цінність сировини. Вихід готового продукту і витрати сировини на його одержання значною мірою залежать від початкового вмісту в сировині крохмалю і цукрів. Контроль технологічного процесу проводиться також головним чином за масовою часткою вуглеводів: визначають ступінь екстрагування цукрози із бурякової стружки та ступінь очищення розчинів у цукробуряковому виробництві; визначають ступінь оцукрювання крохмалю в бродильному виробництві тощо.

Для якісного і кількісного визначення різних видів вуглеводів розроблено багато методів. За принципом дії їх можна розбити на такі основні групи:

поляриметричні методи, що ґрунтуються на властивості вуглеводів обертати площину поляризації поляризованого світла;

Поляриметри-цукрометри.

Для кількісного визначення масової частки цукрози в розчині використовують спеціальні поляриметри, що одержали назву цукрометрів. Будова цукрометрів ґрунтується на здатності ісландського шпату (кристалічний карбонат кальцію) перетворювати звичайні промені світла в поляризовані.

Нині використовують напівтіньові цукрометри з кварцовою компенсацією. В них аналізатор поставлений на напівтінь відносно поляризатора і закріплений нерухомо. Якщо між поляризатором і аналізатором введений цукровмісний розчин, що обертає площину поляризації праворуч, то для вимірювання кута обертання між ними вводять пластинку кварцу, який повертає ліворуч, підбираючи товщину її так, щоб вона компенсувала праве обертання розчину цукрози. Товщина кварцової пластинки в цьому разі буде пропорційна обертальній здатності цукрози. Таким чином, вимірюючи товщину кварцової пластинки, що компенсує обертання, вимірюють кут повороту аналізатора. Особливістю цих приладів є використання не монохроматичного світла, а звичайної лампи розжарювання, тому що обертальна дисперсія світла майже однакова для кварцу і для цукрових розчинів. У лабораторіях використовують візуальні цукрометри СУ-3 (рис. 6.1).

хімічні методи, що ґрунтуються на здатності моноцукрів і деяких складніших цукрів, які містять в молекулі вільну альдегідну або кетонну групу, окиснюватись оксидами важких металів;

колориметричні методи, що ґрунтуються на здатності цукрів у кислому середовищі перетворюватись у фурфурол або оксиметилфурфурол, які з антроном і резорцином дають забарвлені сполуки;

ферментативні методи, що ґрунтуються на специфічності ферменту каталізувати тільки певну хімічну реакцію або розривати строго певний хімічний зв'язок.

2. Порядок виконання роботи

2.1. Визначення масової частки цукру в цукрових розчинах, напоях,

соках, сиропах, джемах, меді, згущеному молоці та інших середовищах, які містять цукор

Прилади, лабораторний посуд, реактиви

Рефрактометр, футляр для перенесення і зберігання, серветка, викрутка, піпетка.

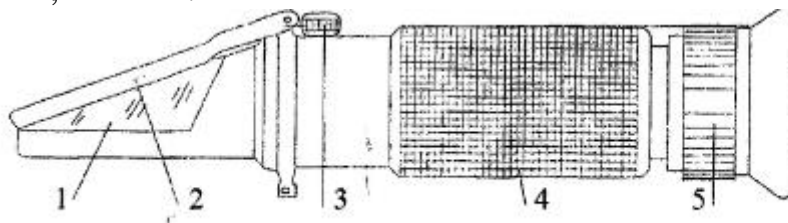


Рис. 6.1. Оптичний рефрактометр WZ-113: 1 – призма; 2 – кришка; 3 - настроювальний гвинт; 4 – дзеркальна трубка; 6 – окуляр (з діопрійним кільцем).

Рефрактометр для визначення цукристості - оптичний інструмент, призначений для вимірювання концентрації цукрів у водних розчинах. Концентрація вимірюється за допомогою вимірювання ступеня заломлення (рефракції) світла в розчині. Дана модель вимірювача цукру показує градуси за шкалою Брікс (Brix 0-32%), які дорівнюють процентним вмістом цукру в розчині. Для визначення цукру потрібно тільки навколишній джерело світла.

Область застосування:

- контроль концентрації цукру в напоях і продуктах харчування;
- перевірка зрілості плодово-ягідних і визначення періоду збору врожаю сільськогосподарських культур;
- визначення щільності і вмісту цукру в суслі при бродінні;
- домашнє пивоваріння та виноробство.

Технічні характеристики:

- Діапазон вимірювань Brix: 0 ~ 32 Brix
- Ціна ділення: 0,2 Brix
- Точність: $\pm 0,2$ Brix
- Автоматична температурна компенсація (АТС)
- Регульований монокуляр
- Розміри: 30 x 40 x 170 мм.
- Вага: 99 гр.

Хід визначення

Перед вимірами проведіть процедуру калібрування:

Крок 1. Відкрийте кришку призми приладу. Капніть одну або дві краплі дистильованої води на поверхню призми рефрактометра.

Крок 2. Направте призму приладу на світло і спостерігайте в окуляр шкалу рефрактометра. (При необхідності налаштуйте фокусування окуляра для досягнення чіткості зображення). Потім обертанням коригуючого гвинта встановіть кордон між темною і світлої полями на нульовій позначці шкали.

Верхня половина шкали повинна бути темного кольору, а нижня - світлою.

Проведення вимірювань:

1. Направте передню частину рефрактометра (2) на світло, обертайте регульовальне кільце діоптрій (5) до чіткого відображення перехрестя.

2. Відкрийте отвір (2), протріть поверхню призми м'якою бавовняною фланеллю і капніть 1-2 краплі вимірюваної рідини. Закрийте захисну кришку, злегка натиснувши на неї, потім подивіться в окуляр відповідну виміру Вріх шкалу світлих і темних кордонів.

3. Після проведення вимірювань ретельно протріть вологою марлею поверхню призми і внутрішню поверхню захисної кришки. Після висихання поверхонь, закрийте захисну кришку і зберігайте рефрактометр в сухому місці вдалині тепла і сонячних променів.

2.2. Визначення масової частки цукрози в цукрових розчинах масовим та об'ємним методами з використанням поляриметричних кювет різної довжини

Прилади, лабораторний посуд, реактиви

Цукрометр типу СУ-3, технічні ваги, мірна колба на 100/110 см³, фільтрувальний папір.

Хід визначення

Масову частку цукрози визначають у чистих цукрових розчинах невідомої концентрації масовим та об'ємним методами. Результати визначень обчислюють за формулами (6.3) і (6.4).

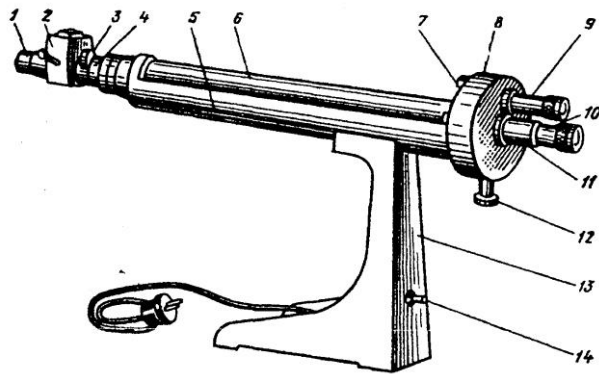


Рис 6.2 Цукрометр СУ-3: 1 — патрон з лампочкою; 2 — освітлювальний вузол; 3 — поворотна обойма із світлофільтром; 4 — оправка з поляризатором; 5 — траверса; 6 — камера для поляриметричної кювети; 7 — гвинт для встановлення шкали прилада на нуль; 8 — вимірювальна головка; 9 — окуляр шкали з ноніусом; 10 — окуляр аналізатора; 11 — гільза з аналізатором; 12 — рукоятка кремальєрної передачі; 13 — основа приладу; 14 — тумблер

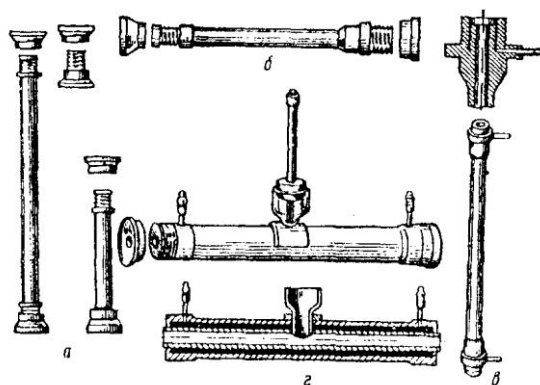


Рис.6.3 Поляриметричні кювети: а — звичайна; б — з розширенням для бульбашок повітря; в — проточна; г — з кожухом системи Ландольта

Масовий та об'ємний методи визначення масової частки цукрози.

При масовому поляриметричному методі визначення цукрози беруть

нормальну наважку 26г (одну або дві, рідше половину, чверть наважки або довільну наважку), переводять у мірну колбу місткістю 100 см³, у разі потреби освітлюють одним із відомих просвітлювачів, термостатують при t=20°C протягом 20хв та доводять дистильованою водою до мітки. Якщо використали освітлювач, то розчин фільтрують, потім поляризують. Якщо аналізують розчин чистої цукрози, то кут обертання площини поляризації поляризованого світла вимірюють безпосередньо після доведення розчину в колбі до мітки 100 см³, термостатування при t=20°C і ретельного перемішування.

Масову частку цукрози, %, при довільній наважці обчислюють за формулою

$$Ц = \frac{0,26П * 100}{n}, \quad (6.1)$$

де 0,26 — ціна поділки цукрометра, г; П — показання шкали цукрометра; n — наважка продукту, г.

Масову частку цукрози, %, при нормальній наважці обчислюють за формулою

$$Ц = \frac{0,26П * 100}{26} = П, \quad (6.2)$$

Об'ємний метод ґрунтується на тому, що в мірну колбу з двома мітками (100/110 або 50/55 см³) наливають до першої мітки досліджуваній розчин, потім додають просвітлювач, доводять об'єм розчину в колбі дистильованою водою до другої мітки. Вміст колби перемішують, фільтрують через один паперовий фільтр, а фільтрат заливають у поляриметричну кювету і визначають за допомогою цукрометра величину кута обертання площини поляризації.

Масову частку цукрози, %, в досліджуваному розчині знаходять за формулою

$$Ц = \frac{0,26П * 1,1 * 100}{100d} = \frac{0,26П * 1,1}{d} \quad (6.3)$$

де 1,1 — коефіцієнт, що враховує розбавлення розчину в колбі 100/110 см³ або 50/55 см³; 100 — об'єм нормальної колби, см³; d — густина розчину, г/см³.

Під час аналізу чистих цукрових розчинів об'ємним методом просвітлення непотрібне. У цьому разі використовують колбу з однією міткою 100 см³ і масову частку цукрози, %, обчислюють за формулою

$$Ц = \frac{0,26П * 100}{100d} = 0,26 \frac{П}{d} \quad (6.4)$$

За спеціальними таблицями А. І. Востокова та І. П. Лєпшошкіна можна без обчислення визначити масову частку цукрози та чистоту розчину.

При використанні поляриметричної кювети завдовжки 100мм одержані результати подвоюють, а завдовжки 400мм — ділять на 2.

2.3. Визначення масової частки крохмалю в картоплі методом Еверса

Прилади, лабораторний посуд, реактиви

Цукрометр, поляриметричні кювети завдовжки 200мм, технічні ваги, водяна баня, секундомір, термометр, мірна колба місткістю 100 см³, бюретки на

25 см³, лійка, фільтрувальний папір, 0,321 н. розчин НС1, реактиви-осаджувачі (реактив Карреза I та II чи 4-відсотковий розчин фосфорно-вольфрамової кислоти або розчин молібдату амонію).

Хід визначення

У суху мірну колбу місткістю 100 см³ вносять із бюретки 25 см³ 0,321 н. розчину НС1 і додають через лійку при постійному перемішуванні наважку досліджуваного продукту (картопляна кашка) масою 5г, зважену з похибкою ±0,01г. Коли матеріал буде добре перемішаний, промивають лійку і верхню частину колби новою порцією (25см³) тієї самої кислоти. Колбу при постійному перемішуванні занурюють у киплячу водяну баню і збовтують протягом 3 хв (за секундоміром). Нагрівання в бані продовжують ще 12 хв. Після 15хв з моменту занурення в баню колбу виймають, вливають циліндром 40см³ холодної дистильованої води і швидко охолоджують під краном до 20 °С.

Для осадження білків та просвітлення розчину в колбу додають циліндром реактиви-осаджувачі: по 2 см³ реактиву Карреза I та II чи 5 см³ 4-відсоткового розчину фосфорно-вольфрамової кислоти або 6см³ розчину молібдату амонію. Через 5хв вміст колби доводять дистильованою водою до мітки, збовтують і фільтрують через складчастий фільтр. Перші порції фільтрату (до 10 см³) не використовують. Прозорим фільтратом з температурою 20°С наповнюють поляриметричну трубку завдовжки 200мм і вимірюють поляризацію на цукрометрі, одержують показання поляриметра П₁.

Паралельно проводять контрольний дослід для внесення поправки на оптично активні водорозчинні речовини, які не осаджуються реактивами-осаджувачами і які містяться в розчині (переважно вуглеводи).

Контрольний дослід

Відважують 10 г картопляної кашки, переносять її в мірну колбу місткістю 100 см³, додають циліндром 70 см³ води і при частому збовтуванні витримують протягом 40 хв. Потім змивають верхню частину колби 10 см³ дистильованої води, просвітлюють реактивом-просвітлювачем, який використовують в основному досліді. Додають 5мл 10 %-го розчину таніну, 5мл ацетату свинцю, збовтують протягом 5хв, доводять вміст колби до мітки дистильованою водою, перемішують і фільтрують. Відбирають піпеткою 50 см³ фільтрату, переносять у мірну колбу на 100 см³, додають 2 см³ 25 % -го розчину НС1, витримують 15хв у киплячій водяній бані, охолоджують до 20 °С, поляризують в трубці завдовжки 200 мм на цукрометрі. Одержують показання поляриметра П₂.

Масову частку крохмалю обчислюють за формулою

$$Kp = \frac{(P_1 - P_2) * 0,3462 * 100 * 100 * 100}{[\alpha]_d^{20} mL(100 - W)}, \quad (6.5)$$

де Кр — масова частка крохмалю, % до маси сухих речовин; П₁ — величина кута обертання площини поляризації, що здійснюється оптично активними речовинами, в основному досліді, °2; П₂ — величина кута обертання площини поляризації, що здійснюється водорозчинними оптично активними речовинами (не крохмалем), в контрольному досліді, °Z; (П₁-П₂) — величина

кута обертання площини поляризації, що здійснюється розчинним крохмалем наважки, °Z; m — маса продукту, взята для аналізу, 5г; L — довжина поляриметричної кювети, 2 дм; $[\alpha]_d^{20}$ — питома обертальна здатність крохмалю картоплі у дугових градусах; W — масова частка вологи в картоплі, %; 0,3462 — коефіцієнт переходу від дугових градусів до градусів цукрової шкали.

При взятій для аналізу наважці масою $m=5$ г і довжині поляриметричної кювети 2 дм формула набуває вигляду:

$$Kp = \frac{(P_1 - P_2)F * 100}{100 - W}, \quad (6.6)$$

де F — коефіцієнт Еверса, що дорівнює $1000 * 0,3462 / [\alpha]_d^{20}$.

Під час розрахунку масової частки крохмалю користуються табл. 1, в якій наведені величини питомої обертальної здатності $[\alpha]^{20}$ і коефіцієнта Еверса (F) для основних видів крохмалю.

Таблиця 1— Величини питомої обертальної здатності $[\alpha]^{20}$ і коефіцієнта Еверса (F) для основних видів крохмалю.

Крохмаль	$[\alpha]_d^{20}$	F
Рисовий	185,9	1,886
Пшеничний	182,7	1,898
Кукурудзяний	184,6	1,879
Картопляний	194,5	1,775
Житній	184,0	1,885
Ячмінний	181,5	1,912
Вівсяний	181,3	1,914

Приклад. Для аналізу взято наважку картопляної кашки 5 г.

Показання шкали цукрометра:

досліджуваний розчин 9,0; 9,5; 9,65; 9,55; 9,55; середнє — 9,55 °Z;

контрольний розчин 0,15; 0,10; 0,15; 0,10; середнє — 0,125 °Z.

Масова частка вологи в картоплі становить 75 %. Масова частка крохмалю в картоплі, % до маси

$$Kp = (9,55 - 0,125)1,775 = 16,74.$$

Масова частка крохмалю в картоплі, % на 100 СР:

$$Kp = \frac{(9,55 - 0,125)1,775 * 100}{100 - 75} = 66,9.$$

2.4. Визначення масової частки крохмалю в кукурудзяному зерні методом Архиповича

Прилади, лабораторний посуд, реактиви

Цукрометр, поляриметричні кювети завдовжки 400 мм, технічні ваги, водяна баня, мірна колба місткістю 200 см³, фільтрувальний папір, концентрована соляна кислота, суха фосфорно-вольфрамова кислота, сухе активне вугілля.

Хід визначення

Наважку подрібненої кукурудзи 15г (14,48 — нормальна наважка) зважують на технічних вагах і переводять дистильованою водою в колбу на 200 см³. Додають 45 см³ соляної кислоти з відносною густиною 1,19 (що відповідає

одержанню 10-відсоткового розчину кислоти в об'ємі 200 см³), в колбу додають приблизно до 180 см³ води й поміщають у киплячу водяну баню на 25 хв.

Після гідролізу колбу швидко охолоджують під краном до 20°C, доливають водою до мітки, перемішують, фільтрують. Фільтрат просвітлюють 0,3 г сухої фосфорно-вольфрамової кислоти і 0,25 г сухого активного вугілля протягом 5хв, знову фільтрують. Фільтрат поляризують у поляриметричній кюветі завдовжки 400мм. Одержують показання поляриметра П₁.

Паралельно проводять контрольний дослід для внесення поправки на розчинні вуглеводи.

Контрольний дослід. Відважують 15 г подрібненого зерна, переводять у колбу на 200 см³, додають 19 см³ 1 н. НСІ (для інактивації амілолітичних ферментів), вміст колби доводять до об'єму 180-190 см³ водою.

При частому збовтуванні колбу залишають на 20хв, вміст колби доводять дистильованою водою до мітки, перемішують, фільтрують. Відбирають 100 см³ фільтрату, переносять у колбу на 200 см³, додають 45 см³ НСІ з відносною густиною 1,19, доводять об'єм колби до 180 см³. Колбу поміщають у киплячу водяну баню на 25 хв. Після гідролізу колбу охолоджують до 20 °С, доводять водою до мітки, просвітлюють 0,3 г сухої фосфорно-вольфрамової кислоти і 0,25г сухого активного вугілля перемішують, фільтрують, поляризують у поляриметричній кюветі завдовжки 400 мм. Одержують показання поляриметра П₂. Результат перераховують на наважку продукту, взяту під час визначення прямої поляризації за формулою

$$P_3 = \frac{2P_2H}{H_1}, \quad (6.7)$$

де P₂ — показання цукрометра при останній поляризації; H, H₁ — наважки під час визначення відповідно прямої поляризації (15г) і поправки на розчинні вуглеводи (15 г); 2 — коефіцієнт, що враховує розбавлення проби.

Знайдену поправку P₃ віднімають від поляризації П₁ по прямому гідролізу:

$$P = P_1 - P_3, \quad (6.8)$$

Масову частку крохмалю у відсотках визначають за формулою

$$Kp = \frac{0,2896P * 100}{H} = 1,9307P, \quad (6.9)$$

де P=P₁-P₃, °Z; H — наважка продукту, г (15); 0,2896 — коефіцієнт переводу на нормальну наважку.

Приклад: Для аналізу взято наважку кукурудзяної кашки 15 г.

Показання шкали цукрометра:

досліджуваний розчин 33,0; 33,5; 33,6; 33,2; середнє — 33,32 °2;

контрольний розчин **0,11**; 0,12; 0,13; 0,11; середнє — 0,117 °2.

Масова частка крохмалю в кукурудзі, %:

$$Kp = 1,9307(33,32 - 0,117) = 64,1.$$

3. Питання для самоперевірки

1. На якому принципі ґрунтується вимірювання масової частки цукрози

в розчині поляриметричним методом?

2. Яким чином виконано градуювання шкали цукрометра?

3. Які основні методи визначення масової частки крохмалю в продуктах?

4. Що називають коефіцієнтом Еверса?

5. Наведіть методу визначення масової частки крохмалю в кукурудзі за Архиповичем.

4. Література

1. Гельфанд С.Ю. Основы управления качеством продукции и технохимический контроль консервного производства / С.Ю. Гельфанд, З.В. Дьяконова, Т.И. Медведева. — М.: Агропромиздат, 1987.

Лабораторна робота №7 ВИЗНАЧЕННЯ РЕДУКУВАЛЬНИХ ЦУКРІВ ХІМІЧНИМИ МЕТОДАМИ

Мета: вивчити хімічні методи визначення редукувальних цукрів в сировині і продуктах харчування.

Прилади і матеріали: продовольча сировина; конічні колби, піпетки, мірний циліндр, 0,0333 н. розчин йоду, 1 н. розчин НС1, 0,0333 н. розчин тіосульфату натрію, 0,5-відсотковий розчин крохмалю; рефрактометр, 0,1 н. розчин йоду, 0,1 н. розчин гідроксиду натрію, 0,1 н. розчин сірчаної кислоти.

1. Основні положення

Хімічні методи ґрунтуються на здатності моноцукрів і деяких складніших цукрів, які містять в молекулі вільну альдегідну або кетонну групу, окиснюватись оксидами важких металів. Під редукувальними цукрами зазвичай розуміють так званий інвертний цукор як суміш однакових кількостей глюкози і фруктози. Редукувальними речовинами є сума редукувальних цукрів та інших сполук, що також мають відновну здатність відносно реагентів, що використовуються для кількісного визначення редукувальних цукрів. Якщо аналізований продукт містить багато нерозчинних речовин (наприклад, рослинні матеріали, що містять клітинну тканину), то цукри потрібно спочатку екстрагувати за допомогою відповідного розчинника. Вода не завжди може задовольнити ці вимоги, оскільки при понижених температурах відбувається вплив ензимів на цукри. Застосування ж гарячої води інколи є ненадійним під час роботи з носіями крохмалю та інших (розчинних) поліцукридів. Екстракцію цукрів із зерна та подібної сировини доцільно проводити 50-відсотковим водним розчином етилового спирту (такі розчини інгібують вплив ензимів).

Кількісне визначення крохмалю, декстринів та інших поліцукридів в екстрактах сировини та харчових продуктів проводять кислотним їх гідролізом з визначенням масової частки редукувальних цукрів і наступним перерахунком на відповідні поліцукриди.

Екстракти з сировини рослинного та тваринного походження з великою масовою часткою білкових, інших азотистих речовин, барвних сполук та інших

потрібно додатково очищати видаленням (осадженням) цих домішок, оскільки вони можуть вносити суттєві похибки в результати аналізу. Попереднє очищення екстрактів та розчинів відповідних продуктів проводять найчастіше нейтральним розчином ацетату свинцю. Після осадження органічних нецукрів і їх видалення надлишок свинцю із розчину видаляють карбонатом натрію.

Хімічні методи кількісного визначення цукрів ґрунтуються на наявності в цукрах карбонільних груп, які можуть окиснюватись у лужному середовищі різними реагентами: оксидами важких металів, наприклад, міді, червоною кров'яною сіллю та йодом. Реагенти окиснюють цукор, при цьому відновлюються. Серед цих методів найбільш поширеними є модифікації, що ґрунтуються на окисній дії міднолужних реактивів (Фелінг, Офнер, Мюллер). Відомі також методи визначення альдоз, що ґрунтуються на окисній дії йоду (Вільштеттер та Шудль).

Якщо аналізований продукт містить багато нерозчинних речовин (наприклад, рослинні матеріали, що містять клітинну тканину), то цукри потрібно спочатку екстрагувати за допомогою відповідного розчинника. Вода не завжди може задовольнити ці вимоги, оскільки при понижених температурах відбувається вплив ензимів на цукри. Застосування ж гарячої води інколи є ненадійним під час роботи з носіями крохмалю та інших (розчинних) поліцукридів. Екстракцію цукрів із зерна та подібної сировини доцільно проводити 50 % -м водним розчином етилового спирту (такі розчини інгібують вплив ензимів).

2.Порядок виконання роботи

2.1. Визначення масової частки редукувальних цукрів у цукрі-піску методом Офнера

Прилади, лабораторний посуд, реактиви

Конічні колби на 300 см³, піпетка на 50 см³, мірний циліндр на 25 см³, бюретка на 25 см³, мірна колба на 200 см³, 0,0333 н. розчин йоду, 1 н. розчин НС1, 0,0333 н. розчин тіосульфату натрію, 0,5-відсотковий розчин крохмалю.

Хід визначення

Готують водний розчин цукру-піску, в 50 см³ якого не повинно бути більше 25 мг інвертного цукру. Для цього 100 г цукру-піску розчиняють у дистильованій воді, переводять у колбу на 200 см³, доводять до риски водою і перемішують.

Робочий дослід. У конічну колбу на 300 см³ переводять піпетками по 50 см³ приготовленого розчину цукру-піску та реактиву Офнера і додають трохи тальку. Вміст колби доводять протягом 4-5хв до кипіння, нагріваючи колбу над полум'ям на азбестовому картоні з круглим отвором діаметром 6,5 см (закритим металевією сіткою). Помірне кипіння підтримують 5хв (точно), після цього колбу закривають маленькою склянкою і охолоджують до кімнатної температури в проточній холодній воді протягом 10хв, не збовтуючи її вміст, щоб уникнути небажаних втрат закису міді за рахунок контакту з киснем повітря.

Після кип'ятіння в розчині повинен залишатись деякий надлишок

двовалентної міді, що не вступила в реакцію відновлення, при цьому розчин повинен мати синє або синьо-зелене забарвлення. Якщо ж вся мідь реактиву Офнера вступила в реакцію, розчин має жовте або червоне забарвлення (це значить, що цукор-пісок має високий вміст редукувальних цукрів), то аналіз треба повторити, взявши, наприклад, тільки 10 см^3 приготовленого розчину і 40 см^3 води.

До охолодженого вмісту конічної колби мірним циліндром обережно по стінках колби наливають 15 см^3 1 н. розчину HCl (для розчинення осаду Cu_2O) і зразу ж додають з бюретки $20\text{-}40 \text{ см}^3$ (залежно від кількості редукувальних цукрів) $0,0333$ н. розчину йоду, щоб йод був у залишку. Розчин йоду потрібно додавати відразу ж, бо оксид міді (I) може частково окиснитись киснем повітря. Після цього колбу закривають пробкою і залишають на 2хв, періодично обережно перемішуючи її вміст. Рівно через 2хв надлишок йоду в колбі відтитрують $0,0333$ н. розчином тіосульфату натрію. В кінці титрування, коли розчин стане світло-жовтим, в нього додають 5 см^3 $0,5\text{-}$ відсоткового розчину крохмалю (як індикатор) і титрують до знебарвлення розчину.

Холодний дослід. В конічній колбі на 300 см^3 змішують по 50 см^3 приготовленого розчину цукру-піску та реактиву Офнера і залишають при кімнатній температурі 10хв, підкислюють суміш 1 н. розчином HCl і далі ведуть аналіз за прописом робочого дослід. Проведення такого холодного дослід дає можливість якоюсь мірою виключити вплив присутніх у досліджуваній пробі редукувальних нецукрів (які при кімнатній температурі можуть частково відновлювати мідь до Cu_2O) на результати визначення масової частки інвертного цукру.

Аналіз одержаних результатів

Від витрат $0,0333$ н. розчину йоду на робочий дослід віднімають витрати його на холодний і холостий досліди, а також поправку на редукувальну здатність цукрози ($0,1 \text{ см}^3$ розчину йоду на 1 г цукрози у сфері реакції. Ця поправка, що враховує редукувальну здатність цукрози, в 10^4 разів слабша в порівнянні з редукувальною здатністю інвертного цукру і в $10\text{-}20$ разів менша, ніж у разі застосування методу Лейна—Ейнона). Відкоректовані таким чином витрати $0,0333$ н. розчину йоду в кубічних сантиметрах відповідають кількості міліграм інвертного цукру у досліджуваній пробі.

Розрахуємо витрати $0,0333$ н. розчину йоду на:

1) робочий дослід:

$$A = (V_{11}f_1 - V_{11}f_T) = (25,0 * 1,031 - 12,51 * 1,025) = 12,90 \text{ см}^3;$$

2) холодний дослід:

$$B = (V_{12}f_1 - V_{12}f_T) = (25,01 * 1,031 - 24,72 * 1,029) = 0,34 \text{ см}^3;$$

3) холостий дослід:

$$C = (V_{13}f_1 - V_{13}f_T) = (25,0 * 1,031 - 25,0 * 1,029) = 0,05 \text{ см}^3;$$

4) поправку на редукувальну здатність цукрози:

$$D = \text{Ц}_r * 0,1 = 25,0 * 0,1 = 2,5 \text{ см}^3.$$

Тепер підрахуємо величину масової частки редукувальних цукрів у цукрі-піску (в еквівалентах інвертного цукру) у відсотках:

$$PP = \frac{0,01(A - B - C - D)100}{H} = \frac{0,1(12,90 - 0,34 - 0,05 - 2,50)}{25} = \frac{0,1 * 10,01}{25} = 0,04,$$

де V_1 і V_2 — витрати розчинів йоду і тіосульфату натрію у різних дослідах; f_1 і f_2 — поправкові коефіцієнти розчинів йоду та тіосульфату натрію для переведення їх в 0,0333 н.; C_r — кількість грамів цукрози у сфері реакції; H — наважка в г даного продукту (цукру-піску) у сфері реакції.

Таким чином, визначена методом Офнера масова частка редукувальних цукрів в цукрі-піску становить 0,04%, тобто не виходить за межі норм діючого стандарту.

2.2. Визначення масової частки редукувальних речовин у крохмальній патоці методом Вільштеттера та Шудля

Прилади, лабораторний посуд, реактиви

Рефрактометр, мірні колби на 500 см³, піпетки на 10 та 25 см³, конічні колби на 200-250 см³, 0,1 н. розчин йоду, 0,1 н. розчин гідроксиду натрію, 0,1 н. розчин сірчаної кислоти, 0,1 н. розчин тіосульфату натрію.

Хід визначення

Крохмальну патоку розбавляють водою до концентрації приблизно 15-20 % сухих речовин за рефрактометром. У мірну колбу на 500 см³ відмірюють піпеткою 25 см³ отриманого розчину та доливають до мітки водою. Розчин у колбі перемішують. Відбирають піпеткою 10 см³ цього розчину (який містить не більше 0,1 г глюкози) в конічну колбу на 200-250 см³, додають 25 см³ 0,1 н. розчину йоду та краплями (при перемішуванні) 35 см³ 0,1 н. розчину NaOH.

Колбу закривають пробкою та ставлять у темне місце на 15 хв, після цього додають для підкислення 35 см³ 0,1 н. розчину сірчаної кислоти. Йод, що виділився, титрують 0,1 н. розчином тіосульфату натрію до світло-жовтого забарвлення. Потім додають кілька крапель розчину крохмалю як індикатор і повільно при помішуванні титрують до зникнення синього забарвлення розчину. 1 см³ 0,1 н. розчину йоду відповідає 0,009005 г глюкози (для розрахунків беруть 0,009 г). Масову частку сухих речовин CP в 10 мл вихідного розчину, що взяли на титрування, знаходять за формулою

$$CP = \frac{25CP_0 * d * 10}{100 * 500} = \frac{CP_0 * d}{200}, \quad (7.1.)$$

де CP — концентрація сухих речовин в 10 мл розчину, взятого на титрування; CP_0 — концентрація вихідного розчину (сухі речовини за рефрактометром при $t=20$ °C); d — відносна густина вихідного розчину, г/см³. В 10 см³ розчину, що взяли на титрування, міститься глюкози:

$$G_{gl} = 0,009005(V_1 - V_2), \quad (7.2.)$$

де 0,009005 — титр 0,1 н. йоду по глюкозі; V_1 — об'єм 0,1 н. йоду, взятого на реакцію окиснення, 25 см³; V_2 — об'єм 0,1 н. тіосульфату, що пішов на титрування надлишку йоду, см³.

Масову частку глюкози в сухих речовинах у відсотках (чистота продукту) розраховують за формулою

$$C = \frac{G_l * 100}{CP} = \frac{0,009005(V_1 - V_2)200 * 100}{CP_0 * d} = \frac{180,1(V_1 - V_2)}{CP_0 * d}, \quad (7.3.)$$

3. Питання для самоперевірки

1. Які особливості підготовки проб сировини та харчових продуктів для кількісного визначення в них редукувальних речовин (РР)?
2. Наукові принципи використання реактивів Фелінга, Офнера та Мюллера в сучасних міднометричних методах.
3. Особливості методу Офнера (для визначення РР у цукрі-піску).
4. У чому полягає суть методу Вільштеттера та Шудля?

4. Література

1. Лурье И.С. Руководство по теххимическому контролю в кондитерской промышленности./ И.С. Лурье. — М.: Пищ. пром.-ть, 1978. — 328 с.

Лабораторна робота №8 ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ КЛІТКОВИНИ ТА ПЕКТИНОВИХ РЕЧОВИН

Мета: вивчити методи визначення масової частки клітковини та пектинових речовин

Прилади і матеріали: продовольча сировина; технічні ваги, водяна баня, лійка Бюхнера, центрифуга, газовий пальник, установка для проведення солянокислої дистиляції, перегінна колба на 500 см³, фільтрувальний папір, мірні колби на 250 см³, беззольний фільтр, конічні колби на 300 см³, концентрована соляна кислота, $KAl(SO_4)_2$, 1 н. NaOH, 12 % -а HCl, оцтовокислий анілін, 0,1 н. розчин бромної суміші, розчин KI (10 г в 100 мл), 0,1 н. розчин тіосульфату Na, 0,5 %-й розчин крохмалю.

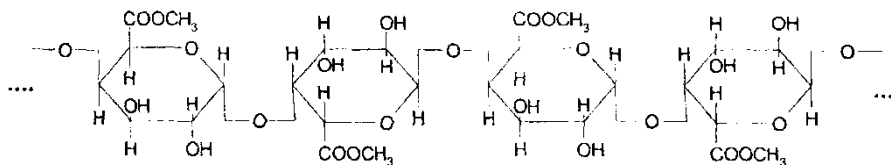
1. Основні положення

Серед усіх органічних речовин найбільш поширеною в природі є клітковина, що являє собою високомолекулярний поліцукрид, який складається із залишків (β-d-глюкози, з'єднаних глюкозидними зв'язками по першому та четвертому вуглецевих атомах. Клітковина — це стійка сполука, дуже важко піддається впливу навіть концентрованих розчинів кислот та лугів.

Пектинові речовини дуже поширені в рослинному світі. Особливо багато пектинових речовин в буряках, льону, яблуках. Пектинові речовини входять до складу рослин у виді нерозчинного протопектину, який може переходити в розчинну форму під дією температури, кислот і лугів. Пектинові речовини належать до поліцукридів, які під час гідролізу утворюють галактуронову кислоту. Згідно з класифікацією Г. Маєра та Г. Марка до пектинових речовин належать лише полігалактуронова кислота та її ефіри. Раніше вважали, що до складу пектинових речовин входять також арабан, арабіноза, галактоза, тетрагалактуронові кислоти. За уточненими даними арабан належить до геміцелюлоз і вважається супутником пектинових речовин.

Основою будови пектинових речовин є ланцюг із залишків D-галактуронової кислоти, сполучених α-1,4-зв'язками. Карбоксильні групи цих залишків можуть бути повністю або частково етерифіковані метиловим

спиртом або атоми водню в них можуть бути заміщені катіонами однієї чи кількох основ. Отже, основою пектинових речовин є лише полігалактуронова кислота.



2. Порядок виконання роботи

2.1. Метод визначення масової частки клітковини за Кюршнером та Ганеком

Метод визначення масової частки клітковини за Кюршнером та Ганеком може бути рекомендований як універсальний. Суть методу полягає в окисненні, розкладі та розчиненні різних хімічних сполук, які входять до складу аналізованого продукту, сумішшю оцтової та азотної кислот. При цьому клітковина практично не розчиняється, відфільтровується та зважується.

Техніка визначення. 1 г подрібненого продукту, зваженого з точністю до 0,0002 г переносять у колбу на 120 см³, додають 40 см³ суміші кислот (3,6 см³ азотної кислоти густиною 1,4 та 36,4 см³ 80 % -го розчину оцтової кислоти), закривають колбу пробкою із зворотним холодильником та нагрівають на піщаній бані 1 годину. Вміст колби в гарячому стані фільтрують через скляний фільтр № 2, попередньо висушений до сталої маси при t=105-108 °С та зважений, або тигель Гуча з азбестовим фільтром (для приготування фільтрів азбест кип'ятять у суміші азотної та оцтової кислот (1:10), а потім промивають водою).

Осад після відсмоктування екстракту промивають 1-2 рази гарячим 0,2 н. спиртовим розчином гідроксиду Na, а потім кілька разів невеликими порціями дистильованої води. Після цього осад промивають 10 см³ суміші спирту з ефіром. Тиглі з чистим білим осадом висушують до сталої маси при t=100-105 °С, охолоджують в ексікаторі та зважують.

2.2. Метод визначення масову частку пектинових речовин у буряку

Прилади, лабораторний посуд, реактиви

Технічні ваги, водяна баня, лійка Бюхнера, центрифуга, газовий пальник, установка для проведення солянокислої дистиляції, перегінна колба на 500 см³, фільтрувальний папір, мірні колби на 250 см³, беззольний фільтр, конічні колби на 300 см³, концентрована соляна кислота, KAl(SO₄)₂, 1 н. NaOH, 12 % -а HCl, оцтовокислий анілін, 0,1 н. розчин бромної суміші, розчин KI (10 г в 100 мл), 0,1 н. розчин тіосульфату Na, 0,5 %-й розчин крохмалю.

Методика отримання дифузійного соку обробленням бурякової стружки водою з рН=3, 4, 5, 6, 7, 8, 9.

Зважують 400 г бурякової стружки, до якої додають доведену до необхідного значення рН та попередньо підігріту до 75-78 °С воду. Таку температуру підтримують в усій масі стружки протягом 1 год, після чого стружку віджимають від соку та в фільтраті визначають пектинові речовини.

Методика отримання дифузійного соку за різних температурних умов

Зважують 400 г бурякової стружки, додають 600 мл води з рН=6,5, попередньо нагрітої до однієї з температур: 70, 80, 90 °С та витримують температуру всієї маси в зазначених межах протягом 1 год, після чого стружку відділяють від соку і визначають у фільтраті масову частку пектинових речовин.

Хід визначення масової частки пектинових речовин

У склянку з 20 мл дифузійного соку додають 2 краплі концентрованої соляної кислоти та 1,5г $KAl(SO_4)_2$, нагрівають до температури 40 °С, переводять у чашку для титрування та поступово титрують 1 н. розчином NaOH до рН=4,5 (6-7 мл). Студенистий осад пектату алюмінію відокремлюють за допомогою лійки Бюхнера (через беззольний фільтр), кілька разів промивають водою, підігрітою до температури 60 °С під розрідженням близько 400 мм рт. ст. (колбу обов'язково обгорнути рушником). Осад можна відокремити за допомогою центрифуги при 1000 хв'. Промитий осад разом з фільтром вміщують у колбу на 500 мл, заливають 100 мл 12 відсоткової HCl та ведуть солянокислу дистиляцію.

Для цього колбу нагрівають на газовому пальнику (з азбестовою сіткою) спочатку повільно, щоб запобігти перекиданню проби в приймальну колбу. Для збереження постійних умов відгонки після відгону 30 мл дистиляту через лійку поповнюють об'єм у колбі 30 мл 12-відсоткової HCl.

Кислоту вливають поступово, щоб не припиняти кипіння. Пари фурфуролу та кислоти, конденсуючись, збираються в приймальній колбі. Швидкість відгонки — 30 мл дистиляту за 10 хв. Всього 6-7 погонів, тобто 180-210 мл. Кожну порцію погону зливають у мірну колбу на 250 мл з притертою пробкою.

Закінчення процесу відгонки визначають за реакцією з оцтовокислим аніліном (суміш: анілін+вода (1:1) + концентрована оцтова кислота до прозорості). На фільтрувальний папір наносять краплю погону і поруч з нею краплю оцтовокислого аніліну та трохи підігрівають. Якщо в місці контакту плям від нанесених на папір крапель відсутнє червоне забарвлення, то відгонки закінчують (відсутність фурфуролу). Після закінчення відгонки вміст мірної колби доводять до мітки 12 відсотковим розчином HCl, перемішують та відбирають 100 мл дистиляту в конічну колбу на 300 см³. Одночасно проводять глухий дослід. Для цього в конічну колбу на 300 см³ вносять 100 мл розчину 12 відсоткової HCl. В обидві конічні колби на 300 см³ додають по 25 мл 0,1 н. бромної суміші (2,782 г $KBrO_3$ та 11,6828 г KBr в 1 л), щільно закривають пробкою та залишають для бромовання на 1 год в темному місці. При цьому Br_2 , що виділяється під дією соляної кислоти з бромної суміші, приєднується до фурфуролу. Через 1 год в колби додають по 10 мл розчину KI, при цьому бром витісняє йод. Йод, що виділився, титрують 0,1 н. тіосульфатом Na у присутності крохмалю.

Різниця між результатами титрування у глухому та робочому дослідах дає кількість мілілітрів розчину бром, витраченого на приєднання до фурфуролу, який утворився в результаті реакцій.

Обробка результатів

Кількість полігалактуронової кислоти знаходять за формулою

$$П = \frac{0,0024(A - B) * 100 * 100V_0}{n * 22,8V_T}, \quad (8.1)$$

де П — масова частка полігалактуронової кислоти, % до дифузійного соку; 0,0024 — титр тіосульфату Na фурфуролу; А — кількість 0,1 н. тіосульфату Na, що витрачено на глухий дослід, мл; Б — кількість 0,1 н. тіосульфату Na, що витрачено на титрування проби, мл; n — наважка продукту; V₀ — об'єм дистилляту після відгонки (дорівнює 250 мл); V_T — об'єм дистилляту, що відібрано для титрування (дорівнює 100 мл); 22,8 — дійсний вихід фурфуролу з полігалактуронової кислоти.

Молекулярна маса полігалактуронової кислоти — 176, фурфуролу — 96, відповідно теоретичний вихід фурфуролу становитиме, %:

$$\frac{96 * 100}{176} = 54,5.$$

Практичний вихід фурфуролу з арабінози становить 41,8 % до теоретичного. Отже, дійсний вихід фурфуролу з полігалактуронової кислоти становить, %:

$$\frac{54,5 * 41,8}{100} = 22,8.$$

3. Питання для самоперевірки

1. Характеристика пектинових речовин. 3. Які існують методи визначення пектинових речовин?
2. В чому полягає суть методу визначення масової частки пектинових речовин у буряку?
3. Метод визначення масової частки клітковини за Кюршнером та Ганеком?
4. Який вплив рН води, що подається на дифузію, на перехід в дифузійний сік пектинових речовин?

4. Література

1. Соловьева Е.И. Лабораторный контроль консервного, овочесушильного и пищевого концентратного производства. — М.: Пищ. пром.-ть, 1974.

Лабораторна робота №9 ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ АЗОТУ

Мета: вивчити методи визначення масової частки азоту в сировині і харчових продуктах

Прилади і матеріали: продовольча сировина; технічні ваги, водяна баня, лійка Бюхнера, центрифуга, газовий пальник, установка для проведення солянокислої дистиляції, перегінна колба на 500 см³, фільтрувальний папір, мірні колби на 250 см³, беззольний фільтр, конічні колби на 300 см³, концентрована соляна кислота, KAl(SO₄)₂, 1 н. NaOH, 12 % -а HCl, оцтовокислий анілін, 0,1 н. розчин бромної суміші, розчин KJ (10 г в 100 мл), 0,1 н. розчин тіосульфату Na, 0,5-відсотковий розчин крохмалю.

1. Основні положення

Азот входить до складу білків, нуклепротеїдів, фосфопротеїдів та інших сполук рослинної сировини. Білковим азотом багаті сировина і продукти тваринного походження, риба, бобові, зернові культури. Наприклад, в зернових культурах міститься 9-17 % азотистих речовин, з яких 85-95 % припадає на білки; в картоплі міститься 2-3 % азотистих речовин, в тому числі 50 % білків; у цукрових буряках міститься від 1 до 1,2 % азотистих речовин, із них 50-60 % — білки. У продуктах перероблення рослинної сировини азотисті речовини представлені в основному небілковим азотом, головним чином продуктами розкладу білків (пептидами, амінокислотами), а також солями аміаку, азотистими основами, амідами кислот. Так, у мелясі масова частка небілкового азоту становить біля 90 % всіх азотистих речовин. Під час технологічної обробки, зберігання частина білків сировини і продуктів під дією ферментів гідролізується до пептонів, пептидів і амінокислот, що впливають на технологічний процес і на якість готової продукції.

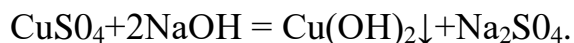
Вміст азоту визначають такими методами:

- *методом К'ельдаля*. Метод ґрунтується на повній мінералізації досліджуваних продуктів концентрованою сірчаною кислотою в присутності каталізаторів (рис. 7.1);

- колориметричне визначення білків *біуретовим методом*. Метод ґрунтується на властивості речовин, що мають пептидні зв'язки (-CO-NH-), в лужному розчині CuSO_4 утворювати мідно-натрієві (калієві) комплексні сполуки, забарвлені в фіолетовий колір (біуретова реакція);

- визначення масової частки білків за *методом Лоурі*. Метод Лоурі ґрунтується на реакції реактиву Фоліна з фенольними радикалами деяких амінокислот, що входять до складу білків, в результаті якої утворюється речовина, що надає синього забарвлення розчину білку. Інтенсивність забарвлення залежить від масової частки білків у розчині;

- визначення масової частки небілкового азоту з попереднім видаленням білків з розчину їх коагуляцією гідратом окису міді, що міститься в *реактиві Беренштейна*:



Додаткову коагулювальну дію на білки здійснює іон тривалентного алюмінію насиченого розчину алюмокалієвих галунів, який додається до розчину й покращує фільтрування. У фільтраті визначають масову частку небілкового азоту за методом К'ельдаля. Кількість білкового азоту розраховують відніманням знайденої кількості небілкового азоту від загальної масової частки азоту в продукті;

- *методом визначення масової частки амінного азоту*. Амінним називається азот, який входить до вільних аміногруп (-NH₂) амінокислот та інших продуктів гідролізу білків;

- методом визначення суми α -амінокислот (*метод "синього числа"*) *Станека і Павласа з модифікацією Кароляна*, Визначення суми α -амінокислот має значення при оцінці технологічної якості цукрових буряків і визначенні

масової частки цукру в мелясі;

- методом визначення масової частки α -амінного азоту за *Вінінгером та Кубадіновим*. Для визначення α -амінного азоту використовують модифікований Вінінгером та Кубадіновим метод Станека і Павласа, який базується на вимірюванні оптичної густини утвореної комплексної сполуки α -амінокислоти з розчином міді;

- *йодометричним методом за Попом і Стівенсом* визначення масової частки азоту амінокислот. Простий і швидкий метод визначення масової частки амінного азоту полягає у здатності амінокислот утворювати розчинні комплексні сполуки з міддю, вміст якої визначають йодометричним способом. Суть методу полягає в тому, що до слаболужного розчину, який вміщує амінокислоти, додають надлишок суспензії фосфорнокислої міді $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2$ в буферному розчині;

2. Порядок виконання роботи

2.1. Визначення загального азоту методом К'ельдаля

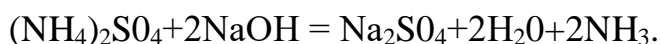
Основним методом визначення азоту в органічних сполуках є метод К'ельдаля. Практично весь азот сировини та продуктів харчових виробництв міститься в азотистих сполуках у виді форм аміаку і заміщеного аміаку. Під час кип'ятіння сполук із сірчаною кислотою утворюється сірчаноокислий амоній $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

Концентрована сірчана кислота віднімає воду, що входить до складу органічних сполук, обуглюючи їх до вуглецю. Далі вуглець окислюється сірчаною кислотою за реакцією



При цьому весь азот азотистих сполук, крім нітратного, зв'язується сірчаною кислотою в $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

Після того, як органічна речовина повністю згорить, залишки її нейтралізують їдким натром до лужної реакції і під час кип'ятіння виділяють аміак:



Аміак, що виділяється, відганяють з водяною парою і зв'язують 0,1 н. H_2SO_4 у приймальній колбі у вигляді сульфату амонію. Надлишок 0,1 н. H_2SO_4 титрують 0,1 н. NaOH і розраховують кількість сірчаної кислоти, яка зв'язала аміак. Титр 0,1 н. H_2SO_4 по азоту відомий: 1 мл 0,1 н. H_2SO_4 зв'язує аміак у кількості, що відповідає 0,0014 г азоту (грам-еквівалент азоту 14 г).

Масову частку загального азоту у відсотках розраховують за формулою

$$N_{\text{заг}} = \frac{0,0014(A - B)100}{n}, \quad (9.1)$$

де 0,0014 — титр 0,1 н. H_2SO_4 по азоту; А — кількість 0,1 н. H_2SO_4 , взятої

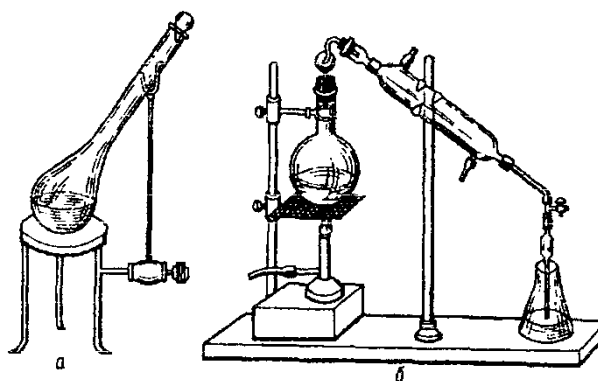


Рис. 9.1 Визначення масової частки азоту за методом К'ельдаля: а — спалювання наважки аналізованого продукту; б — відганяння аміаку

для поглинання аміаку, см^3 ; Б — кількість 0,1 н. NaOH, витраченого на нейтралізацію надлишку кислоти, см^3 ; н — наважка продукту, г.

Наважка продуктів для аналізу повинна вміщувати 15-30 мг азоту. Тверді продукти подрібнюють, сипкі (зерно, солод) попередньо подрібнюють так, щоб помел проходив через сито з отворами діаметром 0,8 мм.

Кількість сірчаної кислоти розраховують виходячи з кількості сухих речовин у наважці (щоб на кожен грам сухої речовини наважки припадало 10 см^3 кислоти). Сірчана кислота має бути хімічно чистою, особливо не повинно бути слідів азотної кислоти. Для кращого спалювання наважки в кислоті рекомендується додавати каталізатор у вигляді порошку CuO (на кінчику ножа) або порошку селену (0,1 г).

Спалювання прискорюють підвищенням температури кипіння суміші за допомогою K_2SO_4 в кількості 1—1,5 г на кожні 10 см^3 сірчаної кислоти. В деяких методиках рекомендується більша кількість K_2SO_4 , але це не раціонально, оскільки надлишкова кількість K_2SO_4 через реакцію



перетворює частину сірчаної кислоти в кислу сіль, змінюючи тим самим кількість кислоти, що бере участь у спалюванні речовини.

Кількість 35 % NaOH для нейтралізації і відганяння аміаку розраховують по 40 см^3 на кожні 10 см^3 взятої сірчаної кислоти.

Кількість 0,1 н. H_2SO_4 , яку потрібно помістити в приймальну колбу, розраховують з урахуванням того, що у вихідній наважці міститься від 15 до 30 мг азоту і 1 см^3 0,1 н. H_2SO_4 відповідає 0,0014 г азоту. Таким чином, у приймальну колбу достатньо взяти 25 см^3 кислоти.

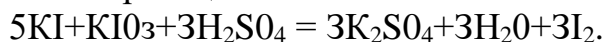
2.2. Мікрометод К'ельдаля з мінералізацією досліджуваних проб

Під час роботи з малими наважками, наприклад 3-5 мг, застосовують видозмінений метод К'ельдаля. Усі перелічені наважки продуктів для визначення масової частки азоту зменшують у десять разів, а кількість H_2SO_4 і K_2SO_4 — у п'ять разів. Такий метод дає змогу збільшити швидкість спалювання майже в два рази. Для спалювання беруть колбу К'ельдаля на 60 або 100 см^3 .

У перегінну колбу на 150 см^3 переливають вміст колби К'ельдаля споліскуючи її водою (приблизно 40 см^3). Після цього закривають пробкою і через лійку вливають 20-25 см^3 13-відсоткового розчину їдкого натру для нейтралізації сірчаної кислоти. Утворення осаду гідроксиду міді — ознака достатньої кількості їдкого натру.

До вливання їдкого натру відвідну трубку холодильника з'єднують з приймачем — конічною колбою на 150 см^3 , в якій міститься 25 см^3 0,01 н. розчину сірчаної кислоти. Аміак переганяють використовуючи водяну пару з пароутворювача (металева посудина, наповнена водою). У перегінну колбу пара надходить по трубці, що майже досягає дна і витягнута на кінці в капіляр діаметром близько 0,5 мм; завдяки цьому пара потрапляє в рідину у вигляді дрібних бульбашок. Для стабілізації конденсації пари перегінну колбу потрібно також злегка підігріти. Відвідна трубка, занурена в кислоту приймальної колби, на початку визначення добре пропарюється. Перед закінченням відганяння

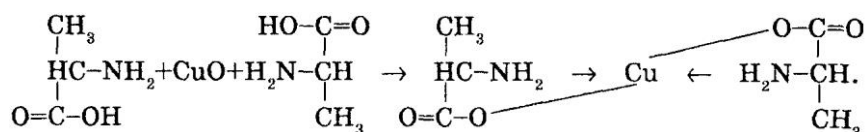
трубку тримають над кислотою в приймачі, отже, всередині трубка промивається відігнаною водою, а ззовні — водою з промивалки. Для визначення надлишку кислоти застосовують йодометричне титрування. З суміші KI, KIO₃ за наявності кислоти виділяється деяка кількість вільного йоду, еквівалентна кількості доданої кислоти за реакцією



Йод, що виділився, титрують 0,01 н. розчином тіосульфату натрію. Різниця між результатами титрування за наявності в колбі аміаку і для "глухого" досліду з 25 см³ 0,01 н. розчину сірчаної кислоти дає кількість кислоти, нейтралізованої аміаком (1 см³ 0,01 н. розчину кислоти відповідає 0,00014 г азоту).

2.3. Визначення масової частки азоту амінокислот йодометричним методом за Попом і Стівенсом

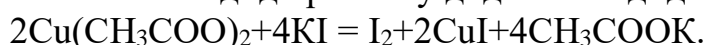
Метод визначення масової частки амінного азоту полягає у здатності амінокислот утворювати розчинні комплексні сполуки з міддю, вміст якої визначають йодометричним способом. Суть методу полягає в тому, що до слаболужного розчину, який вміщує амінокислоти, додають надлишок суспензії фосфорнокислої міді Cu₃(PO₄)₂ в буферному розчині. В цій суспензії вся мідь перебуває у твердій фазі у вигляді нерозчинного фосфату міді. Під час реакції з амінокислотою утворюється розчинна комплексна мідна сіль амінокислоти типу



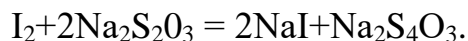
В результаті реакції в розчині з'являється мідь у кількості, еквівалентній масовій частці амінокислот.

Надлишок фосфату міді відділяють фільтруванням. До фільтрату додають оцтову кислоту, що відокремлює мідь від комплексної сполуки й перетворює на ацетат міді.

Для визначення кількості міді до розчину додають йодид калію:



В результаті реакції виділяється йод у кількості, еквівалентній кількості міді і відповідно кількості азоту амінокислот, який титрують розчином тіосульфату натрію.



Один атом міді реагує з двома молекулами амінокислот, тому 1 мл 0,01 н. розчину тіосульфату натрію відповідає 0,28 мг амінного азоту.

3. Питання для самоперевірки

1. Яка масова частка азотистих речовин у рослинній сировині?
2. Суть способу визначення загального азоту за К'ельдалем.
3. Методика визначення азоту амінокислот йодометричним методом.

4. Література

1. Журравская Н.К. Исследование и контроль качества мяса и мясопродуктов. — М.: Агропромиздат, 1985.

Лабораторна робота №10 ВИЗНАЧЕННЯ РЕАКЦІЇ СЕРЕДОВИЩА, ЗАГАЛЬНОЇ І АКТИВНОЇ КИСЛОТНОСТІ ТА ЛУЖНОСТІ

Мета: вивчити методи визначення реакції середовища, загальної і активної кислотності.

Прилади і матеріали: Ваги, конічні колби місткістю 100—150 та 300—500 см³, мірний циліндр, мірна колба місткістю 250 см³, піпетка місткістю 25 см³, 0,1 н. розчин гідроксиду натрію, індикатор фенолфталеїн; іономір EB-74.

1. Основні положення

Технологічні процеси харчових виробництв ґрунтуються на хімічних, фізико-хімічних, мікробіологічних процесах. Кінетика цих процесів значною мірою визначається вмістом кислоти чи лугу в продукті.

Всі технологічні процеси харчових виробництв проводяться при певній реакції середовища.

Технологія харчових виробництв ґрунтується на біохімічних процесах, що проходять за участю ферментів. Кожен фермент виявляє максимальну дію при певній реакції середовища. Зважаючи на важливість знання реакції середовища та концентрації кислоти чи лугу в контролі харчових виробництв та проведення технологічних процесів у оптимальних умовах, лабораторії постійно визначають концентрації кислоти чи лугу на окремих станціях харчових виробництв.

Для кількісної характеристики реакції середовища використовують поняття загальної та активної кислотності чи лужності. Загальна кислотність або лужність називається ще титрованою і є концентрацією кислоти або лугу у відсотках від маси продукту, г-молях у літрі продукту.

Активна кислотність або лужність є лише часткою загальної кислотності або лужності, визначається концентрацією іонів H^+ чи OH^- і характеризується величиною рН. Концентрація H^+ чи OH^- іонів залежить від ступеня дисоціації кислоти або лугу. Величини загальної і активної кислотності чи лужності можуть збігатися лише для дуже розбавлених розчинів сильних кислот або лугів.

Якісне визначення реакції середовища здійснюють у тому разі, якщо немає потреби в кількісному визначенні концентрації лугу або кислоти в продукті чи реакція середовища невідома.

Метод визначення реакції середовища ґрунтується на використанні хімічних сполук — індикаторів, у присутності яких залежно від реакції середовища розчин забарвлюється в певний колір. При зміні реакції середовища колір розчину в присутності індикатора буде змінюватися відповідно до властивостей індикатора (табл. 1).

Таблиця 1

Індикатори, що використовуються в контролі харчових виробництв

Назва індикатора	Інтервал рН зміни кольору	Колір у середовищі	
		кислому	лужному
Бромфеноловий синій	2,8-4,6	Жовтий	Синій
Метилловий оранжевий	3,1-4,4	Жовтий	Оранжевий
Бромкрезоловий зелений	3,8-5,4	Жовтий	Синій
Метилловий червоний	4,4-6,2	Червоний	Жовтий
Бромтимоловий синій	6,0-7,6	Жовтий	Синій
Лакмус	6,0-8,0	Червоний	Синій
Феноловий червоний	6,4-8,2	Жовтий	Червоний
Крезоловий червоний	7,2-8,8	Жовтий	Червоний
Тимоловий синій	8,0-9,6	Жовтий	Синій
Фенолфталеїн	8,2-10,0	Безбарвний	Червоний
Тимолфталеїн	9,3-10,5	Безбарвний	Синій
Змішаний індикатор (суміш метилового червоного і бромкрезолового зеленого)	3,8-6,3	Червоний	Зелений

2. Порядок виконання роботи

2.1. Визначення кислотності борошна за бовтанкою

Відбір проби

З кожної окремої партії борошна відбирають середню пробу для аналізу відповідно до вимог стандарту. З загальної проби, яку відбирають за нормами відбору проб сипких матеріалів, виділяють пробу масою 500 г.

Хід визначення

Наважку борошна 5 г, зважену з точністю до 0,01 г, переносять у суху конічну колбу місткістю 100-150 см³ і додають 50 см³ дистильованої води. Вміст колби перемішують до зникнення грудочок борошна і додають три краплі фенолфталеїну, а для житнього борошна п'ять крапель. Бовтанку титрують 0,1 н. розчином гідроксиду натрію до появи рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 20-30 с. Після зникнення забарвлення протягом зазначеного часу додають ще три-чотири краплі фенолфталеїну. Поява рожевого забарвлення свідчить про закінчення титрування. Кислотність К борошна, град., визначають за формулою

$$K = \frac{A \cdot 100}{m \cdot 10}$$

(10.1)

де A — кількість 0,1 н. розчину гідроксиду натрію, витраченого на титрування, см^3 ; m — маса наважки борошна, г; $1/10$ — коефіцієнт перерахунку 0,1 н. розчину гідроксиду натрію на 1,0 н.

2.2. Визначення кислотності борошна за водяним екстрактом

Наважку борошна 25 г, зважену з точністю до 0,01 г, поміщають у конічну колбу місткістю 300-500 см^3 , доливають з мірної колби 250 см^3 дистильованої води, ретельно перемішують і залишають на 2 год для екстракції розчинних у воді речовин. Потім фільтрують у суху колбу і з одержаного фільтрату шпетною відбирають 25 см^3 у конічну колбу місткістю 100 см^3 , додають три—чотири краплі фенолфталеїну і титрують 0,1 н. розчином гідроксиду натрію.

Кислотність K борошна, град., визначають за формулою

$$K = \frac{A \cdot 100}{10a}, \quad (10.2)$$

де A — кількість 0,1 н. розчину гідроксиду натрію, витрачена на титрування 25 см^3

$$K = \frac{A_1 \cdot 100}{10a} \quad \text{фільтрату, } \text{см}^3;$$

$$a = \frac{m \cdot 25}{A}$$

, (10.3)

де m — маса наважки борошна, г; a — маса борошна, що відповідає 25 см^3 фільтрату, г; A — кількість води, взятої для екстракції, см^3 .

Приклад. На титрування 25 см^3 фільтрату, одержаного з наважки 25 г пшеничного борошна першого сорту у 250 см^3 води, витрачено 1,0 см^3 0,1 н. розчину

2.3. Електрометричний метод визначення рН на іономірі ЕВ-74

$$K = \frac{1,0 \cdot 100 \cdot 250}{10 \cdot 25 \cdot 25} = 4$$

Робота рН-метра базується на перетворенні ЕРС електродної системи, що складається з вимірювального та допоміжного електродів, на постійний струм, сила якого пропорційна вимірюваній величині (рис. 10.1.). До рН-метрів ставляться такі вимоги: достатня точність показів, можливість проведення масових визначень активної реакції продуктів за малий інтервал часу, простота обслуговування та надійність у роботі. Універсальний іономір ЕВ-74 призначений для визначення в комплекті з іонселективними електродами активності одно- та двовалентних аніонів та

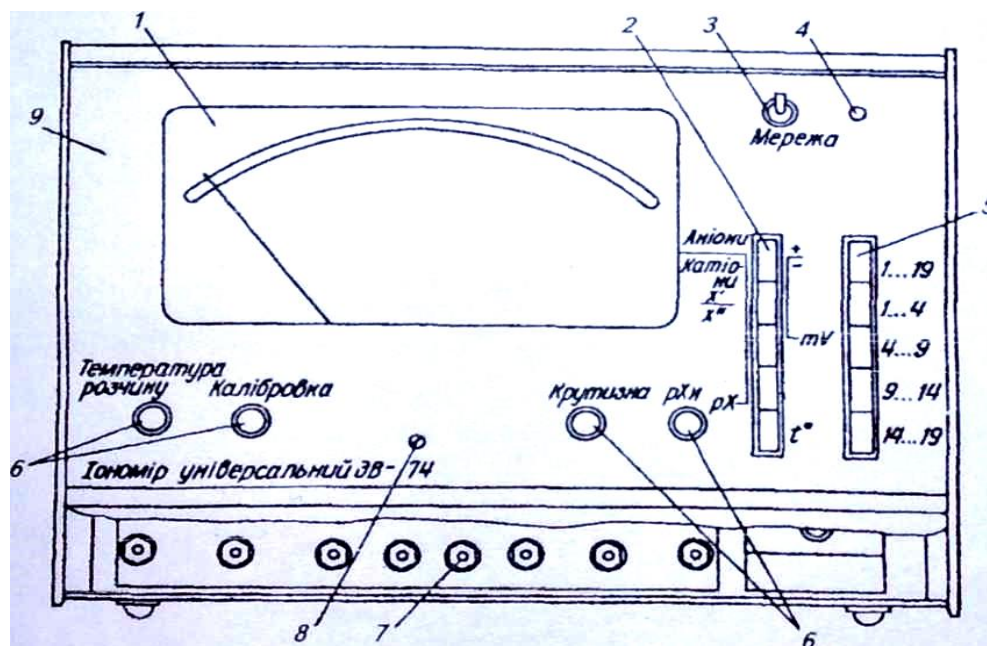


Рис 10.1 Іономір ЕВ-74: / — показувальний прилад; 2 — кнопки вибору роду роботи; 3 — вимикач мережі; 4 — лампочка індикації вмикання; 5 — кнопки вибору діапазону вимірювання; 6 — рукоятки оперативного керування приладом; / — осі змінних резисторів заводської настройки і регулювання приладу; 8 — коректор нуля; 9 — передня панель

катіонів (величини рХ) у водних розчинах (рис. 8.1). До складу універсального іономіра ЕВ-74 входять перетворювач та підставка, на якій закріплюються електроди і встановлюється посудина із досліджуванним розчином. Перетворювач складається з блоків вимірювання, стабілізації, генератора керувальних імпульсів та трансформатора. На панелі перетворювача розміщені ручки оперативного керування. Прилад для вимірювання рН в широкому діапазоні має шкалу 1...19 і для вимірювання у вузькому діапазоні з вищою точністю — шкалу 0...5 з межами вимірювання рН 4...9, 9...14 та 14...19. Діапазон 1...4 має окрему шкалу. Межа основної допустимої похибки іономіра під час вимірювання рН при налагоджуванні за зразковими буферними розчинами становить $\pm 0,05$.

Хід визначення рН

Перед початком роботи перемикачі приладу встановлюють у положення і; та 1...19, після чого прилад вмикають у мережу і прогрівають протягом 30 хв. Ручна температурна компенсація використовується при постійній температурі розчинів, автоматична — при змінній. Для настроювання приладу на температуру розчину при ручній термокомпенсації потрібно: перемикач «Термокомпенсатор» установити в положення "Ручн."; натиснути кнопку одного із діапазонів вимірювання, але не 1...19; натиснути кнопку **t** і рукояткою «Температура розчину» стрілку приладу

виставити на значення за шкалою 0...100 відповідно до температури розчину. Перед зануренням у розчин електроди промивають дистильованою водою і залишки води видаляють фільтрувальним папером. Регулювання приладу проводять за буферними розчинами, які готують із реактивів для рН-метрії. Пробу продукту поміщають у склянку і ставлять на підставку. Відлік показання роблять після його устанавлення. Час устанавлення — 5 хв.

Для визначення рН густих продуктів їх розводять нейтральною водою на той індикатор, величина рН переходу якого близька до очікуваного рН досліджуваного продукту. Продукти розводять до сухих речовин 12-18 %. Внаслідок високої буферності продуктів харчових виробництв величина їх рН при розведенні майже не змінюється.

3. Питання для самоперевірки

1. Дайте визначення загальної або титрованої і активної (рН) кислотності та лужності.
2. Індикатори та їх використання під час визначення лужності та кислотності продуктів.
3. Методи вираження концентрації речовини.
4. Визначення кислотності борошна.

4. Література

1. Методи контролю харчових виробництв: Лаборатор. практикум / Н. І. Штангеева, Л.І. Чернявська, Л.П. Рева та ін. — К.: УДУХТ, 2000. — 240 с.

Лабораторна робота №11 МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ РІВНЯ рН ТА ЗАГАЛЬНОЇ МІНЕРАЛІЗАЦІЇ ВОДИ

Мета: вивчити методи визначення рН та загальної мінералізації води.

Прилади і матеріали: Прилад РН-602, прилад для вимірювання загальної мінералізації води TDS 5, піпетка, мірний циліндр.

1. Основні положення

Показник рН являє собою логарифм концентрації іонів водню, узятий з оберненим знаком, тобто $pH = \log[H^+]$.

Величина рН визначається кількісним співвідношенням у воді іонів H^+ і OH^- , що утворюються при дисоціації води. Якщо у воді знижений вміст вільних іонів водню ($pH > 7$) у порівнянні з іонами OH^- , то вода буде мати лужну реакцію, а при підвищеному вмісті іонів H^+ ($pH < 7$) - кислу. В ідеально чистій дистильованій воді ці іони будуть врівноважувати один одного. У таких випадках вода нейтральна і $pH = 7$. При розчиненні в воді різних хімічних речовин цей баланс може бути порушений, що призводить до зміни рівня рН.

Дуже часто показник рН плутають з такими параметрами, як кислотність і лужність води. Важливо розуміти різницю між ними. Головне полягає в тому, що рН - це показник інтенсивності, але не кількості. Тобто, рН відображає ступінь кислотності або лужності середовища, в той час як кислотність і лужність характеризують кількісний вміст у воді речовин, здатних нейтралізувати відповідно луг і кислоту.

pH води - один з найважливіших робочих показників якості води, багато в чому визначає характер хімічних і біологічних процесів, що відбуваються в воді. Залежно від величини pH може змінюватися швидкість протікання хімічних реакцій, ступінь корозійної агресивності води, токсичність забруднюючих речовин і т.п.

Контроль за рівнем pH особливо важливий на всіх стадіях водоочищення, так як його зміна у ту чи іншу сторону може не тільки істотно позначитися на запаху, присмаку і зовнішньому вигляді води, а й вплинути на ефективність водоочисних заходів. Оптимальна необхідна величина pH варіюється для різних систем водоочищення відповідно до складу води, характеру матеріалів, що застосовуються в системі розподілу, а також в залежності від застосовуваних методів водообробки.

Зазвичай рівень pH знаходиться в межах, при яких він безпосередньо не впливає на споживчі якості води. При низькому pH вода має високу корозійну активність, а при високих рівнях ($\text{pH} > 11$) вода набуває характерну мильність, неприємний запах. Саме тому для питної господарсько-побутової води оптимальним вважається рівень pH в діапазоні від 8 до 9.

Мінералізація є сумарний кількісний показник вмісту розчинених у воді речовин. Цей параметр також називають змістом розчинних твердих речовин або загальним вмістом солей, так як розчинені у воді речовини знаходяться саме в вигляді солей. До числа найбільш розповсюджених відносяться неорганічні солі (в основному бікарбонати, хлориди і сульфати кальцію, магнію, калію і натрію) і невелика кількість органічних речовин, розчинних у воді.

Рівень вмісту солі у воді обумовлений якістю води в природних джерелах (які суттєво варіюються в різних геологічних регіонах у зв'язку різної розчинності мінералів). Крім природних факторів, на загальну мінералізацію води великий вплив надають промислові стічні води, міські ливневі стоки і т.п.

Жорсткість води - це сукупність її властивостей, обумовлених присутністю в ній катіонів кальцію (Ca^{2+}), магнію (Mg^{2+}), і частково двовалентного залізу (Fe^{2+}). Розрізняють постійну, тимчасову і загальну жорсткість.

Загальна жорсткість визначається сумарним вмістом у воді всіх вказаних вище катіонів. Ці іони виявляються у воді в результаті розчинення в ній відповідних солей.

Постійну жорсткість вода набуває при розчиненні сульфатів, хлоридів і деяких інших солей кальцію і магнію. В цьому випадку в воді поряд з катіонами Ca^{2+} та Mg^{2+} , є аніони SO_4^{2-} , Cl^- та ін. При кип'ятінні води ці катіони і аніони не реагують один з одним і залишаються в розчині.

Тимчасова жорсткість пов'язана з присутністю у воді поряд з катіонами Ca^{2+} , Mg^{2+} і Fe^{2+} гідрокарбонатних, або бікарбонатних аніонів (HCO_3^-). При кип'ятінні води, гідрокарбонатні аніони вступають в реакцію з катіонами та утворюють з ними дуже мало розчинні карбонатні солі, які випадають в осад.

Жорсткість - це особливі властивості води, багато в чому визначають її

споживчі якості і тому мають важливе господарське значення. Жорстка вода утворює накип на стінках нагрівальних котлів та ін. Використання жорсткої води призводить до значного зниження органолептичних характеристик їжі її харчової цінності.

2.1. Електрометричний метод визначення рН на приладі РН-602



Рис. 11.1. Прилад РН-602 для вимірювання рівня рН

Прилад РН-602 призначений для високоточного вимірювання рівня рН - концентрації вільних іонів водню у воді і температури води.

Для проведення вимірювань, що потребують підвищеної точності, рекомендується виконати калібрування.

Дотримання наведених нижче правил сприяє збільшенню терміну служби приладу і збереження заводської точності вимірювань.

1. Ніколи не торкайтеся до електродів приладу. Якщо це сталося, виконайте процедуру очищення електродів.

2. Ніколи не занурюйте прилад повністю в рідину. Прилад виконаний в водозахисному, а не в водонепроникному корпусі.

3. Не рекомендується використання функції термометра в дуже холодні і гарячі рідинах.

4. Ніколи не додавайте в захисний ковпачок дистильовану або просту воду.

5. Для підвищення точності вимірювань прилад повинен проходити калібрування не менше, чим один раз на місяць.

6. Ніколи не допускайте потрапляння на прилад прямих сонячних променів і не зберігайте прилад при високих температурах.

7. У разі вимірювання рН в рідині з високою температурою не залишайте надовго електрод в рідині.

8. При проведенні вимірювань в різних рідинах, після закінчення вимірювань навіть в одній рідині завжди промивайте електрод, опустивши його в дистильовану воду.

Хід визначення рН.

1. Зніміть захисний ковпачок з електрода.

2. Промийте електрод в дистильованій воді і промокніть фільтрувальним папером.

3. Увімкніть прилад, натиснувши кнопку ON/OFF.

4. Опустіть електрод в рідину для вимірювань і злегка збовтайте для видалення бульбашок повітря і слабких електричних зарядів.

5. Дочекайтеся, поки показання приладу стабілізуються. Для більш точного вимірювання може знадобитися приблизно 30 с. Показання приладу можуть не стабілізуватися і постійно плавати в допустимих межах - це абсолютно нормальна ситуація для цього прибору.

6. Після закінчення вимірювань, вимкніть прилад, натиснувши кнопку ON/OFF.

7. Обережно струсіть залишки рідини і поміть електрод на декілька секунд у дистильовану або де-іонізовану воду.

8. Встановіть захисний ковпачок.

Рекомендується проводити кілька етапів вимірювань. За остаточний результат береться середнє значення.



Рис. 11.2. Прилад TDS 5 для вимірювання загальної мінералізації води

Прилад PH-602 відкалібрований в заводських умовах при використанні буферного розчину 7.00 рН. Залежно від частоти вимірювань, прилад необхідно перекалібровувати для отримання максимально точних вимірювань.

2.2. Визначення загальної мінералізації води на приладі TDS 5

Прилад TDS 5 призначений для вимірювання вимірювання рівня загальної мінералізації води.

Принцип дії приладу TDS 5 заснований на прямій залежності електропровідності розчину (сили струму в

постійному електричному полі, створюваному електродами приладу) від кількості розчинених у воді речовин. Показання приладу виражаються в

ppm (parts per million - частинок на мільйон) або в мг/л - $1 \text{ ppm} = 1 \text{ мг/л}$.

Галузь використання:

- вимірювання рівня вмісту солей у водопровідній воді, мінеральній воді, свердловинах, криницях;
- оцінка жорсткості (dH, f, ммоль/л, мг-екв/л) водопровідної води;
- перевірка ефективності роботи побутових очисних систем, що працюють за принципом зворотного осмосу;
- перевірка ефективності роботи побутових фільтрів.

Перед початком вимірювання для підвищення точності вимірювань завжди використовуйте чисту ємність.

Хід визначення загальної мінералізації води.

1. Зніміть ковпачок.
2. Включіть прилад, натиснувши клавішу ON.
3. Опустіть нижню частину приладу в ємність з водою.
4. Вимірювання виконуйте протягом 15 секунд, після чого не виймаючи прилад з води, натисніть кнопку HOLD.
5. Відрахуйте показання приладу і проведіть оцінку за допомогою шкали яка додається для оцінки вимірювань.

6. Струсіть воду, яка залишилася, витріть сухою ганчіркою і закрийте ковпачок.

Рекомендується проводити кілька етапів вимірювань. За остаточний результат береться середнє значення.

Оцінка жорсткості води.

Метод вимірювання загальної жорсткості води по електропровідності дозволяє скласти точне уявлення про загальну жорсткість води в тому випадку, якщо вода не підсолювалася кухонною сіллю і не регулювалася рН засобами типу рН-мінус, рН-плюс і іншими кислотами і лугами.

Одиниці виміру жорсткості води в різних країнах різні. Найбільш поширена одиниця - Німецький градус dH. Для оцінки жорсткості води, показання приладу перетворіть у відповідності з наступним правилом:

1 dH (Німецький градус) = 17.8 ppm

1 f (Французький градус) = 10 ppm

1 мг-экв/л = 50.05 ppm

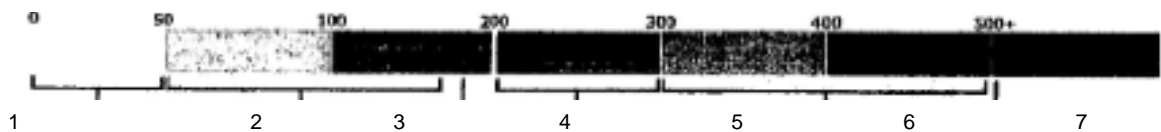


Рис. 11.3. Шкала для оцінка вимірювань: 1 – ідеальна питна вода після деіонізації та мікрофільтрації, дистиляції; 2 – нормальна питна вода після вугільної фільтрації, з гірських джерел; 3 – жорстка вода; 4- на межі допустимого; 5 – неприємна на смак кранова вода, із мінеральних джерел; 6 – забруднена вода; 7 – максимальний рівень забруднення води.

3. Питання для самоперевірки

1. Що являє собою показник рН?
2. В чому важливість контролю за рівнем рН води?
3. Дайте характеристику поняттю «жорсткість» води.

4. Література

1. Методи контролю харчових виробництв: Лаборатор. практикум / Н. І. Штангеева, Л.І. Чернявська, Л.П. Рева та ін. — К.: УДУХТ, 2000. — 240 с.