

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФГБОУ ВО «Кубанский государственный аграрный университет
имени И. Т. Трубилина»

Факультет перерабатывающих технологий
Кафедра технологии хранения и переработки
животноводческой продукции

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА В ПРОЦЕССАХ
ПРОИЗВОДСТВА ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ
ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ**

Методические указания
к выполнению лабораторных работ для обучающихся
по направлению подготовки 19.04.03 Продукты
питания животного происхождения

Краснодар
КубГАУ
2020

Составители: Н. Н. Забашта, Н. Ю. Сарбатова

Физико-химические методы контроля качества в процессах производства продуктов питания животного происхождения : метод. указания к лабораторным работам / сост. Н. Н. Забашта, Н. Ю. Сарбатова. – Краснодар : КубГАУ, 2019. – 39 с.

Методические указания включают: теоретическую часть, цель работы, особенности техники выполнения работы, порядок оформления отчёта о выполнении работы, контрольные вопросы и библиографический список, технику безопасности и предназначены для лабораторно-практических занятий, выполнения НИРС магистрами.

Рассмотрено и одобрено методической комиссией факультета перерабатывающих технологий Кубанского госагроуниверситета, протокол № 5 от 09.01.2020

Председатель
методической комиссии

Е. В. Щербакова

- © Забашта Н. Н., Сарбатова Н. Ю.,
составление, 2020
- © ФГБОУ ВО «Кубанский
государственный аграрный
университет имени
И. Т. Трубилина», 2020

ОГЛАВЛЕНИЕ

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ	4
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1 ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ	5
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ С ПОМОЩЬЮ РЕФРАКТОМЕТРА.....	15
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ НА ВОДОРАСТВОРИМЫЕ И ЖИРОРАСТВОРИМЫЕ ВИТАМИНЫ В МЯСОПРОДУКТАХ, КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА С В МЯСЕ И МЯСОПРОДУКТАХ	19
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТОВ И НИТРИТОВ В МЯСЕ, ВТОРИЧНЫХ ПРОДУКТАХ УБОЯ СКОТА, МЯСНЫХ ИЗДЕЛИЯХ	26
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО ФОСФОРА В МОЛОКЕ И МЯСОПРОДУКТАХ	31
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	38

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

Студенты могут быть допущены к работе в лаборатории после того, как пройдут первичный инструктаж установленной формы.

При выполнении анализов все, находящиеся в лаборатории, должны быть одеты в халаты. В процессе работы не допускается захламлённости рабочего места. Категорически запрещается принимать пищу за лабораторным столом, пробовать на вкус реактивы, пить из химической посуды, оставлять какое – либо вещество в посуде без соответствующей надписи. При включении электроприборов необходимо сначала получить инструктаж у преподавателя или лаборанта. Используемая в лаборатории стеклянная посуда – стаканы, колбы – не должны иметь сколов и трещин. При перемешивании стеклянной палочкой нужно избегать ударов по стенкам сосуда, что может привести к трещинам. Нельзя нагревать химическую посуду без асбестовой сетки.

Работать с концентрированными веществами следует в защитных очках, резиновых фартуках и перчатках, чтобы избежать ожогов при попадании на кожу. При работе с концентрированной серной кислотой её необходимо вливать по стеклянной палочке в воду, а не наоборот.

Разлитые щёлочи и кислоты необходимо нейтрализовать немедленно, а затем тщательно смыть водой. Точные дозы концентрированных кислот, щелочей и других агрессивных жидкостей отмеривают пипеткой с резиновой грушей или пипеткой с предохранительным шариком. Для нейтрализации щелочей применяют растворы борной или 8%-ной уксусной кислот, для нейтрализации кислот – 5%-ный раствор питьевой соды.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЙ АНАЛИЗ СЫРЬЯ И ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

Цель и задачи работы: ознакомиться с принципом работы люминоскопа, исследовать методом люминесцентного анализа физико-механические свойства сырья и готовых продуктов.

Методические указания

Люминесценция – один из широко распространённых в природе видов излучения. Она возникает в результате поглощения веществом энергии возбуждения и перехода частиц из нормального в возбуждённое электронное состояние.

Люминесцентный анализ нашёл применение в различных областях науки и техники. В сельском хозяйстве и пищевой промышленности использование люминесценции основывается на различии в цвете свечения доброкачественных и недоброкачественных продуктов или на собственной люминесценции некоторых индивидуальных составляющих продукта. В первом случае анализ осуществляется в основном с помощью визуальных наблюдений люминесценции анализируемого продукта, во втором – с помощью количественного определения компонентов в пищевых продуктах с использованием методов флуоресценции, которые включают в себя различные операции по разделению, очистке составляющих, обработке продукта флуорохромом и т. п.

Люминесцентный метод анализа обладает рядом особых свойств, делающих его во многих случаях совершенно незаменимым.

Любой метод анализа характеризуется следующими показателями:

- 1) абсолютной чувствительностью, характеризуемой наименьшим количеством вещества, необходимого для проведения анализа;
- 2) относительной чувствительностью, характеризуемой минимальной долей примеси, обнаруживаемой в исследуемом объекте;
- 3) возможностью сохранить анализируемое вещество в процессе анализа;
- 4) длительностью проведения анализа.

Абсолютная чувствительность люминесцентного метода весьма высока. В принципе надлежащая аппаратура позволяет регистрировать свечение даже одной молекулы, правда, на практике такая необходимость не возникает. Однако нередки случаи анализа миллиардных долей грамма искомого вещества. Относительная концентрация вещества также может быть весьма малой, для ярко люминесцирующих веществ оно составляет величину порядка 10-10 г/г. Важным свойством люминесцентного анализа является и то, что его проведение, как правило, не вызывает разрушения вещества, в результате чего анализ может быть многократно повторен на одном и том же объекте. Это свойство очень существенно, если анализируются уникальные объекты, восстановить которые невозможно. Кроме того, люминесцентный анализ полностью отвечает требованиям экспресс-метода и не требует пробоподготовки.

В условиях рыночной экономики интенсивное развитие производства пищевых продуктов в настоящее время предъявляет особые требования к оценке их качества и пищевой ценности, а это в свою очередь, требует разработки современных экспресс-методов с учётом максимальной автоматизации анализов. Внедрение экспрессных методов позволит быстро и точно проводить оценку качества как готовых продуктов, так и сырья в условиях лабораторий производства. Всем этим требованиям отвечает люминесцентный метод анализа.

Люминесценция – свойство вещества излучать свет под воздействием возбуждающих факторов, как правило, без повышения температуры.

Различают три типа свечения: самостоятельное, вынужденное и рекомбинационное. Самостоятельное свечение возникает вследствие образования избыточной энергии в самом веществе. Вынужденное – при внешнем энергетическом воздействии на вещество. Рекомбинационное – вследствие преобразования и передачи энергии внутри вещества от одной частицы к другой.

По продолжительности люминесценцию подразделяют на флюоресценцию и фосфоресценцию. Флюоресценция – мгновенное свечение, возникающее в момент возбуждения светящегося объекта. Фосфоресценция – длительное свечение, когда объект аккумулирует световую энергию и расходует ее в течение длительного времени.

При возбуждении люминесценции используют ультрафиолетовые лучи. При этом происходит поглощение коротковолнового ультрафиолетового излучения исследуемым веществом с последующим испусканием лучей с большей длиной волны (свечение исследуемого объекта).

Люминесцентные методы подразделяют на две группы:

- 1) основанные на наблюдении собственной люминесценции анализируемого вещества (сортовой анализ);
- 2) основанные на наблюдении возникновения или гашения люминесценции в результате взаимодействия анализируемого вещества с реактивами (химический флуоресцентный анализ).

Между обеими группами анализа – сортовым и химическим – нет резкой границы, так как химический флуоресцентный анализ при использовании его как экспресс-метода в значительной мере переходит в сортовой и наоборот.

Мясо относится к категории скоропортящихся продуктов, оно подлежит постоянному ветеринарно-санитарному контролю. Существующие методы исследования мяса весьма трудоемки и недостаточно конкретны. Так, для определения летучих жирных кислот и амино-аммиачного азота требуется около пяти часов. Органолептические показатели субъективны. Люминесцентный метод является наиболее простым и точным.

Определение видовой принадлежности мяса

Каждый вид мяса обладает специфической люминесценцией.

Методика исследования

Кусочки мяса (от средней пробы мяса) размерами примерно 6×6 см помещают в кювету, которую устанавливают в смотровую камеру люминоскопа и наблюдают явление люминесценции. Для определения видовой принадлежности мяса пользуются таблице 1.

Таблица 1 - Примерные показатели люминесценции для определения видовой принадлежности мяса

Вид мяса	Цвет люминесценции
1	2
Баранина	Темно-коричневый
Говядина	Темно-красный или красновато-фиолетовый с бархатным оттенком
Свинина	Светло-коричневый

Продолжение таблица 1

1	2
Телятина	Светло-коричневый
Конина	Ржаво-коричневый
Кости и соединительно-тканые образования (сухожилия, фасции, хрящи)	Светло-голубой, белый
Сердце свиное	Коричнево-серый с зеленоватым оттенком
Сердце говяжье	Коричнево-желтый с болотным оттенком
Печень свиная	Желто-серый
Печень говяжья	Желто-коричневый

Методика исследования жировых тканей такая же, как и при анализе мяса.

Говяжий жир люминесцирует следующими цветами:

- доброкачественный – серо-желтым;
- сомнительной свежести – голубым;
- недоброкачественный – фиолетовым.

Свиной жир люминесцирует следующими цветами:

- доброкачественный – не люминесцирует;
- сомнительной свежести – слабо-фиолетовым;
- недоброкачественный – фиолетовым.

Определение свежести мяса

Анализу подвергают как срезы, так и водные экстракты мяса. Экстракты дают наиболее яркие характерные изменения в свечении мяса различной свежести (таблица 2).

Таблица 2 - Степень свежести мяса

Степень свежести мяса – говядины	Цвет люминесценции	
	Мышечная ткань	Мясной экстракт
Свежее	Бархатистый, темно-красный	Темный, желто-зеленый
С начальными признаками порчи	Темный фон свечения с единичными светящимися точками	Зелено-голубой
Несвежее	Тусклый, бордовый, неравномерный, со множеством светящихся точек и зелеными пятнами	Голубой

Мясо в начальной стадии порчи изменяет люминесценцию и на общем фоне свечения проявляются специфические светящиеся точки.

Объекты исследования: мясо, измельченное и нарезанное пластинами.

Материалы, реактивы, оборудование: мясорубка или гомогенизатор; колбы; фильтры; воронки; цилиндр; скальпель; пинцет; линейка металлическая миллиметровая.

Ход работы

10 г мяса измельчают, помещают в колбу и добавляют 50 мл дистиллированной воды. Настаивают в течение 10 минут периодически взбалтывая, пропускают через двойной увлажненный фильтр и в кювете помещают в смотровую камеру люминоскопа.

Сравнительные данные анализа фарша котлет

Люминесцентный метод особенно показателен для определения фальсификации фарша одного вида, сорта другим видам, сортам мяса субпродуктами или другими добавками.

Методика исследования

Мясное изделие разрезают по центру на две части и рассматривают невооруженным глазом. По цвету и рисунку разреза определяют наличие посторонних примесей. Пробу помещают в кювету и в камере рассматривают поверхность и разрезы пробы. Результаты сравнивают с данными, приведенными в таблице 3. Заключение делают с учетом органолептических показателей.

Таблица 3 - Анализ состава мясного фарша

Вид изделия	Соотношение, %		Цвет на разрезе		Органолептические свойства
	мясо	ливер	определен невооруженным взглядом	определен по люминесцентному свечению	
1	2	3	4	5	6
Котлеты	100	-	Светло-коричневый, однородный	От серого до интенсивного серого, однотонный	Свойственные свежеприготовленному жаренному мясному изделию, консистенция нежная

Продолжение таблицы 3

1	2	3	4	5	6
Котлеты с добавлением печени	50	50	Коричневый с зеленовато-желтым оттенком	От зелено-желтого до болотного, разнотонный	Привкус печени, консистенция уплотненная
Котлеты с добавлением печени	75	25	Коричневый с зеленоватым оттенком	От зеленоватого до болотного, разнотонный	Привкус печени, консистенция уплотненная
Котлеты с добавлением вымени	50	50	Светло-коричневый с розовым оттенком	Светло-серый	Привкус вымени, крупитчатость, консистенция уплотненная
Котлеты с добавлением вымени	75	25	Светло-коричневый с розовым оттенком	Светло-серый	Незначительный привкус вымени, крупитчатость, консистенция уплотненная
Котлеты с добавлением сердца	50	50	Красно-коричневый, разнотонный	Интенсивные красно-коричневые включения	Резинистость, консистенция уплотненная
Котлеты с добавлением сердца	75	25	Красновато-коричневый, неоднородный	Интенсивные красно-коричневые включения	Резинистость, консистенция уплотненная

Анализ качества рыбы

Определение качества рыбы наиболее целесообразно проводить по совокупности результатов, полученных несколькими методами исследования, а также на основе органолептических данных.

Большие трудности представляет определение качества исходного сырья в кулинарной обработанной рыбе, так как органолептические свойства продукта при этом изменяются (исчезает дряблость мышц и

ослизлость, ослабляется гнилостный запах). Что касается химического анализа, то не всегда он показателен после термической обработки рыбы.

Для определения качества рыбы можно применять люминесцентные методы.

Принцип метода основан на определении цвета люминесценции, которая при различных состояниях продукта претерпевает изменения.

Методика исследования

Рыбу помещают в осветительную камеру, наблюдая цвет и интенсивность люминесценции.

Таблица 4 - Определение качества парной рыбы

Состояние рыбы	Цвет люминесценции
Свежая парная рыба	- жабры не люминесцируют и под лампой выглядят темными
Вареная рыба (приготовленная из доброкачественного сырья)	- глаза не люминесцируют - поверхность тела люминесцирует слабым серым цветом, с заметным фиолетовым оттенком, непигментированные участки имеют светло-фиолетовый цвет, пигментированные - темно-фиолетовый - мышцы на разрезе люминесцируют тусклым серо-фиолетовым цветом, зеленовато-синим, иногда серо-желтым цветом - Кровь в сосудах имеет темно-коричневое свечение
Лежалая, но допустимая в пищу рыба	Интенсивно белым цветом с голубоватым оттенком. Свечение такой рыбы напоминает цвет снега в солнечных лучах.
Рыба, имеющая признаки начальной порчи	На свежем разрезе мышц появляются яркие пятна канареечного цвета, иногда яркое сплошное свечение того же цвета. Вареная или жареная рыба дает ту же окраску, что и сырая; лишь жабры люминесцируют ярче, чем у сырой рыбы, и имеют темно-красный цвет с бархатистым оттенком.
Явно испорченная рыба	жабры ярко-красные, на мышцах появляются ярко-оранжевые, местами канареечного цвета, пятна. При дальнейшей порче у костей иногда наблюдаются ярко-красные пятна, пылающие как огонь.
Спиртовая вытяжка из мышц свежей рыбы	бледно-голубой с желтоватым оттенком; по мере увеличения степени порчи, цвет люминесценции становится ярко-желтым.

Таблица 5 - Определение качества мороженой и размороженной рыбы

Состояние рыбы	Цвет люминесценции
Мороженая и размороженная рыба	в глубине мышц доброкачественной иногда встречаются единичные пятна, дающие оранжевое свечение, что в свежей рыбе служит доказательством порчи
Лежалая размороженная рыба	сине-голубой, иногда свечение остается таким же, как у не замороженной рыбы;
Начальной стадия порчи размороженной рыбы	типичные яркие пятна канареечного цвета заменяются менее яркими серовато-желтыми или сплошным свечением того же цвета; иногда канареечные и желтые пятна встречаются одновременно
Вытяжка у размороженной рыбы	усиливается и делается ярче по мере увеличения порчи, но цвет может оставаться синеватым или сине-желтым.

Проводились исследования по определению качества парной рыбы люминесцентным методом. Анализу подвергались щука, окунь, лещ, плотва.

Данные анализа рыбы через 1 час после вылова таковы:

- Органолептические показатели характерны для свежей парной рыбы; характер люминесценции: глаза, жабры не люминесцируют, мышцы люминесцируют серовато-фиолетовым цветом, свечение равномерное, кости - светло-фиолетовые, кишечник - фиолетовый, жир - желтоватый.

Через 32 часа после хранения при температуре +15°C :

-органолептические показатели рыбы и характер люминесценции изменились: на поверхности слизи нет, чешуя прилегает плотно, глаза мутные, жабры темно-коричневые, консистенция дряблая, мышцы белого цвета, без видимых пятен, легко рвутся отстают от костей, запах прелый. Глаза не люминесцируют. Поверхность рыбы люминесцирует фиолетовым цветом с единичными ярко светящимися точками. Мышцы на разрезе люминесцируют белым светом с голубым

оттенком. Мышцы брюшной полости голубоватые, с ярко светящимися оранжевыми и желтыми пятнами, пятна располагаются ближе к позвоночнику и анальному отверстию.

Результаты исследования через 56 часов хранения рыбы:

-органолептические данные: запах гнилостный; мышцы мягкие, серого цвета. Люминесценция: глаза, жабры не люминесцируют, мышцы ярко-голубого цвета, в местах скопления гемолизированной крови ярко-оранжевые пятна.

Определение качества рыбы по крови

Принцип метода основан на определении люминесценции крови, которая при порче разлагается с образованием порфиринов (копропорфиринов), имеющих специфическое свечение. Методика исследования. 100 г рыбы измельчают в ступке, добавляют равное количество концентрированной уксусной кислоты, содержимое переносят в склянку с притертой пробкой. После перемешивания добавляют 200 мл эфира, встряхивают в течение 1 часа, экстракт фильтруют, затем промывают 4 раза равными объемами воды путем взбалтывания в делительной воронке. К эфирному экстракту дважды добавляют по 5 мл 3-5 процентного раствора HCl. После встряхивания солянокислый раствор порфирина сливают в пробирку и помещают в осветительную камеру. Вытяжки, полученные из свежей рыбы, не люминесцируют, из несвежей - люминесцируют карминно- красным цветом.

Варка и посол свежей парной рыбы не вызывают разложения крови и свечения порфиринов.

Определение качества соленых сельдей

Поверхностные покровы доброкачественных соленых сельдей люминесцируют фиолетовым цветом, у сельдей сомнительной свежести на поверхности тела появляются пятна, люминесцирующие белым и желтым цветом. Несвежие сельди люминесцируют голубовато-зеленым цветом. Водные экстракты из доброкачественных сельдей люминесцируют светло-голубым цветом. По мере порчи цвет свечения становится более интенсивным.

Анализ масел и жиров

Методические указания

Физико-химические методы исследования масел и жиров основаны на определении физических и химических констант (точка

плавления, удельный вес, показатель рефракции, число Рейхерта-Мейссля, число омыления). Эти методы весьма трудоемки, длительны и требуют различных реактивов. Для установления показателей необходимо наличие довольно большого количества жира, которое невозможно иногда получить, например, при исследовании гарниров и кремов.

Люминесцентный метод исследования масел и жиров основан на свойстве определенного вида жира люминесцировать в потоке ультрафиолетовых лучей.

Объекты исследования: масло сливочное, маргарин сливочный, маргарин столовый, маргарин «Любительский», маргарин «Российский», маргарин «Экстра», маргарин особый, кулинарный жир «Украинский», кулинарный жир «Белорусский».

Исследование сливочного масла, маргарина и кулинарных жиров (отечественных)

Таблица 6 - Показатели люминесценции жиров

Вид жира	Цвет люминесценции
Масло сливочное	От бледно- до ярко-желтого
Маргарин сливочный	Голубоватый
Маргарин столовый	Голубоватый
Маргарин «Любительский»	Голубоватый
Маргарин «Российский»	Голубоватый
Маргарин «Экстра»	Голубоватый
Маргарин особый	Голубоватый
Кулинарный жир «Украинский»	Интенсивно голубой
Кулинарный жир «Белорусский»	Интенсивно-голубой

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Дайте определение понятию люминесценция.
2. Основные показатели метода анализа.
3. Перечислите три вида свечения и назовите причины их возникновения.
4. На чем основан люминесцентный метод исследования масел и жиров.
5. На чем основан люминесцентный метод анализа качества рыбы.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ С ПОМОЩЬЮ РЕФРАКТОМЕТРА

Цель и задачи работы: ознакомиться с устройством различных рефрактометров и освоить методики рефрактометрического определения массовой доли влаги в молочных продуктах.

Методические указания

Преломление световых лучей на границе раздела двух различных оптических сред называют рефракцией (от лат. Refractus – преломленный), она характеризуется показателем преломления.

Рефрактометрический метод анализа (рефрактометрия) основан на зависимости показателя преломления света от состава системы. Такую зависимость устанавливают путём определения показателя преломления для стандартной серии растворов. По экспериментальным данным строят градуировочный график зависимости «показатель преломления – состав смеси», а затем, по графику и измеренному показателю преломления анализируемого раствора, определяют содержание вещества в нем.

Метод рефрактометрии применяют для количественного анализа бинарных, тройных и разнообразных сложных систем растворов. Примером бинарных систем являются водные растворы спиртов, сахаров, глицерина, кислот, оснований, солей и др.

Достоинствами рефрактометрического анализа являются простота и быстрота определений, высока точность анализа (до сотых долей процента). Метод применяют для анализа разнообразных сложных систем: горючих и смазочных материалов, биологических и пищевых продуктов, лекарственных препаратов и др.

Рефрактометрия в основном используется для количественного анализа, но применяется и для качественного анализа, поскольку показатель преломления является индивидуальной характеристикой вещества. Присутствие в исследуемой системе примесей влияет на его значение, поэтому определение коэффициента преломления используют для установления степени чистоты вещества. Рефрактометрическую идентификацию веществ проводят путём определения величин преломления и их физических характеристик

(плотности, температуры кипения и т. д.). Полученные экспериментальные величины сравнивают с табличными и, таким образом, устанавливают природу веществ.

Объекты исследования: сухие молочные консервы

Ход работы

Сухую пробирку заполнить продуктом, закрыть пробкой и поставить на 5 мин в кипящую водяную баню для растворения лактозы.

Аккуратно охладить содержимое пробирки в проточной воде до 200 С.

Проверить правильность показания рефрактометра: при нанесении на призму 1-2 каплей дистиллированной воды показание рефрактометра должно быть равным нулю.

Вытереть насухо чистым ватным диском нижнюю и верхнюю призмы рефрактометра.

Перемешать содержимое пробирки стеклянной палочкой и быстро нанести 1-2 капли пробы на нижнюю призму.

На верхней шкале найти процентное содержание сухих веществ, совпадающее с границей тёмного и светлого полей.

Вычислить массовую долю влаги W (в %) по формуле:

$$W = 100 - C, \quad (1)$$

где C – массовая доля сухих веществ (по показанию рефрактометра), %.

Определение содержания влаги в сухих молочных консервах

В чистом сухом стаканчике взвесить 5 г сухого продукта, записать результат.

Равномерно распределить продукт по дну стаканчика.

Открытые стаканчики с навесками поместить в сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры 125 ± 20 С и выдержать 25 мин.

Аккуратно достать пробы сухого продукта, накрыть стаканчики пергаментной бумагой и охладить в эксикаторе в течение 15-20 мин.

Взвесить стаканчик с высушенным продуктом, записать результат.

Вычислить массовую долю влаги W (в %) по формуле:

$$(m - m_1) \cdot 100, \quad (2)$$

где m – масса стаканчика с навеской до высушивания, г;

$W = 5 m_1$ – масса стаканчика с навеской после высушивания, г.

Определение растворимости сухих молочных консервов

На листе пергаменты взвесить 1,250 г сухого молочного продукта и перенести его в центрифужную пробирку.

Добавить 4-5 мл дистиллированной воды (температура воды 65-700 С).

Тщательно растереть содержимое стеклянной палочкой до получения однородной массы.

Палочку вынуть, ополоснуть дистиллированной водой, сливая её в ту же пробирку.

Долить воду в центрифужную пробирку до 10 мл, закрыть пробкой и перемешать.

Поставить пробирку в водяную баню (65-700 С) на 5 мин, встряхнуть, обернуть фильтровальной бумагой и процентрифугировать в течение 5 мин.

Жидкость из пробирки слить через сифон осторожно декантируя, оставив над осадком 5 мл жидкости.

Долить в пробирку 10 мл воды, перемешать и повторно центрифугировать 5 мин.

Держа пробирку пробкой вверх, отсчитать объём осадка.

Растворимость сухого продукта выражают в мл сырого осадка.

0,1 мл сырого осадка соответствует 1-му % нерастворимого остатка в продукте.

Определение кислотности сухих молочных консервов

В чистый сухой стакан взвесить 1,25 г сухого молока.

Небольшими порциями прилить 10 см³ горячей дистиллированной воды (65-700 С).

Тщательно растереть комочки сухого продукта стеклянной палочкой.

Полученный раствор соответствует 10 мл восстановленного продукта.

Смесь охладить, прилить 20 мл воды, 3 капли фенолфталеина, и перемешать.

Титровать 0,1н раствором NaOH до появления слабо-розовой окраски не исчезающей в течение 1 минуты. Количество щелочи пошедшее на титрование умножить на коэффициент 10.

Для точности результата провести два параллельных определения (расхождение между ними не должно превышать 0,50 Т). За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. В каких случаях о влажности судят по сухим веществам.
2. Принцип рефрактометрического метода.
3. Каким методом проводят рефрактометрическую идентификацию веществ.
4. Каким образом определяется массовая доля влаги молока.
5. Для каких исследований применяют метод рефрактометрии.
6. Для чего используют определение коэффициента преломления.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

КАЧЕСТВЕННЫЕ РЕАКЦИИ НА ВОДОРАСТВОРИМЫЕ И ЖИРОРАСТВОРИМЫЕ ВИТАМИНЫ В МЯСОПРОДУКТАХ, КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА С В МЯСЕ И МЯСОПРОДУКТАХ

Цель и задачи работы: изучить качественные реакции на водорастворимые и жирорастворимые витамины в мясопродуктах, количественное определение витамина С в мясе и мясопродуктах.

Методические указания

Витамины делятся на две большие группы – водорастворимые и жирорастворимые.

К водорастворимым витаминам относятся: витамины С, В₁, В₂, В₃ (РР), В₆, В₁₂, фолиевая кислота, пантотеновая кислота и биотин. Их основная особенность – не накапливаться в организме совсем либо их запасов хватает на очень продолжительное время. Поэтому, передозировка возможна лишь для некоторых из водорастворимых витаминов.

Витамин С – аскорбиновая кислота участвует чуть ли не во всех биохимических процессах организма. Обеспечивает:

- нормальное развитие соединительной ткани;
- заживление ран;
- устойчивость к стрессу;
- нормальный иммунный статус;
- поддерживает процессы кроветворения.

Суточная потребность до 30 мг (дети до 3-х лет) до 120 мг (кормление грудью). Большое количество вызывает расстройство кишечника и плохо влияет на почки. Содержится в овощах и фруктах, больше всего - в болгарском перце, черной смородине, шиповнике, облепихе, листовой зелени, свежей капусте, цитрусовых.

Витамин В₁ – тиамин обеспечивает проведение нервных импульсов. Суточная потребность 1,5 мг. Содержится в хлебе из муки

грубого помола, сое, фасоли, горохе, шпинате, нежирной свинине и говядине, особенно в печени и почках.

Витамин В₂ – рибофлавин обеспечивает: окисление жиров; защиту глаз от ультрафиолета. Суточная потребность: 1,8 мг. Содержится в яйцах, мясе, молоке и молочных продуктах, особенно в твороге, печени, почках, гречке.

Витамин В₃ – ниацин (витамин РР) обеспечивает «энергетику» практически всех протекающих в организме биохимических процессов. Суточная потребность: 20,0 мг. Содержится в ржаном хлебе, гречке, фасоли, мясе, печени, почках.

Витамин В₆ – пиридоксин обеспечивает: усвоение белка; производство гемоглобина и эритроцитов; равномерное снабжение клеток глюкозой. Суточная потребность: 2,0 мг. Содержится в мясе, печени, рыбе, яйцах, цельнозерновом хлебе.

Витамин В₁₂ – кобаламин обеспечивает: нормальный процесс кроветворения; работу желудочно-кишечного тракта; клеточные процессы в нервной системе. Суточная потребность: 3,0 мкг. Содержится в продуктах животного происхождения: мясе, твороге и сыре.

Фолиевая кислота чрезвычайно важна при беременности – обеспечивает: нормальное формирование всех органов и систем плода. Обеспечивает: синтез нуклеиновых кислот (прежде всего ДНК); внутреннюю защиту от атеросклероза. Суточная потребность: 400,0 мг. Для беременных – 600 мг, для кормящих -500 мг. Содержится в зеленых листовых овощах, в бобовых, хлебе из муки грубого помола, печени.

Пантотеновая кислота обеспечивает обмен жирных кислот, холестерина, половых гормонов. Суточная потребность: 5,0 мг. Содержится в горохе, фундуке, зеленых листовых овощах, гречневой и овсяной крупе, цветной капусте, печени, почках и сердце, курином мясе, яичном желтке, молоке.

Биотин обеспечивает клеточное дыхание, синтез глюкозы, жирных кислот и некоторых аминокислот. Суточная потребность: 50,0 мкг. Содержится в дрожжах, помидорах, шпинате, сое, яичном желтке, грибах, печени.

К жирорастворимым витаминам относятся: витамины А, Д, Е и К. Их основная особенность – способны накапливаться в тканях организма, в основном, в печени.

Витамин А – ретинол обеспечивает:

- процессы роста и размножения;
- функционирование кожного эпителия и костной ткани;
- поддержание иммунологического статуса;
- восприятие света сетчаткой глаза.

Суточная потребность 900 мкг. Содержится в виде ретинола в животной пище (Рыбий жир, печень, особенно говяжья, икра, молоко, сливочное масло, сметана, творог, сыр, яичный желток) и в виде провитамина каротина в растительной (зеленые и желтые овощи, морковь, бобовые, персики, абрикосы, шиповник, облепиха, черешня).

Витамин Д – кальциферол чрезвычайно важен для новорожденного ребенка, без этого витамина невозможно нормальное формирование скелета. Кальциферол может образовываться в коже под действием солнечного света. Обеспечивает обмен кальция и фосфора в организме; прочность костной ткани. Суточная потребность 10,0 мкг (400 МЕ). Содержится в печени рыбы. В меньшей степени – в яйцах птиц. Часть витамина Д поступает в организм не с пищей, а синтезируется в коже под действием солнечных лучей.

Витамин Е – токоферол один из основных антиоксидантов нашего организма, инактивирующий свободные радикалы и предотвращающий разрушение клеток. Суточная потребность: 15 мг. Содержится в растительных маслах: подсолнечном, хлопковом, кукурузном, миндале, арахисе, зеленых листовых овощах, злаковых, бобовых, яичном желтке, печени, молоке.

Витамин К – обеспечивает в синтез в печени некоторых факторов свертывания крови, участвует в формировании костной ткани. Суточная потребность: 120,0 мкг. Содержится в шпинате, цветной и белокочанной капусте, листьях крапивы, помидорах, печени.

Принцип метода. В щелочной среде тиамин с диазореактивом образует сложное комплексное соединение оранжевого цвета.

Объекты исследования: мясопродукты

Материалы, реактивы, оборудование: 5 %-й раствор нитрита натрия, 1 %-й раствор сульфаниловой кислоты, 5 %-й раствор тиамина, пробирки, 10 %-й раствор бикарбоната натрия

Ход работы

К диазореактиву, состоящему из 5 капель 1 %-го раствора сульфаниловой кислоты и 5 капель 5 %-го раствора нитрита натрия или к экстракту мясопродукта, добавляют 5 капель 5 %-го раствора

тиамина и затем по стенке, наклонив пробирку, осторожно добавляют 5–7 капель 10 %-го раствора бикарбоната натрия. На границе двух жидкостей появляется кольцо оранжевого цвета.

Качественная реакция на витамин В₂ (рибофлавин)

Принцип метода. Окисленная форма витамина В₂ представляет собой желтое флюоресцирующее в ультрафиолетовых лучах вещество. Реакция на витамин В₂ основана на способности его легко восстанавливаться; при этом раствор витамина В₂, обладающий желтой окраской, приобретает сначала розовый цвет промежуточных соединений, а затем обесцвечивается, так как восстановленная форма витамина В₂ бесцветна.

Ход работы

В пробирку наливают 10 капель раствора витамина В₂, добавляют 5 капель концентрированной хлористоводородной кислоты и опускают зернышко металлического цинка в экстракт мясопродукта. Начинается выделение пузырьков водорода, жидкость постепенно розовеет, затем обесцвечивается.

Качественная реакция на витамин РР (никотиновая кислота)

Принцип метода. Витамин РР при нагревании с раствором ацетата меди образует синий осадок медной соли никотиновой кислоты, плохо растворимой.

Ход работы

В пробирку набирают 5–7 капель 3 %-го раствора витамина РР, затем приливают 7–10 капель 5 %-го раствора ацетата меди и экстракт мясопродукта. Выдерживают 2–3 мин (не перемешивая), наблюдают выпадения осадка медной соли никотиновой кислоты. Качественная реакция на витамин В₆ (пиридоксин) Принцип метода. Витамин В₆ при взаимодействии с раствором хлорного железа образует комплексную соль типа фенолята железа красного цвета.

Ход работы

На стекло нанести стеклянной палочкой 1 каплю 1 %-го раствора витамина В₆ и 1 каплю 1 %-го раствора хлорного железа и экстракт мясопродукта, перемешивают. Развивается красное окрашивание.

Качественная реакция на витамин А (ретинол)

Принцип метода. Серная кислота, обладающая водоотнимающим свойством, способствует превращению витамина А в окрашенный комплекс фиолетово–красного цвета. Реакция специфичностью не обладает.

Ход работы

На сухое предметное стекло наносят 2 капли рыбьего жира в хлороформе, экстракт мясопродукта и 1 каплю концентрированной серной кислоты. Наблюдают за появлением окраски.

Качественная реакция на витамин D (кальциферол)

Принцип метода. Витамин D при взаимодействии с анилиновым реактивом при нагревании окрашивается в красный цвет.

Ход работы

В сухую пробирку вносят 3–5 капель рыбьего жира и 5 капель хлороформа и экстракт мясопродукта, перемешивают и добавляют 1 мл смеси анилина и концентрированной соляной кислоты (15:1). При нагревании желтая эмульсия приобретает красную окраску. Через 1–2 мин эмульсия разделяется на два слоя, нижний из которых окрашен в интенсивный красный цвет.

Качественная реакция на витамин E (токоферол)

Принцип метода. Спиртовой раствор α -токоферола окисляется хлоридом железа (III) в токоферилхинон и раствор окрашивается в красный цвет.

Ход работы

В сухую пробирку берут 4–5 капель 0,1 %-го спиртового раствора α -токоферола, прибавляют 0,5 мл 1 %-го раствора хлорида железа и экстракт мясопродукта, тщательно перемешивают. Содержимое пробирки приобретает красное окрашивание.

ЗАДАНИЕ. Определить качественными реакциями наличие тиамина, рибофлавина, никотиновой кислоты, пиридоксина, ретинола, кальциферола, токоферола в колбасе, сосисках. Результаты проведенной работы внесите в следующую таблицу 1.

Таблица 1 – Результаты проведенной работы

Изделие	Витамин	Окраска
1	2	3
Колбаса	Тиамин	
	Рибофлавин	
	Никотиновая кислота	
	Пиридоксин	
	Ретинол	
	Кальциферол	
	Токоферол	

Продолжение таблицы 1

1	2	3
	Тиамин	
Сосиски	Рибофлавин	
	Никотиновая кислота	
	Пиридоксин	
	Ретинол	
	Кальциферол	
	Токоферол	

*Количественное определение витамина С в мясе и
мясопродуктах.*

Объекты исследования: мясопродукты

Материалы, реактивы, оборудование: 10 %-й раствора хлористоводородной кислоты, ступка, 10 %-го раствора соляной кислоты, роговые весы

Ход работы

Отвешивают 1 г мясопродукта на роговых весах, растирают в ступке со стеклянным порошком, добавляют 2 мл 10 %-го раствора хлористоводородной кислоты, приливают 8 мл воды и фильтруют. Отмеривают для титрования 2 мл фильтрата, добавляют 10 капель 10 %-го раствора соляной кислоты и титруют 2,6-дихлорфенолиндофенолом до розовой окраски, сохраняющейся в течение 30 сек в двух повторностях. Вычисляют среднее содержание аскорбиновой кислоты в 100 г продукта по формуле:

$$X = \frac{0,0088 \cdot A \cdot \Gamma \cdot 100}{B \cdot B}, \quad (1)$$

где X – содержание аскорбиновой кислоты в мг на 100 г продукта;

0,0088 – содержание аскорбиновой кислоты, мг;

A – результат титрования 0,0001Н раствором 2,6-дихлорфенолиндофенола, мл;

B – объем экстракта, взятый для титрования, мл;

B – количество продукта, взятое для анализа, г;

Г – общее количество экстракта, мл; 100 – пересчет на 100 г продукта.

ЗАДАНИЕ. Определить количество витамина С в мясопродуктах. Результаты проведенной работы внесите в следующую таблицу 2.

Таблица 2 – Результаты проведенной работы

Изделие	Содержание витамина С, мг
Мясо	
Колбаса	
Сосиски	

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Значение витаминов, содержащихся в мясе.
2. Характеристика водорастворимых витаминов, содержащихся в мясе.
3. Характеристика жирорастворимых витаминов, содержащихся в мясе.
4. Усвоение организмом витаминов.
5. Суточная потребность витамина А и витаминов группы В.
6. Какие продукты богаты изучаемыми водо- и жирорастворимыми витаминами. Какую роль они выполняют в жизнедеятельности организма.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

ОПРЕДЕЛЕНИЯ НИТРАТОВ И НИТРИТОВ В

МЯСЕ, ВТОРИЧНЫХ ПРОДУКТАХ УБОЯ СКОТА,

МЯСНЫХ ИЗДЕЛИЯХ

Цель и задачи работы: освоить фотометрический метод определения нитратов и нитритов в мясе, вторичных продуктах убоя скота, мясных изделиях.

Методические указания

Среди перечня токсических и вредных веществ, обнаруживаемых в сырье и продуктах, большое практическое значение имеет определение нитрат- и нитрит-ионов, источниками которых служат корма животных и собственно нитрит, добавляемый для имитации цвета при производстве мясных продуктов.

Проблема производства экологически чистых продуктов питания связана с реализацией инструментальных методов контроля вредных веществ, применяемых в условиях производства и имеющих достаточную точность и экспрессность. Существующие фотоколориметрические, хроматографические, спектрофотометрические и химические методы определения нитратов и нитритов не отвечают в полной мере требованиям и условиям производственных лабораторий. Методики имеют ряд недостатков: длительность, использование токсичных и дефицитных реактивов, дорогостоящей аппаратуры, определенный уровень требований к квалификации оператора для выполнения работ и т. д. По сравнению с перечисленными ионоселективный метод определения нитрат- и нитрит-ионов имеет ряд достоинств, прежде всего связанных с малой продолжительностью, точностью и простотой определения, а также компактностью приборов.

В зависимости от уровня материальной базы в аналитической практике могут быть применены различные методы.

Манометрический метод определения нитрат- и нитрит-ионов предусматривает использование ионоселективного (нитратного) электрода типа ЭМ-ЛО₃-01 путем индикации и измерения ЭДС электрода на иономере И-130 (или нитратомере). Иономер

предназначен для измерения активности ионов водорода (рН), одновалентных и двухвалентных анионов и катионов (рХ), окислительно-восстановительных потенциалов в цифровой форме и в виде сигналов постоянного тока. Содержание нитрат-ионов можно фиксировать без предварительного измерения рН. На точность измерения не влияет присутствие фосфора, белков и жиров. Не рекомендуется проводить определение в объектах, содержащих хлорид натрия в массовых концентрациях более 3,5 %.

Измерение ЭДС и определение концентрации нитратов проводят в водной вытяжке, полученной из пробы продукта после предварительной экстракции при интенсивном перемешивании смеси с последующим фильтрованием.

Для исследования растворов с небольшими концентрациями нитрат- и нитрит-ионов используют метод добавок. В 50 см³ вытяжки измеряют ЭДС, затем в нее вводят нитрат калия так, чтобы массовая концентрация нитрата увеличилась до значений, соответствующих предварительно построенному калибровочному графику. По разнице значений рассчитывают искомую величину.

Для определения содержания нитритов их окисляют персульфатом аммония до нитратов. Разность между найденным суммарным содержанием нитрат-ионов и начальной концентрацией нитрат-ионов равна концентрации нитрит-ионов.

Фотометрические методы применяют в ряде модификаций, каждая из которых имеет практическое значение в анализе мясных продуктов и основана на той или иной химической реакции с образованием специфически окрашенных растворов. Например, применяется метод, основанный на реакции нитрита с N-1-нафтилэтилендиамином дигидрохлорида и сульфаниламидом в фильтрате с удаленным белком с последующим фотометрированием или визуальным определением интенсивности окраски. При фотоколориметрическом определении интенсивности окраски метод соответствует международному стандарту и применяется при разногласиях в оценке.

Используют также метод, основанный на реакции нитрита с реактивом Грисса (смесь растворов сульфаниловой кислоты и α -нафтиламина в уксусной кислоте) в фильтрате с удаленным белком с последующим измерением интенсивности окраски на фотоколориметре.

Объекты исследования: мясо различных видов убойных животных и птицы; субпродукты I и II категорий, колбасные изделия, продукты из свинины, говядины, баранины, мяса птицы; консервы, при изготовлении которых применяют нитрит натрия.

Ход работы

Материалы, реактивы и оборудование: мясорубка; весы лабораторные; баня водяная; колбы мерные вместимостью 100, 200 см³; стакан химический; конические колбы вместимостью 100 см³; воронки стеклянные; фильтры беззольные бумажные; фотоэлектроколориметр или спектрофотометр; раствор гидроксида натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм³; раствор сульфата цинка массовой долей 0,45 %; водный раствор аммиака молярной концентрацией 3,0 моль/дм³; раствор соляной кислоты молярной концентрацией 0,1 моль/дм, реактив Грисса; раствор сравнения, содержащий 1 мкг нитрита натрия в 1 см³; рабочий раствор нитрита натрия; кислота сульфаниловая безводная, ч. д. а. (или х. ч.); α -нафтиламин, х. ч.

Приготовление реактивов. Реактив Грисса. Готовят растворы 1 и 2 и смешивают их равные объемы. В случае появления при смешивании растворов розовой окраски добавляют цинковую пыль, взбалтывают и фильтруют. Готовят непосредственно перед употреблением.

Раствор 1. 0,5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 150 см³ раствора уксусной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм³.

Раствор 2. 0,2 г α -нафтиламина кипятят с 20 см³ воды, раствор фильтруют и прибавляют к фильтрату 180 см³ раствора уксусной кислоты молярной концентрацией 2 моль/дм³. Раствор хранят в темной склянке.

Раствор сравнения. Готовят с использованием стандартного и рабочего растворов нитрита натрия.

Для приготовления стандартного раствора нитрита натрия взвешивают навеску нитрита натрия, содержащую 1 г основного вещества. Массу навески (г) для химически чистого реактива с массовой долей основного вещества 99 % вычисляют по формуле:

$$X = \frac{100 \cdot 1}{99} = 1,0101, \quad (1)$$

Навеску переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят дистиллированной водой до метки. Для приготовления рабочего раствора нитрита натрия 10 см³ основного раствора переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят водой до метки. Рабочий раствор нитрита натрия используется для построения калибровочного графика.

Для приготовления раствора сравнения 5 см³ рабочего раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до метки. 1 см³ раствора сравнения содержит 0,001 мг (или 1 мкг) нитрита натрия.

Порядок проведения анализа

Взвешивают 20 г подготовленной к анализу пробы с точностью не более 0,01 г, помещают в химический стакан, заливают 35-40 см³ дистиллированной воды, нагретой до (55 ± 2) °С и настаивают, периодически перемешивая, в течение 10 мин. Затем вытяжку фильтруют через фильтр в мерную колбу вместимостью 200 см³. Навеску несколько раз промывают и переносят на фильтр, вновь промывают водой, затем раствор охлаждают и доводят водой до метки.

Для приготовления вытяжки сырокопченых продуктов из свинины, баранины, говядины и сырокопченых колбас навеску массой 20 г заливают 200 см³ предварительно нагретой до (55 ± 2) °С дистиллированной воды и настаивают, периодически помешивая, в течение 30 мин. Затем вытяжку фильтруют через фильтр, не перенося осадка на фильтр.

20 см³ вытяжки помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора гидроксида натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм³ и 40 см³ раствора сульфата цинка массовой долей 0,45 % для осаждения белков. Смесь в колбе нагревают в течение 7 мин на водяной бане при температуре кипения, после чего охлаждают, доводят до метки водой, перемешивают и фильтруют через обеззоленный бумажный фильтр.

Параллельно проводят контрольный анализ на реактивы, помещая в мерную колбу вместимостью 100 см³ вместо 20 см³ вытяжки 20 см³ дистиллированной воды.

В коническую колбу вместимостью 100 см³ наливают 5 см³ прозрачного фильтрата, полученного после осаждения белков, 1 см³ раствора аммиака, 2 см³ раствора соляной кислоты, 2

см³ дистиллированной воды и, для усиления окраски, 5 см³ раствора сравнения, содержащего 1 мкг нитрита натрия в 1 см³. Затем в колбу приливают 15 см³ реактива Грисса и через 15 мин измеряют интенсивность окраски на спектрофотометре при длине волны 538 нм или на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (№ 6) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 2 см в отношении раствора сравнения.

Массовую долю нитрита (%) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{M_1 \cdot 200 \cdot 100 \cdot 100 \cdot 30}{m \cdot 20 \cdot 5 \cdot 10^6}, \quad (2)$$

где M_1 — массовая концентрация нитрита натрия, найденная по калибровочному графику, мкг/см³;

m — масса навески продукта, г;

10^6 — коэффициент перевода в граммы.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. С чем связана проблема производства экологически чистых продуктов питания

2. Какие основные физико-химические методы используют для определения нитратов и нитритов в мясе, вторичных продуктах убоя скота, мясных изделиях.

3. Дайте краткую характеристику каждому из основных методов, используемых для определения нитратов и нитритов в мясе, вторичных продуктах убоя скота, мясных изделиях.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОБЩЕГО ФОСФОРА В МОЛОКЕ И МЯСОПРОДУКТАХ

Ц е л ь и з а д а ч и р а б о т ы : изучить спектрофотометрический метод определения массовой доли общего фосфора в молоке и в мясопродуктах.

Методические указания

Спектрофотометрия - метод, применяемый чаще других и наиболее совершенный среди методов абсорбционного молекулярного анализа, основан на использовании специальных спектральных приборов — спектрофотометров, позволяющих регистрировать световые потоки в широком интервале изменения длин волн от -185 нм до ~1100 нм, т. е. в УФ, видимой и ближней ИК области спектра, и обеспечивающих высокую степень монохроматичности света, проходящего через анализируемую среду.

В большинстве спектрофотометров, применяемых в аналитической практике, монохроматизация светового потока осуществляется за счет использования диспергирующих (разлагающих свет в спектр) элементов — призм или дифракционных решеток. Разработаны различные конструкции спектрофотометров, работающих как по однолучевой (одноканальной), так и по двухлучевой (двухканальной) схеме.

Метод основан на полном разрушении органических веществ пробы молока, обработанной серной кислотой и пероксидом водорода (метод мокрого озоления) или под действием высокой температуры (метод сухого озоления), добавлении раствора молибдата натрия в аскорбиновой кислоте, спектрофотометрическом измерении оптической плотности образовавшегося молибденового голубого при длине волны 820 нм и определении массовой доли общего фосфора по градуировочному графику.

Объекты исследования: молоко

Материалы, реактивы, оборудование: весы лабораторные, баня водяная, которая может поддерживать температуру 100 °С, термостат или сушильный шкаф, электронагреватель или газовая микрогорелка, колба или пробирки озоления (колба Кьельдаля), тигель, предметное стекло, печь электрическая (муфельная) с циркуляцией воздуха, цилиндры мерные, колбы мерные с одной меткой, пипетки с одной меткой, спектрофотометр, бумага фильтровальная, термометр лабораторный жидкостный нертутный.

Ход работы

Лабораторную пробу молока нагревают до температуры (20±2) °С и тщательно перемешивают. В случае, если не образуется гомогенное распределение жира, пробу медленно нагревают до температуры 40 °С, осторожно перемешивают и охлаждают до температуры (20±2) °С, перед тем как отобрать анализируемую пробу для испытаний.

Метод мокрого озоления

Взвешивают 1,5 г молока на лабораторных весах. В колбу для мокрого озоления количественно переносят навеску пробы молока. Добавляют три стеклянных шарика и 4 см концентрированной серной кислоты.

Устанавливают колбу в наклонном положении в хорошо вентилируемом вытяжном шкафу и нагревают при помощи электронагревателя или газовой микрогорелки.

Нагрев контролируют таким образом, чтобы ограничить образование пены в колбе.

В колбе поддерживают слабое кипение. Не допускаются местные перегревы колбы и нагрев колбы выше уровня жидкости.

Как только в колбе прекратится пенообразование, ее охлаждают до комнатной температуры. Осторожно добавляют 2 см пероксида водорода и снова нагревают. Повторяют данную процедуру до тех пор, пока содержимое не станет прозрачным и бесцветным. В процессе нагрева содержимое колбы периодически перемешивают осторожными круговыми движениями, не допуская местных перегревов.

Смесь охлаждают до комнатной температуры и промывают горло колбы водой около 2 см . Смесь нагревают вновь до тех пор, пока вода не испарится. Смесь кипятят в течение 30 мин до полного разложения пероксида водорода, не допуская местных перегревов.

Смесь охлаждают до комнатной температуры. Количественно переносят смесь в мерную колбу вместимостью 100 см с одной меткой и доводят до метки водой при тщательном перемешивании.

Отбирают пипеткой 2 см смеси в мерную колбу вместимостью 50 см с одной меткой и добавляют около 25 см воды. Затем в колбу добавляют 2,0 см раствора молибдата в аскорбиновой кислоте, тщательно перемешивают и доводят объем раствора в колбе до метки водой.

Содержимое колбы кипятят 15 мин на водяной бане.

Охлаждают колбу со смесью до комнатной температуры в холодной воде. Далее проводят измерение оптической плотности по 9.5. Смесь пригодна для измерения в течение 1 ч.

Метод сухого озоления

Взвешивают 10 г молока на лабораторных весах. В тигель из платины или кварцевую чашку количественно переносят навеску анализируемой пробы молока.

Выпаривают навеску до сухого остатка в термостате при температуре 100 °С или на водяной бане.

После завершения выпаривания анализируемую пробу молока прокаливают в муфельной печи при температуре от 500 °С до 550 °С до тех пор, пока не образуется белая (или почти белая) зола.

Предпочтительно прежде, чем установить тигель в муфельную печь, нагреть его на газовой или электрической плитке, чтобы сжечь легко воспламеняющиеся компоненты.

Тигель с содержимым охлаждают в электрической печи и затем накрывают предметным стеклом. Зола растворяют в растворе соляной кислоты объемом от 2 до 3 см и добавляют около 3 см воды.

Количественно переносят раствор золы в мерную колбу вместимостью 100 см с одной меткой, промывают предметное стекло и тигель водой и переносят промывочную воду в колбу.

Доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают. Раствор фильтруют через фильтровальную бумагу.

Наливают пипеткой 10 см фильтрата в мерную колбу вместимостью 100 см с одной меткой. Доводят объем раствора до метки водой и тщательно перемешивают.

Наливают пипеткой 2 см фильтрата в мерную колбу вместимостью 50 см с одной меткой и добавляют около 25 см воды. Затем добавляют 2,0 см раствора молибдата в аскорбиновой кислоте и доводят объем раствора до метки водой при тщательном перемешивании.

Содержимое колбы кипятят на водяной бане в течение 15 мин.

Охлаждают колбу со смесью до комнатной температуры в холодной воде. Смесью пригодна для спектрометрического измерения в течение 1 ч.

Построение градуировочного графика

Наливают пипеткой в пять мерных колб вместимостью 50 см с одной меткой соответственно 0, 1, 2, 3 и 5 см стандартного раствора. Затем приливают в каждую колбу по 25 см воды.

К содержимому каждой мерной колбы добавляют по 2,0 см раствора молибдата в аскорбиновой кислоте. Каждый раствор доводят до метки водой и тщательно перемешивают. Приготовленные растворы содержат 0, 10, 20, 30 и 50 мкг фосфора соответственно.

Содержимое колб кипятят на водяной бане в течение 15 мин.

Растворы охлаждают до комнатной температуры в холодной воде. В течение 1 ч измеряют на спектрофотометре при длине волны 820 нм, используя кюветы с длиной оптического пути 10 мм, оптическую плотность каждого калибровочного раствора относительно аналогичного показателя раствора, содержащего 0 мкг фосфора. Если значение оптической плотности раствора, содержащего 0 мкг фосфора в 50 см, высокое, проверяют состояние реактивов.

Строят график зависимости полученных фактических значений оптической плотности от массы фосфора в микрограммах, содержащегося в градуировочных растворах.

Спектрофотометрический метод определения массовой доли общего фосфора в мясопродуктах

Методические указания

Метод основан на минерализации навески, реакции взаимодействия фосфора с монованадатом аммония и гептамолибдатом аммония с образованием соединения желтого цвета и фотометрическом измерении оптической плотности при длине волны 430 нм.

Объекты исследования: мясо, колбаса, сосиски

Материалы, реактивы, оборудование: мясорубка; воздухонепроницаемый, герметически закрытый сосуд; весы, муфельная печь; азотная кислота, стеклянная палочка; тигель; часовое стекло; водяная баня; бюретки; мерная колба вместимостью 100 см³; бумажный фильтр; пипетки; спектрометр или фотоэлектрический колориметр со светофильтром длиной волны 430 нм;

Ход работы

Подготовка пробы. Пробу мясопродукта измельчают, дважды пропуская через мясорубку, и тщательно перемешивают. При этом температура пробы должна быть не выше 25 °С. Измельченную пробу хранят не более 24 ч в воздухонепроницаемом, герметически закрытом сосуде, не допуская порчи и изменения состава продукта.

Около 5 г подготовленной пробы взвешивают с точностью до третьего десятичного знака. Минерализацию навески проводят в муфельной печи. Полученную золу растворяют в 10 см³ азотной кислоты, помешивая стеклянной палочкой. Тигель накрывают часовым стеклом и нагревают в течение 30 мин на кипящей водяной бане, охлаждают и количественно переносят жидкость в мерную колбу вместимостью 100 см³. Доводят объем до метки водой, перемешивают и 60 фильтруют через бумажный фильтр, отбрасывая первые 5–10 см³ фильтрата. В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят пипеткой 20 см³ прозрачного и бесцветного фильтрата и добавляют пипеткой или из бюретки 30 см³ окрашивающего реактива.

Содержимое колбы доводят до метки водой, перемешивают и выдерживают не менее 15 мин. Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны (430±2) нм в стеклянной кювете относительно контрольного раствора, используя спектрометр или фотоэлектрический колориметр со светофильтром длиной волны 430

нм. По градуировочному графику, построенному в соответствии, находят концентрацию фосфора в растворе образца. В мерные колбы вместимостью 100 см³ пипеткой вносят по 20 см³ каждого градуировочного (стандартного) раствора фосфата. К этим растворам добавляют по 30 см³ окрашивающего реактива. Доводят объем до метки водой для получения концентраций 10, 20, 40, 50 и 60 мкг/см³ Р₂О₄, соответственно. Содержимое колбы перемешивают и выдерживают не менее 15 мин. Измеряют оптическую плотность. Строят градуировочный график, откладывая измеренные значения оптической плотности против соответствующих концентраций разбавленных стандартных растворов фосфата и проводя прямую линию через отложенные точки и начало координат. Для каждой серии анализов строят новый градуировочный график. Проводят два единичных определения в одинаковых условиях.

Массовую долю общего фосфора X, %, выраженную в виде массовой доли пентоксида фосфора (пятиокси фосфора), вычисляют по формуле:

$$X = c \div 20m, \quad (1)$$

где c – концентрация пятиокси фосфора, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;
m – масса навески, г.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака. Расхождение между результатами двух независимых определений, полученными при использовании одного и того же метода, на одной и той же пробе, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием различного оборудования, не должно превышать 0,0117 %.

ЗАДАНИЕ. Определить массовую долю общего фосфора спектрофотометрическим методом в мясопродуктах. Результаты проведенной работы внесите в следующую таблицу 1.

Таблица 1 - Результаты проведенной работы

Изделие	Массовая доля общего фосфора, %
Мясо	
Колбаса	
Сосиски	

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Дайте определение понятию спектрофотометрия.
2. На чем основан спектрофотометрический метод определения массовой доли общего фосфора в молоке.
3. На чем основан спектрофотометрический метод определения массовой доли общего фосфора в мясопродуктах

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Современные методы анализа мяса и мясопродуктов [Электронный ресурс]: учебное пособие/ Э.Ш. Юнусов [и др.].— Электрон. текстовые данные.— Казань: Казанский национальный исследовательский технологический университет, 2013.— 156 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/62280.html> — ЭБС «IPRbooks»
2. Валова, (Копылова) В.Д. Физико-химические методы анализа [Электронный ресурс]: практикум/ (Копылова) В. Д. Валова, Л.Т. Абесадзе— Электрон. текстовые данные.— М.: Дашков и К, 2016.— 222 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/60540.html> — ЭБС «IPRbooks»
3. Физико-химические методы исследования / Криштафович В.И. - М.:Дашков и К, 2018. - 208 с.: - Режим доступа: <http://znanium.com/catalog/product/513811>
4. Серов, Ю. М. Хроматографические методы анализа [Электронный ресурс] : учебное пособие / Ю. М. Серов, В. Ю. Конюхов, А. Ю. Крюков. — Электрон. текстовые данные. — М. : Российский университет дружбы народов, 2011. — 220 с. — Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/11544.html>
5. Физико-химические методы анализа / Валова (Копылова) В.Д., Абесадзе Л.Т. - М.: Дашков и К, 2018. - 224 с.: ISBN 978-5-394-01751-3 - Режим доступа: <http://znanium.com/catalog/product/430532>
6. Физико-химические методы анализа. Лабораторный практикум [Электронный ресурс]: учебно-методическое пособие/ Г.К. Лупенко [и др.].— Электрон. текстовые данные.— Новосибирск: Новосибирский государственный технический университет, 2010.— 87 с.— Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/44698.html> — ЭБС «IPRbooks»

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ
КАЧЕСТВА В ПРОЦЕССАХ ПРОИЗВОДСТВА
ПРОДУКТОВ ПИТАНИЯ ЖИВОТНОГО
ПРОИСХОЖДЕНИЯ**

Методические указания

Составители: **Забашта** Николай Николаевич,
Нестеренко Антон Алексеевич,
Сарбатова Наталья Юрьевна

Подписано в печать 25.03.2020. Формат 60 × 84 ¹/₁₆.
Усл. печ. л. – 2,0. Уч.-изд. л. – 1,5.

Кубанский государственный аграрного университета.
350044, г. Краснодар, ул. Калинина, 13